

**SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE HIDROGELES A PARTIR DE LA
ESTERIFICACIÓN DE POLIGLICEROL CON ÁCIDO OLEICO**

**CARLOS STEVEN GONZÁLEZ TÉLLEZ
DAIRA TATIANA ZEA BALLESTEROS**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2014

**SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE HIDROGELES A PARTIR DE LA
ESTERIFICACIÓN DE POLIGLICEROL CON ÁCIDO OLEICO**

**CARLOS STEVEN GONZÁLEZ TÉLLEZ
DAIRA TATIANA ZEA BALLESTEROS**

Trabajo de Grado para optar al título de Ingeniero Químico

Director:

**GUSTAVO EMILIO RAMÍREZ CABALLERO
Ingeniero Químico, PhD.**

Codirectora:

**CAROLINA ARDILA SUÁREZ
Ingeniera Química**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2014

AGRADECIMIENTOS

A la Universidad Industrial de Santander y a la escuela de Ingeniería Química por acogernos y formarnos como profesionales y personas integras.

Al doctor Gustavo por la confianza y dedicación que nos brindó a lo largo de este tiempo.

A la Ingeniera Carolina por la paciencia, esfuerzo, acompañamiento y apoyo incondicional durante la realización de este proyecto.

Al grupo de investigación en polímeros, por brindarnos su confianza y acogernos en el transcurso de este trabajo.

Tatiana agradece a:

Primero que todo agradezco a Dios por brindarme la sabiduría y la fuerza para siempre seguir adelante a pesar de las adversidades. A mi hija Zareth por ser el eje de mi vida y el motivo por el cual luchar día a día. A mi padre por sus enseñanzas, amor, paciencia y por ser ese hombre luchador y emprendedor todos los días de su vida. A mi hermana Jessica por ser mi amiga incondicional y ser ese apoyo tan grande estos últimos años. A mi madre por darme la vida y por su apoyo todos los días. A Manuel Poveda por acompañarme estos últimos años de mi vida y apoyarme incondicionalmente a pesar de la distancia. A Carolina Ardila por la paciencia y colaboración para la realización de este sueño. A mi abuelita Leonor por su interés, amor y colaboración. A Steven por el acompañamiento y comprensión desde el inicio de este camino. A mi familia por siempre estar pendientes en los buenos y malos momentos. Y finalmente a mis amigos de siempre Carolina, Diana, Diego, Aracely, Susan, Eliana y Johana.

Steven agradece a:

Dios por concederme sabiduría, el don del entendimiento y fortaleza para desarrollar este proyecto y culminar esta carrera, a mis amigos y mi familia fuente de apoyo, constante amor y comprensión, a mi hermana Lorena González gran compañera de lucha a pesar de la distancia. A Carolina Ardila por la inmensa ayuda, apoyo durante todo el proyecto y su aporte en nuevos conocimientos, a Tatiana Zea mi compañera con quien trabaje hombro a hombro para terminar este proyecto. A mis amigos: Deisy, Esthefany, Alexandra, Lina, Sandra, Cindy, Claudia, Ximena, Yeferson, Yilmer, Victor, gracias por el gran apoyo que son y seguirán siendo ¡Dios los bendiga!

CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN	16
1. MARCO TEÓRICO	18
1.1 POLIMERIZACIÓN POR ETAPAS DEL GLICEROL	18
1.2 ESTERIFICACIÓN DE POLIGLICEROL	20
1.3. HIDROGEL DE POLIGLICEROL ESTERIFICADO CON ÁCIDO OLEICO	20
2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	23
2.1. DESCRIPCIÓN DE LA METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	23
2.1.1. Revisión bibliográfica	23
2.1.2. Pruebas preliminares	23
2.1.3. Reactivos y materiales	24
2.1.4. Polimerización	25
2.1.5. Esterificación	26
2.1.6. Caracterización del polímero	27
2.1.6.1. Capacidad de hinchamiento	27
2.1.6.2. Análisis térmico	28
2.1.6.3. Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)	29
2.1.6.4 Microscopia electrónica de barrido	29
3. RESULTADOS Y ANÁLISIS	30
3.1. HIDROGEL OBTENIDO	30
3.2. CAPACIDAD DE HINCHAMIENTO	31
3.2.1. Pruebas de absorción	31
3.3. ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO (TGA)	34

3.4. CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC)	35
3.5. ESPECTROSCOPIA INFRARROJA POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)	37
3.6. COMPROBACIÓN DE LA SATURACIÓN DEL DOBLE ENLACE	41
3.7. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM)	42
4. CONCLUSIONES	44
5. RECOMENDACIONES	45
REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS	46
BIBLIOGRAFIA	51
ANEXOS	56

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Condiciones de Polimerización	26
Tabla 2. Condiciones de esterificación	27
Tabla 3. Tiempos de esterificación	31

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Representación de la molécula de glicerol	18
Figura 2. Reacción de eterificación de glicerol a poliglicerol [2]	19
Figura 3. Ester de poliglicerol	20
Figura 4. Reacción de entrecruzamiento de poliglicerol con ácido oleico	22
Figura 5. Diagrama de flujo del procedimiento	24
Figura 6. Montaje Polimerización y esterificación. 1. Reactor de vidrio de 50 ml, 2. Dosificador, 3. Termómetro, 4. Burbujeador de nitrógeno, 5. Termocupla 6. Plancha de Calentamiento, 7 Condensador, 8. Bomba de vacío	25
Figura 7. Hidrogel sintetizado a diferentes relaciones molares Poliglicerol: Ácido Oleico. (a) Relación 1:0,01. (b) Relación 1:0,02. (c) Relación 1:0,1. (d) Relación 1:0,2. (e) Relación 1:0,3.	30
Figura 8. Comparación capacidad de hinchamiento de todas las replicas	32
Figura 9. Capacidad de hinchamiento a 50 minutos y 24 horas	33
Figura 10. Termograma hidrogeles sintetizados a distintas relaciones molares	34
Figura 11. DSC modulado del hidrogel sintetizado a distintas relaciones molares	36
Figura 12. Comparación de espectros a distintas relaciones molares	38
Figura 13. Comparación de los espectros de poliglicerol y el hidrogel sintetizado	39
Figura 14. Resultados prueba Bayer	41
Figura 15. Micrografías del hidrogel a 3000 aumentos (a) Relación molar PG: AO de 1:0,1 (b) Relación molar PG:A.O. de 1:0,3	42

LISTA DE ANEXOS

	Pág.
Anexo A. Adición de ácido sulfúrico a alquenos	56
Anexo B. Cálculo de la relación estequiométrica A.O./OH	57
Anexo C. Protocolo de lavado y secado.	59
Anexo D. Datos de resultados obtenidos de prueba de absorción	60
Anexo E. Termogramas elementos precursores del PGE	66
Anexo F. Espectroscopia de infrarrojo	67
Anexo G. Prueba Bayer	70

RESUMEN

TITULO: SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE HIDROGELES A PARTIR DE LA ESTERIFICACIÓN DE POLIGLICEROL CON ÁCIDO OLEICO*

AUTORES: CARLOS STEVEN GONZÁLEZ TÉLLEZ**
DAIRA TATIANA ZEA BALLESTEROS

PALABRAS CLAVE: Hidrogel, glicerol, poliglicerol, ácido oleico, esterificación, entrecruzamiento

DESCRIPCIÓN:

El presente trabajo se enfoca en la síntesis y caracterización de hidrogeles obtenidos a distintas relaciones molares Poliglicerol: Ácido oleico. Para esto se parte del glicerol, con el fin de darle un valor agregado al principal subproducto de la industria del biodiesel. Para polimerizar dicho monómero se realiza una polimerización por etapas con el objetivo de tener un polímero ramificado y que posea una cantidad considerable de grupos hidroxilos terminales para que se pueda llevar a cabo la reacción de esterificación con los grupos carboxilos del ácido oleico y así obtener el ester de poliglicerol entrecruzado, es decir, un material que posea la capacidad de absorber y retener agua en su interior, este tipo de material conocido como hidrogel, posee redes tridimensionales que hacen que éste contenga en su interior grandes cantidades de un solvente termodinámicamente compatible. En los hidrogeles la capacidad de absorber un solvente surge de los grupos hidrófilos unidos al esqueleto polimérico, mientras que la resistencia a la disolución resulta de los enlaces entrecruzados entre las cadenas de la red.

Se obtuvo un hidrogel que además de absorber hasta casi tres veces su peso seco, posee una textura compacta y definida, debido al entrecruzamiento de la estructura y a la flexibilidad que le proporciona las largas cadenas carbonadas del ácido oleico, lo que hace que sea un material físicamente estable.

*Proyecto de grado. Modalidad investigación

** Facultad de ingenierías fisicoquímicas. Escuela de ingeniería química. Director. PhD. Gustavo E. Ramírez. Codirectora: Ing. Carolina Ardila Suárez.

ABSTRACT

TITLE: SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF HYDROGELS FROM OF THE ESTERIFICATION OF POLYGLYCEROL WITH OLEIC ACID *

AUTHORS: CARLOS STEVEN GONZÁLEZ TÉLLEZ **
DAIRA TATIANA ZEA BALLESTEROS

KEYWORDS: Hydrogel, glycerol, polyglycerol, oleic acid, esterification, crosslinking

DESCRIPTION:

This work focuses on the synthesis and characterization of hydrogels obtained at different molar ratios Polyglycerol : oleic acid . For this part of glycerol, in order to give added value to the principal by- product of the biodiesel industry. To polymerize this monomer realized polymerization is by stages with the aim to have a branched polymer and that possesses a considerable quantity of groups hydroxyl terminal in order that it could carry out the reaction of esterification with the groups carboxyl of the oleic acid and this way to obtain the polyglycerol ester crosslinked , it is to say , a material having the ability to absorb and retain water therein , this type of material known as hydrogel possesses dimensional networks that make it contains in its interior large amounts of a solvent thermodynamically consistent . Hydrogels in the ability to absorb a solvent emerges from hydrophilic groups attached to the polymer backbone, while the resistance resulting from the dissolution crosslinks between chains of the network.

A hydrogel and absorbs up to about three times their dry weight , has a compact and defined texture due to crosstalk between the structure and the flexibility provided by the long carbon chains of oleic acid was obtained , which makes it a material physically stable.

* Graduation Project to qualify for the degree in chemical engineering.

** Faculty of Physical and Chemical Engineering, Chemical Engineering Department. Director: PhD. Gustavo E. Ramírez. Codirector: Ing. Carolina Ardila Suárez.

INTRODUCCIÓN

La presente tesis de grado tiene como objeto la síntesis y caracterización de hidrogeles a partir del glicerol, subproducto de la industria del biodiesel. El glicerol producido en la industria del biodiesel es aproximadamente el 10% p/p de la producción total [1]. El exceso de glicerol producido genera problemáticas económicas [2] y ambientales [3] para la industria del biodiesel lo que hace necesario emplearlo como reactivo base de materiales con mayor valor agregado [4].

La síntesis de hidrogeles a partir de glicerol contribuye entonces en la búsqueda de nuevas aplicaciones al glicerol subproducto de la industria del biodiesel. Los hidrogeles presentan un amplio campo de aplicación de estos materiales entre ellos: material como sustituto de la córnea, cultivos de células sobre hidrogeles [5], también son utilizados como plataformas versátiles y viables para la liberación de proteínas, administración de fármacos y la ingeniería de tejidos debido a su excelente biocompatibilidad [6].

Los hidrogeles, materiales que gracias a la red tridimensional que poseen logran propiedades como elasticidad, insolubilidad en agua y la característica preponderante que es la capacidad de hincharse en contacto con un solvente termodinámicamente compatible [7].

Se plantea la posibilidad de sintetizar hidrogeles a partir de la modificación del poliglicerol, producto de la polimerización por etapas del glicerol, mediante reacciones de entrecruzamiento con ácido oleico. Además, se busca establecer una relación entre la densidad de entrecruzamiento y las propiedades finales del material como la absorción y la transición vítrea.

La síntesis del políglicerol ester se realiza en un montaje de laboratorio, donde inicialmente se sintetiza el políglicerol a partir de glicerol, consecutivamente se realiza la esterificación del políglicerol obtenido con distintas cantidades de ácido oleico, para así tener un hidrogel que es capaz de absorber agua equivalente a casi tres veces a su peso seco. A cada polímero obtenido se le realizó pruebas de hinchamiento, análisis termogravimétrico, de calorimetría diferencial de barrido y por ultimo microscopia electrónica de barrido.

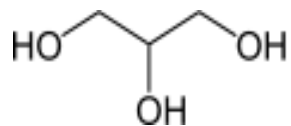
El presente documento se encuentra dividido en secciones donde inicialmente presenta una introducción al tema de polimerización, esterificación y características de hidrogeles, adicionalmente consta de un marco teórico donde se muestran las principales características del material y los mecanismos de reacción, en seguida se presenta la metodología experimental desarrollada, el montaje utilizado durante la reacción de polimerización y esterificación, el protocolo de reacción, continuando con los resultados y análisis donde se observa el material obtenido con sus caracterizaciones correspondientes y finalmente se presentan las conclusiones obtenidas del proyecto.

Este trabajo de investigación busca dar a conocer cómo las propiedades físicas y químicas de la red polimérica del hidrogel se ven influenciadas por la cantidad de ácido oleico utilizado en la síntesis del material.

1. MARCO TEÓRICO

El glicerol es un subproducto de la reacción de transesterificación de la producción de biodiesel; este posee en sus extremos grupos hidroxilos primarios y en el interior el grupo hidroxilo secundario, (ver Figura 1), [8], el cual resulta ser un monómero de gran utilidad para polimerización. El poliglicerol obtenido de la polimerización del glicerol, presenta gran cantidad de grupos hidroxilos externos que pueden reaccionar para la formación de estructuras entrecruzadas, lo que hace que sea un material de partida para la síntesis de poliglicerol como base para hidrogeles [9].

Figura 1. Representación de la molécula de glicerol



1.1 POLIMERIZACIÓN POR ETAPAS DEL GLICEROL

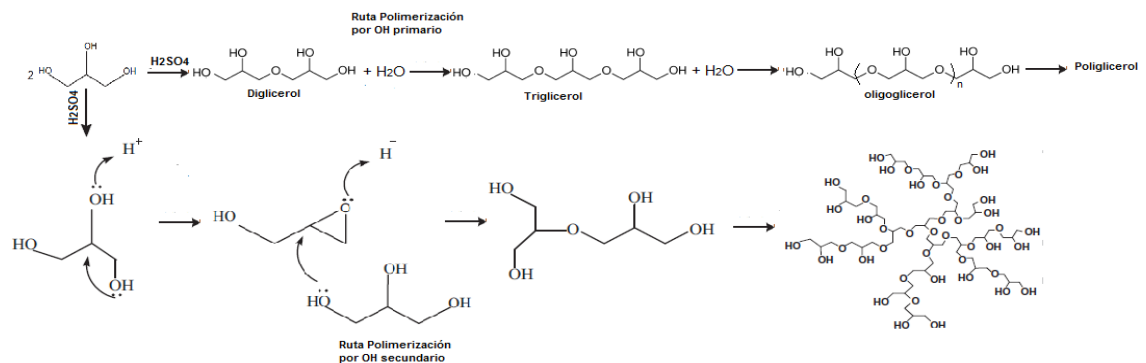
Las etapas de la polimerización transcurren mediante la adición continua de monómeros de glicerol a la cadena en crecimiento, que contiene un extremo activado hasta el momento de su terminación. En cualquier instante a lo largo de la polimerización, la mezcla de reacción consiste en una distribución continua de tamaños moleculares que comprende desde el mismo monómero hasta el polímero de elevado peso molecular [11].

El catalizador empleado para dicha polimerización desempeña un papel importante, de este depende las características del material tales como el peso

molecular, la conversión de grupos hidroxilo, formación de subproductos, coloración, entre otros [12]. Salehpour y Dubé [13] afirmaron que, catalizar la reacción de polimerización del glicerol con un ácido fuerte como el ácido sulfúrico se obtienen polímeros de relativamente alto peso molecular. Finalmente, se destaca que el ácido sulfúrico como catalizador proporciona cierta coloración al material presumiendo que es debido a reacciones secundarias de deshidratación [11].

Salehpour [13] propone un mecanismo de reacción para la polimerización por etapas en presencia de un catalizador ácido, donde se da lugar a polímeros lineales o ramificados (ver Figura 2); los primeros, resultan de la protonación del hidroxilo primario del glicerol obteniendo una nueva molécula unida a la primera por un enlace éter. El polímero ramificado se tiene con el incremento de la temperatura en la reacción donde se favorece la formación de glicidol, un epóxido reactivo que puede reaccionar adicionalmente con glicerol después de la activación, por tanto la apertura del anillo catalizado por un ácido tiene lugar en el carbono más sustituido, es decir en el grupo hidroxilo secundario [13].

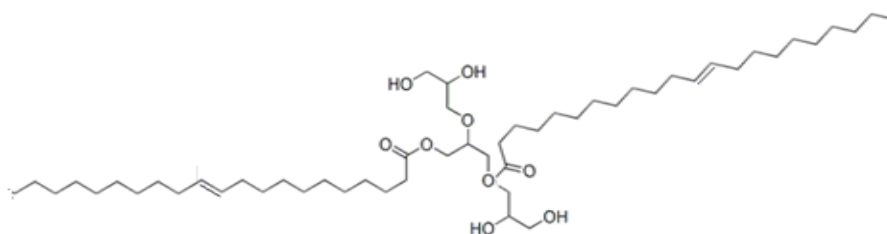
Figura 2. Reacción de eterificación de glicerol a poliglicerol [2]



1.2 ESTERIFICACIÓN DE POLIGLICEROL

En la esterificación, se presenta la activación del grupo carboxilo lo que permite el ataque nucleofílico del alcohol, posteriormente se produce la transferencia de un átomo de hidrogeno al oxigeno del ácido orgánico y finalmente se forma el éster [14] (Figura 3).

Figura 3. Ester de poliglicerol



Se puede favorecer la producción del éster al retirar el agua que se produce por condensación. La remoción de este subproducto puede lograr un avance tanto en la reacción de polimerización como en la esterificación y puede incrementarse por el burbujeo de gas inerte (N_2) además de realizar la reacción a presiones reducidas [15].

La esterificación de poliglicerol con ácidos grasos da una mezcla de composición y propiedades variables según el ácido introducido y el grado de polimerización. El resultado de la reacción son esteres de poliglicerol que poseen la parte hidrófila de la molécula derivada del polialcohol y la parte hidrófoba del ácido graso [16].

1.3. HIDROGEL DE POLIGLICEROL ESTERIFICADO CON ÁCIDO OLEICO

Los hidrogeles son polímeros entrecruzados capaces de hincharse en presencia de agua [17], los cuales suelen ser sintetizados a partir de la polimerización de

monómeros hidrófilos [18]. Estos poseen redes tridimensionales lo que hacen que este tipo de material contenga grandes cantidades de agua en sus redes desde un 10% hasta mil veces su peso seco [9]; adicionalmente, dichas redes no permite que pierda la integridad de su estructura [19]. En los hidrogeles la capacidad de absorber agua surge de los grupos funcionales hidrófilos unidos al esqueleto polimérico, mientras que su resistencia a la disolución resulta de los enlaces entrecruzados entre las cadenas de la red [20].

Se han reportado trabajos de hidrogeles a partir de poligliceroles hiperramificados [18-21], destacándose Salehpour y Zuliani [9] que obtuvieron hidrogeles, mediante la polimerización directa del glicerol, con un porcentaje de hinchamiento de hasta 25% con respecto a su peso seco, de donde afirma que el comportamiento que presenta un hidrogel con respecto a su capacidad de hinchamiento depende directamente del grado de entrecruzamiento que éste presente. Además, es importante resaltar que en el grupo de investigación en polímeros de la Universidad Industrial de Santander recientemente se ha sintetizado un hidrogel de poliglicerol usando ácido cítrico como agente entrecruzante, teniendo un material con una capacidad de absorción de hasta 1200% [22].

Una característica importante de un hidrogel es la velocidad de hinchamiento, la cual está dada por algunos parámetros fisicoquímicos tales como porosidad y el tipo de estructura porosa. Los hidrogeles se pueden clasificar en cuatro tipos: los no porosos, según lo afirma Lowman [23] poseen un diámetro de poro comprendido entre 10 y 100 Å, donde las cadenas poliméricas poseen alta densidad y por tanto el transporte de soluto a través del volumen libre es limitado por la difusión. Los hidrogeles microporosos poseen un diámetro entre 100 y 1000 Å, en donde el tamaño de poro se aproxima al tamaño del soluto que lo difunde, por lo tanto el transporte del soluto se debe a la difusión molecular y a la convección en los poros llenos de agua. La estructura macroporosa es clasificada respecto a tamaños de poro mayor a 0,1 micras, en este caso ya que los poros

son más grandes que la especie que lo difunden, la velocidad de absorción es rápida. Finalmente, los hidrogeles superporosos están entre un rango de varios cientos de micras, donde la mayoría de los poros están conectados para formar canales, que actúan como un sistema capilar causando una absorción de agua en la estructura porosa mucho más rápida que en la estructura macroporosa.

Una característica de los hidrogeles es la temperatura de transición vítrea, a una temperatura mayor que ésta, el polímero aumenta su densidad, dureza y rigidez, además su porcentaje de elongación disminuye de forma drástica, esta transición está relacionada directamente con el grado de entrecruzamiento del polímero [24], ya que cuando hay alta densidad de entrecruzamiento, se reduce la movilidad de las cadenas del polímero, de modo que esto provoca un aumento de la temperatura de transición vítrea [25].

El hidrogel sintetizado a partir de la esterificación de poliglicerol con ácido oleico posee la capacidad de hinchamiento debido al entrecruzamiento que ocurre entre los grupos hidroxilos terminales del poliglicerol junto con la saturación del doble enlace de la estructura del ácido oleico (ver ANEXO A) y los grupos carboxilos del mismo como se puede observar en la Figura 4.

Figura 4. Reacción de entrecruzamiento de poliglicerol con ácido oleico



2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

A continuación se explica de forma general la metodología desarrollada durante la realización del presente proyecto. Presentando de una manera secuencial cada una de las etapas empleadas.

Revisión bibliográfica

Pruebas preliminares

Caracterización

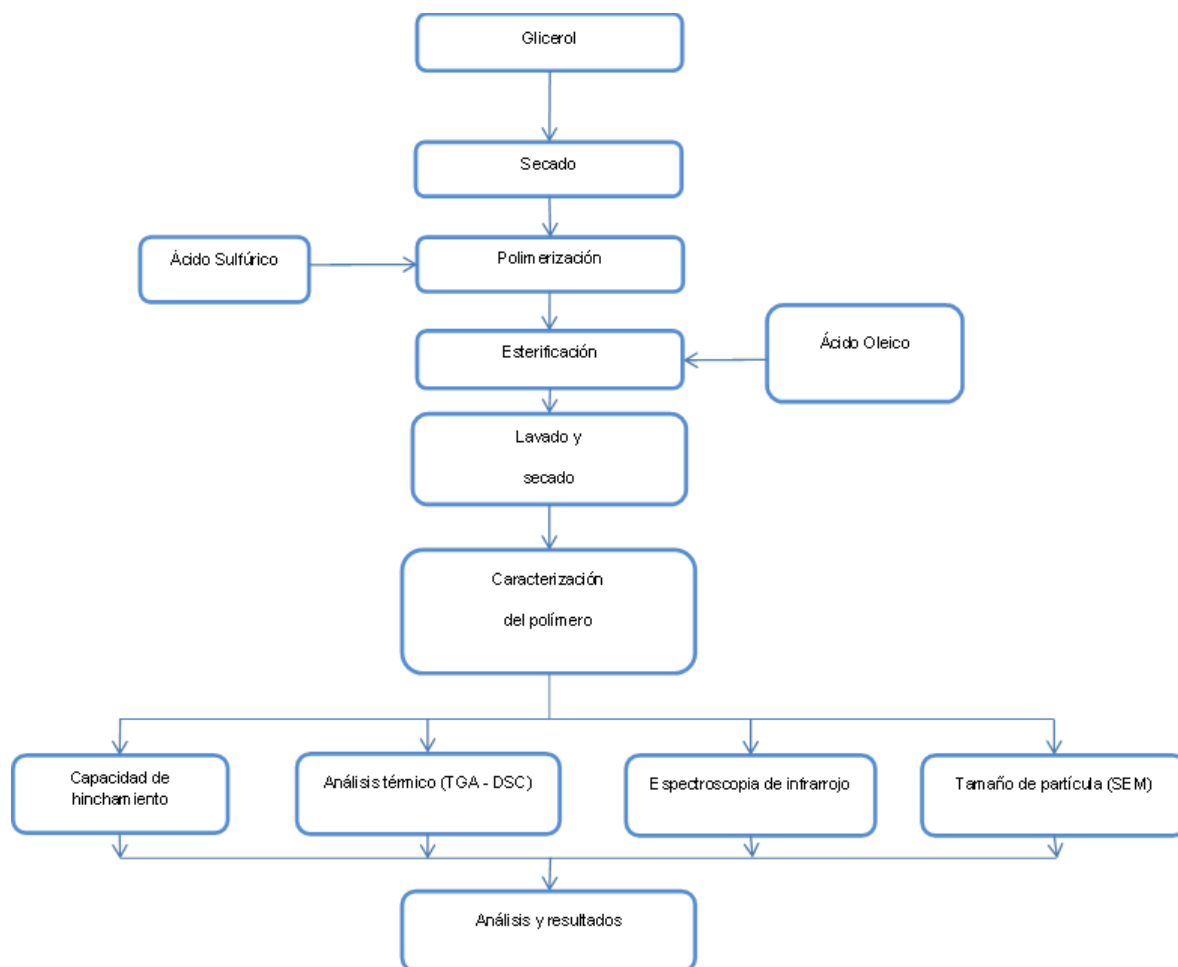
Análisis de resultados

2.1. DESCRIPCIÓN DE LA METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

2.1.1. Revisión bibliográfica En esta etapa se recopiló información necesaria acerca de los diferentes reactivos, y condiciones utilizadas para llevar a cabo la síntesis de hidrogeles, también se establecieron las relaciones a utilizar para distintas réplicas de los hidrogeles y su posterior caracterización.

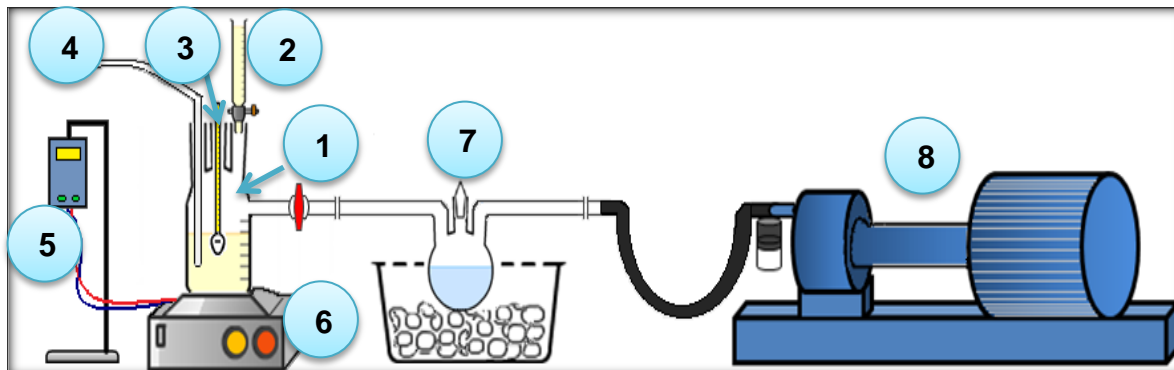
2.1.2. Pruebas preliminares En la Figura 5 se presenta de manera secuencial las etapas realizadas para lograr el hidrogel, partiendo desde el glicerol hasta el análisis de resultados.

Figura 5. Diagrama de flujo del procedimiento



2.1.3. Reactivos y materiales Para la realización del material se empleó glicerol puro como base del polímero a esterificar (Glicerol 85% de Merck), ácido sulfúrico concentrado como catalizador (Ácido sulfúrico 95-97% -Merck) y para la esterificación se utilizó ácido oleico comercial (Suquín Ltda), además se empleó un único montaje para llevar a cabo la polimerización y posterior esterificación (Figura 6).

Figura 6. Montaje Polimerización y esterificación. 1. Reactor de vidrio de 50 ml, 2. Dosificador, 3. Termómetro, 4. Burbujeador de nitrógeno, 5. Termocupla 6. Plancha de Calentamiento, 7 Condensador, 8. Bomba de vacío



Para la síntesis del polímero se utilizó un reactor de vidrio con tres entradas, las cuales estaban dispuestas así: una de ellas para la entrada de nitrógeno con el fin de mantener una atmosfera inerte, una segunda entrada dispuesta para el termómetro con el fin de garantizar la temperatura de la reacción estable y por ultimo una boquilla para la adición del catalizador y reactivos; además, el reactor presenta una salida para retirar el agua obtenida de la reacción. Dicha salida está conectada directamente a un condensador en donde se recoge el agua subproducto de las reacciones de polimerización y esterificación entre otros subproductos; este condensador está conectado a su vez, a una bomba de vacío (22 inHg~0,735 atm) que permite que las reacciones de polimerización y esterificación se lleven a cabo de manera continua.

2.1.4. Polimerización Para llevar a cabo la polimerización del glicerol fue necesario someterlo previamente a un secado, con el fin de partir de glicerol puro. La polimerización del glicerol se realizó con 4.8% de catalizador (H_2SO_4) de acuerdo a lo reportado en la literatura [13] y bajo las siguientes condiciones, (Tabla 1):

Tabla 1. Condiciones de Polimerización

Composiciones y condiciones de reacción	Datos
Glicerol seco	10 ml
Catalizador	0,35 ml
Tiempo de reacción	15 min
Temperatura	160 ^o C

El proceso de polimerización se realizó de acuerdo con el siguiente protocolo:

1. Se sumerge el reactor en un baño de aceite de silicona.
2. Se coloca el reactor en el soporte para introducirlo en el aceite y se adiciona el glicerol seco medido previamente.
3. Se calienta hasta que el glicerol alcance una temperatura de 160°C, temperatura de reacción.
4. Se adiciona el catalizador ácido sulfúrico concentrado para polimerizar.
5. Se estimó el tiempo de polimerización de 15 minutos, momento en que el polímero pierde súbitamente su fluidez, es decir ha alcanzado el punto de gel.

2.1.5. Esterificación Se inicia la esterificación en el mismo reactor que se ha realizado la polimerización y sin retirar el políglicerol obtenido, se adiciona el ácido oleico. La cantidad de ácido oleico se determina por medio de una relación molar Políglicerol: Ácido Oleico (PG:AO) (ver Anexo B).

Este proceso se lleva a cabo bajo las siguientes condiciones (Tabla 2):

Tabla 2. Condiciones de esterificación

Composiciones y condiciones de reacción	Datos
Poliglicerol	6,8 g +/- 0,58
Ácido oleico	Relaciones molares PG:A.O 1:0,01; 1:0,02; 1:0,1; 1:0,2; 1:0,3
Tiempo de reacción	6 – 30 min dependiendo la relación molar PG:A.O
Temperatura	160 ^o C

El proceso de esterificación se realizó de acuerdo con el siguiente protocolo:

1. Una vez el poliglicerol ha alcanzado el punto de gel, se procede a la adición de ácido oleico especificado previamente, el cual se determina calculando la relación molar PG:AO. La cantidad de ácido sulfúrico adicionado en la polimerización es capaz de catalizar la reacción de esterificación.
2. Al adicionar el ácido oleico al polímero, este reduce su viscosidad por lo que se hace necesario esperar que alcance nuevamente el punto de gel y así estimar el tiempo de reacción que depende de la cantidad de ácido oleico agregado.
3. Se recupera el polímero obtenido.
4. Se procede a realizar un lavado para retirar el catalizador, posteriormente se seca la muestra para pruebas posteriores (ver protocolo de lavado y secado en el ANEXO C).

2.1.6. Caracterización del polímero

2.1.6.1. Capacidad de hinchamiento Se tomó una muestra de cada uno de los polímeros obtenidos a partir de poliglicerol con las diferentes relaciones molares de poliglicerol:ácido oleico, se pesó, se introdujo en bolsas de té según la norma *Japanese Industrial Standard, JIS K 7223* [26] para ser sumergida en agua

destilada. Transcurridos cinco minutos se retiró la bolsa del agua y enseguida la muestra de la bolsa, se secó la superficie con papel absorbente y posteriormente se pesó de nuevo. Una vez pesada la muestra, se introdujo de nuevo en agua destilada por cinco minutos más y se repitió el mismo procedimiento hasta que la muestra hinchada alcanzó un peso constante. De manera análoga se realizó a las muestras pruebas de absorción manteniéndolas sumergidas en agua destilada durante 24 horas.

2.1.6.2. Análisis térmico

A. Análisis termogravimétrico (TGA)

Este análisis se realizó con el objetivo de conocer las propiedades térmicas del polímero, mediante el registro continuo de la variación de la masa en función del aumento de la temperatura. El equipo usado para realizar dicho análisis fue un Analizador Termogravimétrico TA2050. Las muestras fueron puestas en el equipo, donde se empleó un rango de temperatura de 25 °C hasta 550°C, con una velocidad de calentamiento de 5°C/min y un flujo de nitrógeno de 50 mL/min.

B. Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

Esta prueba se realizó con el fin de observar la presencia de la transición vítrea del polímero. El análisis se realizó en un equipo de calorimetría diferencial Discovery Series TA Q20 y una tecnología de sensor Tzero, bajo las siguientes condiciones de operación: Temperatura de amplitud modulada de 1°C y periodo de 60 segundos en un rango de temperatura de -10°C hasta 300°C a una velocidad de calentamiento de 3°C/min y flujo de nitrógeno de 50 mL/min.

2.1.6.3. Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) Esta medición se realiza con el fin estudiar los grupos funcionales presentes en la muestra de polímero obtenida. La muestra de hidrogel se pasa por un Espectrofotómetro FTIR TENSOR 27-BRUKER, que posee una celda ATR la cual arroja una transmitancia total atenuada de la muestra a estudiar.

2.1.6.4 Microscopia electrónica de barrido Se realizó una microscopia electrónica de barrido (SEM) para determinar el tamaño de poro del polímero. Para esto previamente se realizó la técnica de criofijación en la cual se congela la muestra con nitrógeno líquido después de ser hinchada por 24 horas con el objetivo que mantener la estructura hinchada; enseguida, se procedió a secar la misma al vacío bajo las siguientes condiciones, temperatura de -40°C a 30°C durante 72 horas, velocidad de calentamiento 10°C/h , la presión de 1 atm disminuye hasta 0,52 atm, esto ocurre en un equipo de liofilización VirTis AdVantage Es-S3. Posteriormente, se realizó una criofracturación donde la muestra fue nuevamente sometida a nitrógeno líquido para hacer más sencilla la fractura de la misma, con el fin de estudiar la morfología interna de la muestra en su estado hinchado [28]. El análisis SEM se realizó en el microscopio Quanta FEG 650, en modo ambiental y con una tecnología de emisión de campo Schottky Field Emission Gun, para la generación del haz de electrones de alta energía el cual interactúa con la muestra, permitiendo mostrar la porosidad del material.

3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

3.1. HIDROGEL OBTENIDO

El hidrogel sintetizado se obtuvo a distintas relaciones molares poliglicerol: ácido oleico (PG:AO), cada una de las cuales presenta diferentes características. Como se puede observar en las Figuras 7.a. y 7.b. los hidrogeles presentan una textura quebradiza y frágil, mientras que los hidrogeles de las Figuras 7.c. a 7.e. presentan una textura compacta y definida, y de manera general todos los hidrogeles presentan una coloración marrón.

Figura 7. Hidrogel sintetizado a diferentes relaciones molares Poliglicerol: Ácido Oleico. (a) Relación 1:0,01. (b) Relación 1:0,02. (c) Relación 1:0,1. (d) Relación 1:0,2. (e) Relación 1:0,3.



Se presume que el tiempo de esterificación aumenta a medida que se incrementa la relación molar de ácido oleico, debido a que a mayor cantidad de ácido oleico mayor es la presencia de grupos carboxilos e insaturaciones disponibles para reaccionar con los grupos hidroxilos del polímero. Por lo tanto, van a tardar en reaccionar los grupos funcionales del ácido oleico con los grupos hidroxilos libres del poliglicerol. (Tabla 3).

Tabla 3. Tiempos de esterificación

Relación Molar (PG:A.O)	Tiempo promedio [min]
1:0,01	2
1:0,02	5
1:0,1	6
1:0,2	18
1:0,3	30

3.2. CAPACIDAD DE HINCHAMIENTO

La capacidad de hinchamiento del hidrogel fue determinado por la siguiente ecuación:

$$\%H = \frac{W_{hinchado} - W_{seco}}{W_{seco}} [8]$$

Dónde:

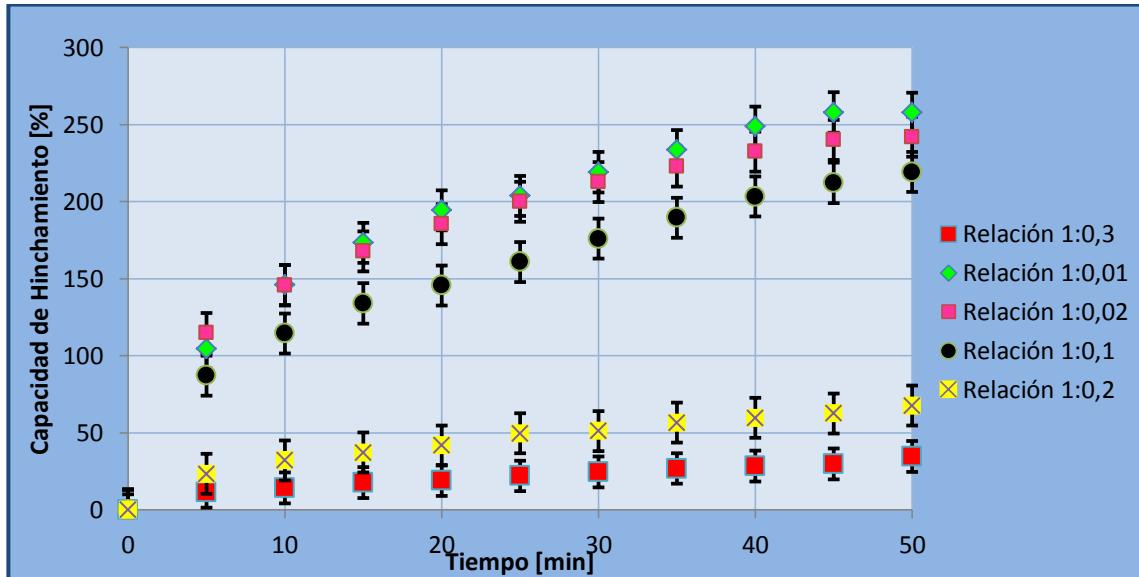
$W_{hinchado}$ = polímero tras absorber agua

W_{seco} = polímero seco

3.2.1. Pruebas de absorción Se realizó la prueba de hinchamiento sumergiendo las muestras cada 5 minutos hasta 50 minutos (ver Figura 8), en este punto el

hidrogel tiende a estabilizar su peso. Los resultados obtenidos tras hacer la prueba de absorción a todas las muestras se encuentran en el anexo D.

Figura 8. Comparación capacidad de hinchamiento de todas las replicas

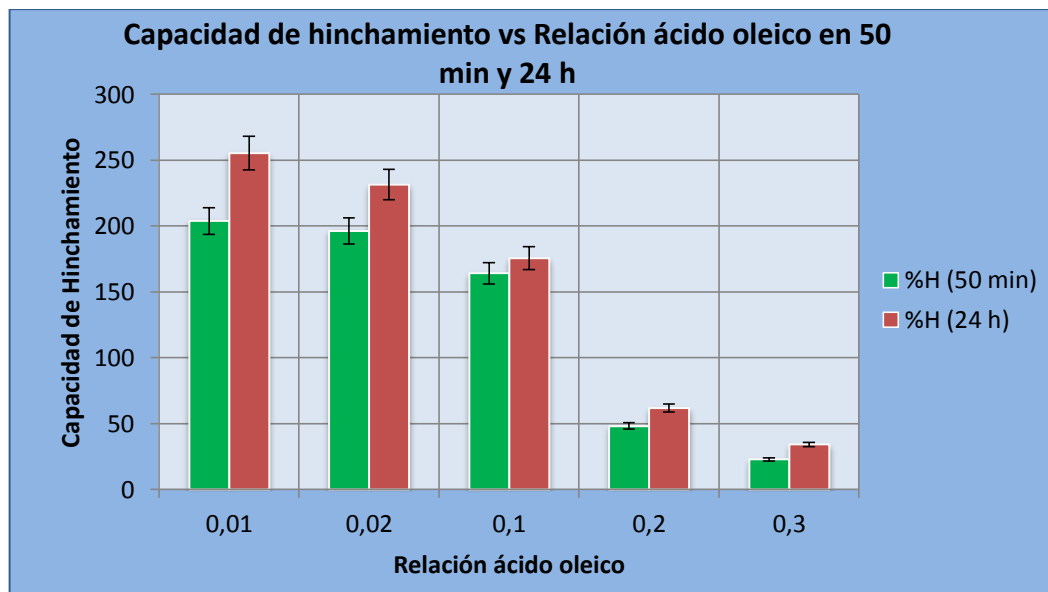


En la Figura 8 se puede observar los resultados tras realizar la prueba de absorción cada 5 minutos, donde es evidente que las muestras con relaciones molares PG:AO (1:0,01); (1:0,02) y (1:0,1) con absorción de solvente de 257%, 241% y 219%, respectivamente, poseen una capacidad de hinchamiento superior a las muestras con relaciones molares PG:AO (1:0,2); (1:0,3) con absorción de solvente de 68% y 35%, respectivamente. Este comportamiento se debe a que los hidrogeles sintetizados deben su carácter hidrofílico a la presencia de los grupos hidroxilos terminales del poliglicerol [23] lo cual permite que las tres primeras muestras posean más capacidad de hinchamiento al tener más grupos hidroxilos libres, un hipótesis es que al ser menor la cantidad de grupos carboxilos que reaccionan con el poliglicerol mayor es la cantidad de hidroxilos que quedan disponibles en el hidrogel lo que va a volver la molécula más hidrofílica, lo contrario ocurre cuando la relación de ácido oleico aumenta ya que habrán más grupos carboxilos disponibles para reaccionar con los hidroxilos y finalmente los

grupos hidroxilos libres van a ser menos, lo que hace que la cadena posea un carácter menos hidrofílico.

En comparación con otros hidrogeles sintetizados a partir de glicerol, puede decirse que su capacidad de absorción es mayor a la reportada por Salehpour y Zulliani [9] quienes obtuvieron hidrogeles con capacidad de hinchamiento de aproximadamente 275% menor que la que poseen los hidrogeles sintetizados en el presente trabajo. Sin embargo, Martínez y Uribe [22] han obtenido hidrogeles de poliglicerol empleando como agente entrecruzante, ácido cítrico, con capacidad de hinchamiento de hasta 900% mayor del hidrogel aquí sintetizado.

Figura 9. Capacidad de hinchamiento a 50 minutos y 24 horas



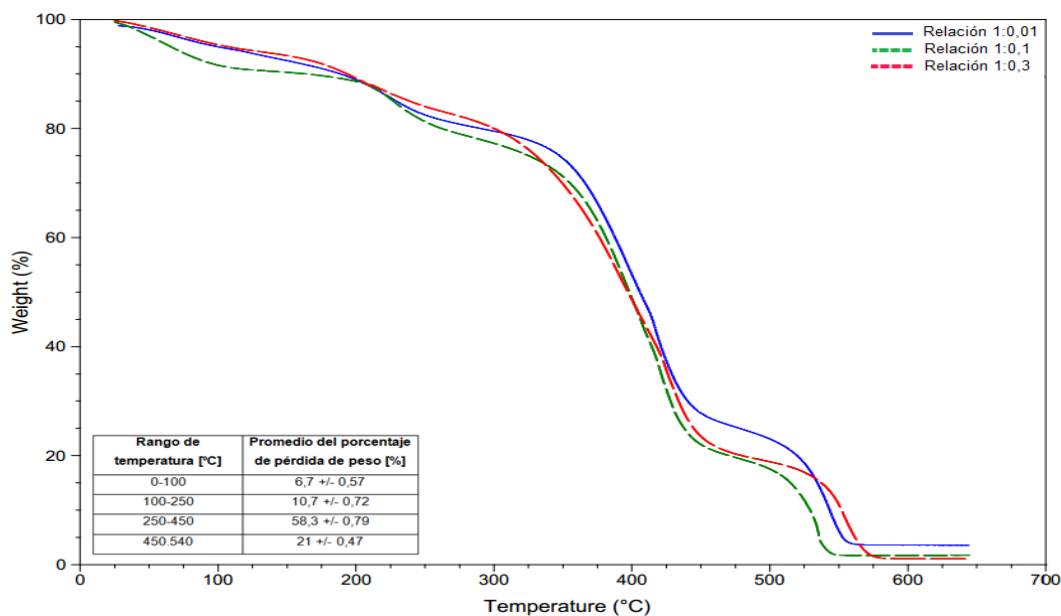
En la Figura 9 se puede observar una comparación de la capacidad de hinchamiento del hidrogel a 50 minutos y a 24 horas. La diferencia en la capacidad de hinchamiento pudo ser debido a que al someterse las muestras en el solvente durante 50 minutos el material realmente no ha llegado a su punto de saturación, sino que la difusión del agua a través de la red entrecruzada después se hace más lenta y al permanecer en agua durante 24 horas las moléculas del solvente tienen

disponibilidad de tiempo para ocupar los volúmenes libres de la red por tanto es capaz de absorber mayor cantidad de solvente en ese tiempo.

3.3. ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO (TGA)

La estabilidad térmica del material se estudió mediante análisis termogravimétrico. En los termogramas de la Figura 10 se puede observar la pérdida de peso del hidrogel en función de la temperatura.

Figura 10. Termograma hidrogel sintetizados a distintas relaciones molares



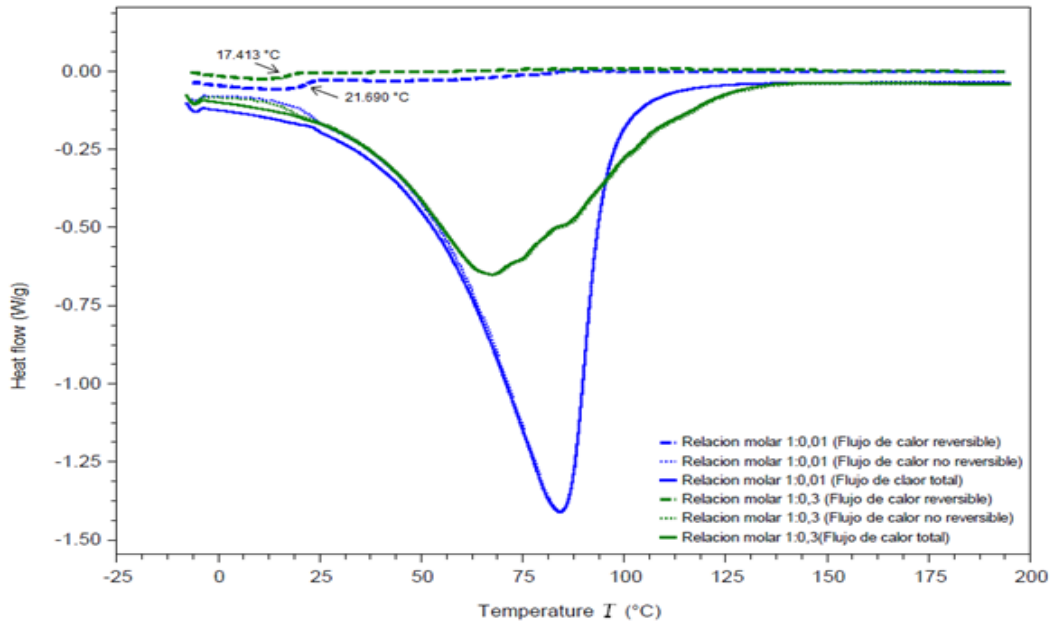
Para realizar el análisis de los termogramas se tomó como base un hidrogel con poca capacidad de absorción y otros dos que presentaron en las pruebas de hinchamiento la mayor capacidad de absorción, con el fin de lograr una comparación de los resultados y analizar el comportamiento de pérdida de peso a distintas relaciones molares poliglicerol:ácido oleico.

En los termogramas de las tres muestras analizadas se observa que todas presentan cuatro procesos claramente diferenciables con pérdida de masa. El primer proceso va hasta 100°C y está asociado a la pérdida de agua que se encuentra en el material. El segundo proceso está a una temperatura entre 100°C y 250°C con una pérdida de peso de 11%, que puede ser debido a la pérdida de peso por descomposición de glicerol (ver Anexo E). En el tercer proceso se presenta la mayor pérdida de peso, cerca del 58% que corresponde a la degradación del hidrogel, comenzando con la deshidratación de las cadenas alrededor de 250°C y superpuesto la degradación del remanente alrededor de los 450°C. El 21% del material restante se descompone a temperaturas superiores a los 450°C obteniendo la degradación total del hidrogel a aproximadamente 540°C.

3.4. CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC)

Este análisis térmico fue realizado para determinar la temperatura de transición vítrea (T_g) del material sintetizado. Para esto fue necesario llevarlo a cabo por la técnica modulado, ya que por medio de este método se puede observar claramente la temperatura de transición vítrea porque realiza el barrido de manera reversible y no reversible, donde se puede manifestar la caída representativa de la transición vítrea del material, lo cual no es evidente a simple vista en la curva total porque inmediatamente enseguida, se encuentra el pico endotérmico que representa el proceso de evaporación de agua que contiene el material en el rango de temperatura de 60-100 °C.

Figura 11. DSC modulado del hidrogel sintetizado a distintas relaciones molares



En la Figura 11 se puede observar una comparación de los termogramas de las relaciones molares PG:AO 1:0,01 y 1:0,3, las cuales presentan la mayor y menor capacidad de hinchamiento, respectivamente. En el diagrama se muestra para cada una de las relaciones el flujo total de calor equivalente al DSC estándar que representa la tasa media de calentamiento, además se observa el flujo de calor reversible que es calculado por el equipo a partir de la señal de la capacidad de calor en marcha atrás y finalmente también se muestra el flujo de calor no reversible que se tiene restando la señal de flujo de calor reversible de la señal de flujo de calor total.

Zumaya y colaboradores [28] presentan resultados acerca de hidrogeles donde afirman que la temperatura de transición vítrea está directamente relacionada con el grado de entrecruzamiento, ya que el hidrogel al presentar una estructura rígida, es decir alta densidad de entrecruzamiento requiere una cantidad mayor de energía para lograr la transición térmica. En la relación molar PG:AO 1:0,01, la

temperatura de transición vítrea es de aproximadamente 23 °C mayor que la temperatura de la relación molar PG:AO 1:0,3 que es de 17 °C, lo que indica que para la relación PG:AO 1:0,01 se presenta una alta densidad de entrecruzamiento [21], debido a que al haber menor cantidad de ácido oleico los grupos hidroxilos del poliglicerol tienen la capacidad de reaccionar con los grupos carboxilos del ácido oleico y adicional a esto entrecruzar con la mayor cantidad de alcoholes libres producidos en la saturación del enlace C=C del ácido oleico.

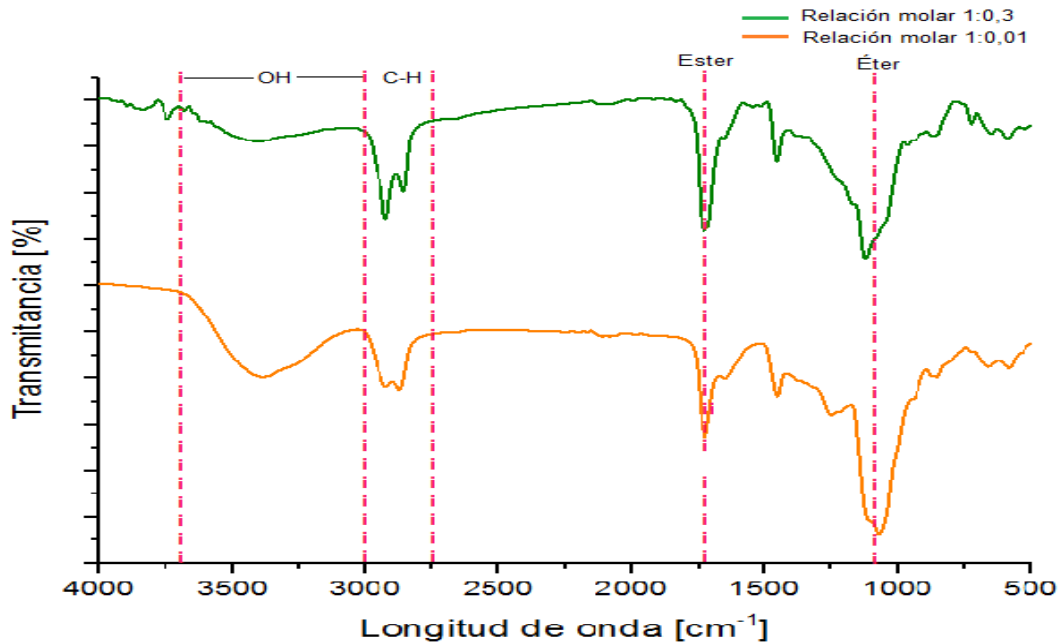
Finalmente para la relación molar PG:AO 1:0,3, la temperatura de transición vítrea es un poco menor, lo cual indica que presenta cadenas flexibles entrecruzadas, ya que presenta un exceso de ácido oleico lo que conlleva a menor densidad de entrecruzamiento.

Los anteriores resultados se pueden comparar con los obtenidos por Martínez y Uribe [22], ya que a pesar de partir del mismo material base el rango de temperatura de transición vítrea del material obtenido por dichos autores esta entre 35-57⁰C, mientras el obtenido en el presente trabajo posee un rango de temperatura más bajo, entre 17-21⁰C.

3.5. ESPECTROSCOPIA INFRARROJA POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)

La espectroscopia de infrarrojo (IR), se debe a las vibraciones de los enlaces y proporciona información de los grupos funcionales presentes en el hidrogel [29].

Figura 12. Comparación de espectros a distintas relaciones molares



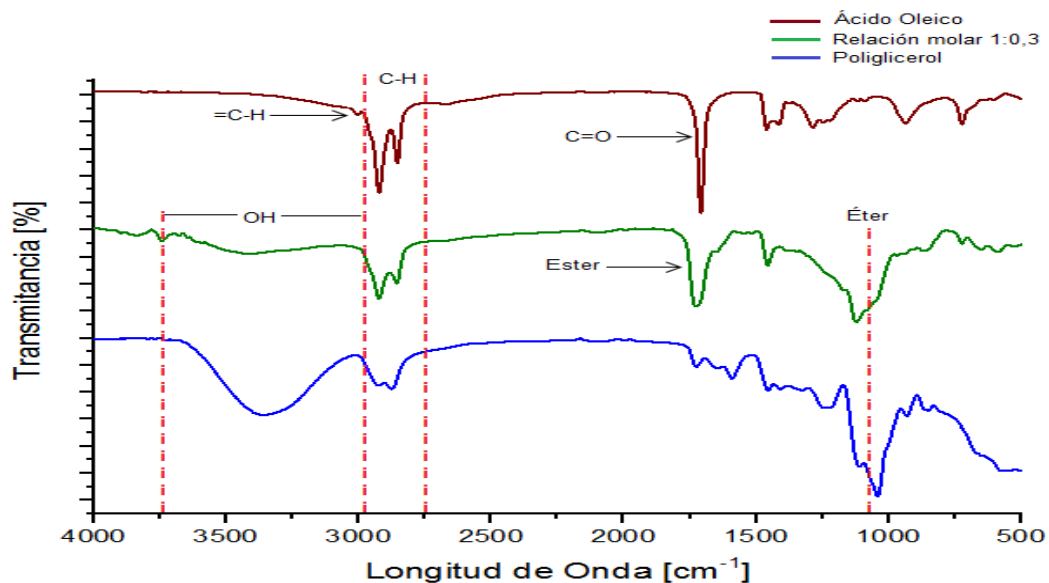
En la Figura 12 se muestra una comparación de los espectros de dos de las muestras del hidrogel. Para observar los espectros de todas las muestras y sus réplicas ver ANEXO F. Los espectros analizados fueron elegidos partiendo de los resultados de la prueba de absorción, para llevar a cabo dichos análisis se tomó el hidrogel que presentó mayor capacidad de hinchamiento y su opuesto, aquel que arrojó menor porcentaje de absorción.

Para el caso de las dos muestras se observa la señal característica del enlace O-H comprendida entre el rango de 3000-3700 cm^{-1} [29], donde se evidencia la diferencia de intensidad de esta banda. A medida que aumenta la relación molar PG:AO, la presencia del grupo funcional es menor, esto se debe a que entre menor sea la cantidad de ácido oleico menor cantidad de grupos hidroxilos del poliglicerol van a reaccionar, por tanto van a quedar gran cantidad de estos grupos funcionales libres en el polímero por lo cual el hidrogel va a tener una tendencia más hidrofílica.

También se logra visualizar en el espectro de las dos muestras del material la banda correspondiente al C-H (alquilo) entre el rango de 2750-3000 cm^{-1} y la tensión del grupo funcional éter haciendo presencia en la región de 1000-1200 cm^{-1} , este grupo funcional es característico del poliglicerol debido a la reacción entre grupos hidroxilos en la polimerización pero además también aporta intensidad a este grupo funcional la reacción entre los alcoholes que se producen en la saturación del doble enlace del ácido oleico y los hidroxilos libres de poliglicerol.

Finalmente, se observa la presencia del grupo funcional ester en la región comprendida entre 1600-1800 cm^{-1} , esta aparición se debe a la reacción que ocurre entre los grupos carboxilos del ácido oleico y los grupos hidroxilos del poliglicerol, banda característica para el hidrogel sintetizado.

Figura 13. Comparación de los espectros de poliglicerol y el hidrogel sintetizado



En la Figura 13 se puede observar una comparación de los espectros de poliglicerol, ácido oleico y el hidrogel sintetizado con una relación molar 1:0,3 el cual según las pruebas de absorción previamente realizadas representa uno de los hidrogeles con menor capacidad de hinchamiento. En los espectros es posible

determinar la aparición y desaparición de grupos funcionales, que indican los cambios químicos en el material de partida hacia la formación del hidrogel sintetizado.

En la gráfica se puede observar la diferencia de intensidad del grupo funcional O-H en la región de $3000-3700\text{ cm}^{-1}$, existe una menor presencia de grupos hidroxilos en el espectro del hidrogel con respecto al poliglicerol, debido a que ya han reaccionado gran cantidad de estos grupos en la reacción de esterificación y entrecruzamiento. Dicha banda es nula en el espectro del ácido oleico debido a la ausencia de este grupo funcional.

Con respecto al grupo funcional C-H (alquilo) presente en la región $2750-3000\text{ cm}^{-1}$ se puede observar más intensidad de este grupo funcional en el espectro del ácido oleico, debido a la presencia de su larga cadena carbonada, este estiramiento también se hace presente en el espectro del hidrogel y resulta más intensa que la del poliglicerol, ya que al hidrogel se ha adicionado la cadena carbonada del ácido oleico.

En la región comprendida entre $1600-1800\text{ cm}^{-1}$ se hace evidente la aparición de un pico en el hidrogel debido a la reacción de esterificación que ocurre entre los grupos carboxilos del ácido oleico y los grupos hidroxilos del poliglicerol.

Finalmente en la región comprendida entre $1000-1200\text{ cm}^{-1}$ en los espectros del poliglicerol y el hidrogel hace aparición la banda del enlace éter debido a la reacción de grupos hidroxilos.

En cuanto al espectro del ácido oleico se puede agregar que aparece una pequeña banda solapada a las bandas de los alcanos aproximadamente a 3050 cm^{-1} que corresponde a un doble enlace $=\text{C}-\text{H}$ ya que las bandas características de los alquenos aparecen entre $3000-3100\text{ cm}^{-1}$. En la región entre $1700-1725\text{ cm}^{-1}$

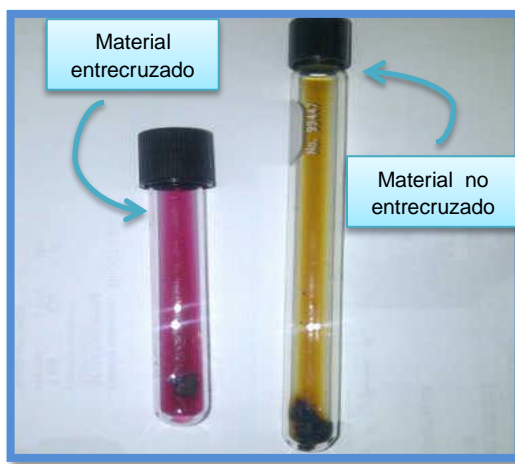
una banda alargada característica de C=O y la banda entre $1000-500\text{cm}^{-1}$ es importante para sistemas aromáticos.

Por otro lado, el estiramiento característico que aparece en 3050 cm^{-1} que representa, la insaturación del ácido oleico [30] y en el espectro del hidrogel se hace evidente la ausencia de dicho estiramiento, por lo cual se puede corroborar que durante la reacción de esterificación el doble enlace (C=C) fue saturado, al presentarse este hecho los alcoholes que se producen tras la saturación reaccionan con los hidroxilos libres del poliglicerol y producen un entrecruzamiento entre las cadenas poliméricas.

3.6. COMPROBACIÓN DE LA SATURACIÓN DEL DOBLE ENLACE

Con el fin de corroborar la información que arrojan los resultados de espectroscopia de infrarrojo se realizó la prueba Bayer (ANEXO G), la cual satisfizo las expectativas debido a que los hidrogeles obtenidos mantuvieron el color púrpura por lo tanto se logra comprobar la saturación del doble enlace (C=C) del ácido oleico. (Ver Figura 14).

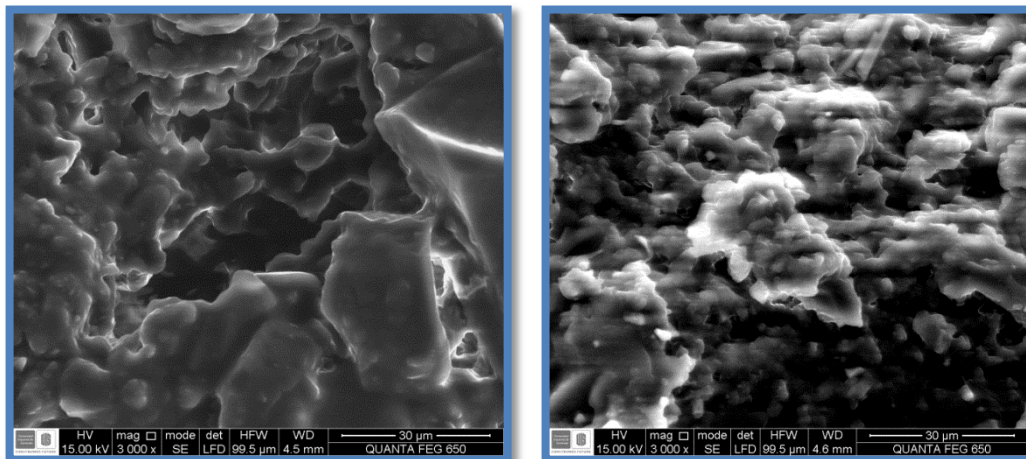
Figura 14. Resultados prueba Bayer



3.7. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM)

Este estudio permite determinar y observar los detalles de la estructura interna que forma la red entrecruzada. El análisis morfológico es importante porque permite predecir el proceso de hidratación y absorción de estos materiales y todas las propiedades que dependen de las dimensiones de los poros.

Figura 15. Micrografías del hidrogel a 3000 aumentos (a) Relación molar PG:AO de 1:0,1 (b) Relación molar PG:A.O. de 1:0,3



En la Figura 15.a se observan macroporos [25] cuyo tamaño aproximado es de $5,95 \pm 1,42 \mu\text{m}$; además, se observa una superficie lisa producto del entrecruzamiento de las cadenas del polímero; este tipo de morfología permite la capilaridad del agua a través de la estructura del polímero, y es la responsable del alto grado de hinchamiento reportado en secciones anteriores. En la Figura 15.b se observa un patrón característico de coral [31] y de estructura condensada. En la micrografía se observa que los macroporos están interconectados entre sí y poseen un diámetro promedio de $2,31 \pm 0,29 \mu\text{m}$, es decir que el tamaño del macroporo es menor con respecto al de la Figura 14.a lo que hace que la difusión del solvente sea un poco más lenta. Estos resultados muestran que la disminución en el tamaño de poro para los hidrogeles de poliglicerol ester se debe al aumento

de la cantidad de ácido oleico. Kim y Chu [32] presentaron hidrogeles de dextrano-metacrilato, donde exhiben un material que evidencia claramente una variedad de tamaños de poro, que se hace relevante en la capacidad de absorción del material, por lo que se resalta que los hidrogeles se caracterizan por presentar una morfología de tamaño de poro variada, que depende del grado de entrecruzamiento con que se sintetizan y el medio en que se encuentran [33].

Hasta el conocimiento de los autores, en la literatura no se han reportado trabajos de modificaciones del poliglicerol, producto de la polimerización directa del glicerol, mediante reacciones de esterificación con ácido oleico. El presente trabajo de investigación abre las puertas para la síntesis de nuevos materiales poliméricos de diferentes características: hidrofílicos, anfifílicos e hidrofóbos de acuerdo al grado de esterificación de los grupos hidroxilos externos presentes en la estructura del poliglicerol.

4. CONCLUSIONES

- Se sintetizó un hidrogel a partir de glicerol puro, el cual se polimerizó con el fin de tener un polímero de cadena larga ramificada para posteriormente esterificarlo con ácido oleico y lograr entrecruzar las cadenas y tener una red tridimensional capaz de retener agua.
- Se determinó experimentalmente que la capacidad de hinchamiento depende de la cantidad de agente entrecruzante usado en la esterificación, específicamente se comprobó que usando una relación molar menor entre el número de hidroxilos del poliglicerol y el número de grupos carboxilos de ácido oleico, la capacidad de hinchamiento del hidrogel aumenta.
- Se obtienen hidrogeles que poseen características físicas estables, dicha propiedad la proporciona la cantidad de ácido oleico utilizado, a mayor relación molar Poliglicerol: Ácido oleico, se tiene hidrogeles más compactos y definidos.

5. RECOMENDACIONES

- Realizar las reacciones de polimerización y esterificación variando la cantidad de catalizador (ácido sulfúrico) y la temperatura de reacción.
- Realizar pruebas de envejecimiento al material para conocer la degradabilidad del hidrogel.
- Sintetizar hidrogeles que posean características físicas estables, pero adicional a esto que tengan una capacidad de hinchamiento mayor que la el material sintetizado en el presente trabajo.

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

1. **QUISPE, C.; CORONADO, C.; CALVARLHO, J.**; Glycerol: Production, consumption, prices, characterization and new trends in combustion. En: Revista Elsevier, 2013; p. 475-493.
2. **S Shams Yazdani and R Gonzalez** ; Anaerobic fermentation of glycerol: a path to economic viability for the biofuels industry Revista Elsevier, 2007; p. 213-219.
3. **Ruth, L.; Bio or bust** The economic and ecological cost of biofuels. En :EMBO Reports, 2008; p. 130-133.
4. **H.W. Tan, A.R. Abdul Aziz n, M.K. Aroua** ;Glycerol production and its applications as a raw material: A review En: Revista Elsevier, 2013; p. 118-127
5. **O Z. Higa;H, A.Mendoca;A.A.de Quiroz** Polyglycerol dendrimers immobilized on radiation grafted polyHEMAhydrogels: Surface chemistry characterization and cell adhesion. En: Revista Elsevier, 2014; p. 118-123.
6. **E Hassan,P Deshpande,F Claeysens S. Rimmer,S. MacNeil**;Amine functional hydrogels as selective substrates for corneal epithelialization. . En: Revista Elsevier, 2014; p. 10-19.
7. **ECHEVERRI, C.; VALLEJO, C.; LONDOÑO, M.**; Síntesis y caracterización de hidrogeles de alcohol polivinílico por la técnica de congelamiento/descongelamiento para aplicaciones médicas. En: Revista EIA, 2009; p. 59-66.

8. **FARIA, R., PEREIRA, C., SILVA, V., LOUREIRO, J., RODRIGUES, A.;** Glycerol valorisation as biofuels: Selection of a suitable solvent for an innovative process for the synthesis of GEA. En: Revista Elsevier, 2013, p. 159-167.
9. **ZULIANI, C.; SALEHPOUR, S.; DUBÉ, M.;** Synthesis of novel stimuli-responsive polyglycerol-based hydrogels. En: Wiley_VCH, 2012, p.92-99.
10. **BAJPAIR, A.K.; SHUKLA, S.K.; BHANU, S.; KANKANE, S.;** Responsive polymers in controlled drug delivery. En: Progam Polymer Science, 2008, p. 1088-1118.
11. **LÓPEZ, F.;** Fundamentos de Polímeros. Universidad de los Andes, Facultad de ciencias. Mérida, 2004.
12. **MIGUEL AM . CARLA MM LIETE,ROCHEL, LAGO ;**Use of glycerol by-product of biodiesel to produce an efficient dust suppressant ;En revista Elseiver 2012 p 364-369.
13. **SALEHPOUR, S.; DUBÉ, M.;** Towards the Sustainable Production of Higher - Molecular-Weight Polyglycerol. En: Revista Journals, p. 1284-1293.
14. **CURSCHELLAS,C., NAGY, K., WINDHAB,E., LIMBACH, H.;** Characteristics of polyglycerol ester and its different fractions. En: Revista Elsevier, 2013, p. 182-191.
15. **MARTINEZ MARTINEZ, D. F.,** 2010. Producción de esteres de poliglicerol y evaluación de diferentes formulaciones como plastificante de PVC. Tesis Mag. Sc.. Bogotá, Universidad Nacional de Colombia, facultad de ingeniería, departamento de ingeniería química y ambiental.

16. **RUIZ, J.; JANER, M.;** Agentes tensioactivos como aditivos alimentarios. En Instituto de la grasa y sus derivados (C.S.I.C.), 2001. Vol 38, fasc. (1), p. 45-55.
17. **GADEA, J. L., CESTEROS, L., KATIME, I.;** Chemical–physical behavior of hydrogels of poly(vinyl alcohol) and poly(ethylene glycol). En: Revista Elsevier, 2013, p. 3582-3589.
18. **BARBUCCI, R.;** Hydrogels: biological properties and Applications. Editorial Springer – Verlag, 2009.
19. **CUI, L., JIA, J., GUO, Y., YUN L., ZHU P.;** Preparation and characterization of IPN hydrogels composed of chitosan and gelatin cross-linked by genipin. En: Revista Elsevier, 2013, p. 31-38.
20. **AHMED, E.;** Hydrogel: Preparation, characterization and applications. En: Revista Elsevier, 2013; p. 1-17.
21. **OUDSHOORN, M.; RISSMANN, R.; BOUWSTRA, J.; HENNINK, W.;** synthesis and characterization of hyperbranched polyglycerol hydrogels. En: Revista Elsevier, 2006, p. 5471-5479.
22. **MARTÍNEZ, A.; URIBE, D.; 2014.** Síntesis y caracterización de un hidrogel a partir de glicerol con ácido cítrico como agente entrecruzante. Tesis Pregrado. Bucaramanga, Universidad Industrial de Santander, facultad Ingenierías Físico químicas, escuela de Ingeniería química.
23. **GANJI, F.; VASHEGHANI, E.;** Theoretical Description of Hydrogel Swelling: A Review. En: Iranian Polymer journal, 2010, p. 375-398.

24. **ZARZYKA, I.; PYDA, M.; DI LOZANO, M.;** Influence of crosslinker and ionic comonomer concentration on glass transition and demixing/mixing transition of copolymer poly (N-isopropylacrylamide) and poly (sodium acrylate) hydrogels. En colloid Polymer Science, 2014, p. 485-492.
25. **ORTIZ, E.; ANTONIO, R.; CRUZ, J.; MENDOZA, A.; MORALES, A.;** Síntesis y caracterización de hidrogeles obtenido a partir de acrilamida y metilcelulosa. En: Revista Iberoamericana de Polímeros, 2006, p. 247-253.
26. **YOSHIMURA, T.; YOSHIMURA, R.; SEKI, C.; FUJIOKA, R.;** Synthesis and characterization of biodegradable hydrogels based on starch and succinic anhydride. En: Revista Elsevier, 2006, p. 345-349.
27. **ZHANG, Y.; CHU, C.;** Biodegradable dextran-poly lactide hidrogel networks: Their swelling, morphology and the controlled release of indomethacin. En: Journal of Biomedical Materials Research, 2001, p. 318-328.
28. **ZUMAYA, R.; ANTONIO, R.; RIVERA, J.; CHÁVEZ, M.; MENDOZA, A.;** RAMÍREZ, R.; KATIME, I.; Liberación de Ibuprofeno empleando hidrogeles de Poli (Carboximetil celulosa-co-acrilamida). En: Revista Iberoamericana de polímeros, 2009, p. 288-296.
29. **CHRISTY, A.; EGEBERG, P.;** Quantitative determination of saturated and unsaturated fatty acids in edible oils by infrared spectroscopy and chemometrics. En: Revista elsevier, 2005, p. 130-136.
30. **KONO, H.; FUJITA, S.;** Biodegradable superabsorbent hydrogels derived from cellulose by esterification crosslinking with 1,2,3,4-butanetetracarboxylic dianhydride. En: Revista elsevier, 2012, p. 2582-2588.

31. **ZHAO Z;LI Z;XIA Q; XI H; LIN Y;** Fast synthesis of temperature-sensitive PNIPAAm hydrogels by microwave irradiation. En : Revista Elsevier, 2008, p 1217-1224.
32. **KIM, S.; CHU, C.;** Pore Structure Analysis of swollen Dextran-Methacrylate Hydrogels by SEM and Mercury Intrusion Porosimetry. En John Wiley & Sons, Inc. J Biomed Mater Res (Appl Biomater), 2000, p. 258-266.
33. **CONTRERAS,D.** 2012; Evaluación de la capacidad de absorción y liberación de calcio, fósforo y fertilizante (npk) en hidrogeles de poli(acrilamida) y poli(acrilamida-co-ácido itacónico) en suelos ácidos. Tesis Cumará, Universidad de Oriente, núcleo de sucre, escuela de ciencias, departamento de química.
34. **CAREY, F.;** Química Orgánica. Sexta edición. Editorial Mc Graw Hill, 2006.
35. **SHRINER; FUSON; CURTIN;** Identificación Sistemática de Compuestos Orgánicos. Quinta edición. Editorial Limusa,1996.

BIBLIOGRAFIA

AHMED, E.; Hydrogel: Preparation, characterization and applications. En: Revista Elsevier, 2013; p. 1-17.

BAJPAIR, A.K.; SHUKLA, S.K.; BHANU, S.; KANKANE, S.; Responsive polymers in controlled drug delivery. En: Progam Polymer Science, 2008, p. 1088-1118.

BARBUCCI, R.; Hydrogels: biological properties and Applications. Editorial Springer – Verlag, 2009.

CAREY, F.; Química Organica. Sexta edición. Editorial Mc Graw Hill, 2006.

CHRISTY, A.; EGEBERG, P.; Quantitative determination of saturated and unsaturated fatty acids in edible oils by infrared spectroscopy and chemometrics. En: Revista elsevier, 2005, p. 130-136.

CONTRERAS,D. 2012; Evaluación de la capacidad de absorción y liberación de calcio, fósforo y fertilizante (npk) en hidrogeles de poli(acrilamida) y poli(acrilamida-co-ácido itacónico) en suelos ácidos. Tesis Cumará, Universidad de oriente, núcleo de sucre, escuela de ciencias, departamento de química.

CUI, L., JIA, J., GUO, Y., YUN L., ZHU P.; Preparation and characterization of IPN hydrogels composed of chitosan and gelatin cross-linked by genipin. En: Revista Elsevier, 2013, p. 31-38.

CURSCHELLAS,C., NAGY, K., WINDHAB,E., LIMBACH, H.; Characteristics of polyglycerol ester and its different fractions. En: Revista Elsevier, 2013, p. 182-191.

E Hassan,P Deshpande,F Claeysens S. Rimmer,S. MacNeil;Amine functional hydrogels as selective substrates for corneal epithelialization. . En: Revista Elsevier, 2014; p. 10-19.

ECHEVERRI, C.; VALLEJO, C.; LONDOÑO, M.; Síntesis y caracterización de hidrogeles de alcohol polivinílico por la técnica de congelamiento/descongelamiento para aplicaciones médicas. En: Revista EIA, 2009; p. 59-66.

FARIA, R., PEREIRA, C., SILVA, V., LOUREIRO, J., RODRIGUES, A.; Glycerol valorisation as biofuels: Selection of a suitable solvent for an innovative process for the synthesis of GEA. En: Revista Elsevier, 2013, p. 159-167.

GADEA, J. L., CESTEROS, L., KATIME, I.; Chemical–physical behavior of hydrogels of poly(vinyl alcohol) and poly(ethylene glycol). En: Revista Elsevier, 2013, p. 3582-3589.

GANJI, F.; VASHEGHANI, E.; Theoretical Description of Hydrogel Swelling: A Review. En: Iranian Polymer journal, 2010, p. 375-398.

H.W. Tan, A.R. Abdul Aziz n, M.K. Aroua ;Glycerol production and its applications as a raw material: A review En: Revista Elsevier, 2013; p. 118-127

KIM, S.; CHU, C.; Pore Structure Analysis of swollen Dextran-Methacrylate Hydrogels by SEM and Mercury Intrusion Porosimetry. En John Wiley & Sons, Inc. J Biomed Mater Res (Appl Biomater), 2000, p. 258-266.

KONO, H.; FUJITA, S.; Biodegradable superabsorbent hydrogels derived from cellulose by esterification crosslinking with 1,2,3,4-butanetetracarboxylic dianhydride. En: Revista elsevier, 2012, p. 2582-2588.

LÓPEZ, F.; Fundamentos de Polímeros. Universidad de los Andes, Facultad de ciencias. Mérida, 2004.

MARTINEZ MARTINEZ, D. F., 2010. Producción de esteres de poliglicerol y evaluación de diferentes formulaciones como plastificante de PVC. Tesis Mag. Sc.. Bogotá, Universidad Nacional de Colombia, facultad de ingeniería, departamento de ingeniería química y ambiental.

MARTÍNEZ, A.; URIBE, D.; 2014. Síntesis y caracterización de un hidrogel a partir de glicerol con ácido cítrico como agente entrecruzante. Tesis Pregrado. Bucaramanga, Universidad Industrial de Santander, facultad Ingenierías Físico químicas, escuela de Ingeniería química.

MIGUEL AM . CARLA MM LIETE,ROCHEL, LAGO ;Use of glycerol by-product of biodiesel to produce an efficient dust suppressant ;En revista Elseiver 2012 p 364-369.

O Z. Higa;H, A.Mendoca;A.A.de Quiroz Polyglycerol dendrimers immobilized on radiation grafted polyHEMAhydrogels: Surface chemistry characterization and cell adhesio. En: Revista Elsevier, 2014; p. 118-123.

ORTIZ, E.; ANTONIO, R.; CRUZ, J.; MENDOZA, A.; MORALES, A.; Síntesis y caracterización de hidrogeles obtenido a partir de acrilamida y metilcelulosa. En: Revista Iberoamericana de Polímeros, 2006, p. 247-253.

OUDSHOORN, M.; RISSMANN, R.; BOUWSTRA, J.; HENNINK, W.; synthesis and characterization of hyperbranched polyglycerol hydrogels. En: Revista Elsevier, 2006, p. 5471-5479.

QUISPE, C.; CORONADO, C.; CALVARLHO, J.; Glycerol: Production, consumption, prices, characterization and new trends in combustion. En: Revista Elsevier, 2013; p. 475-493.

RUIZ, J.; JANER, M.; Agentes tensioactivos como aditivos alimentarios. En Instituto de la grasa y sus derivados (C.S.I.C.), 2001. Vol 38, fasc. (1), p. 45-55.

Ruth, L.; Bio or bust The economic and ecological cost of biofuels. En :EMBO Reports, 2008; p. 130-133.

S Shams Yazdani and R Gonzalez ; Anaerobic fermentation of glycerol: a path to economic viability for the biofuels industry Revista Elsevier, 2007; p. 213-219.

SALEHPOUR, S.; DUBÉ, M.; Towards the Sustainable Production of Higher - Molecular-Weight Polyglycerol. En: Revista Journals, p. 1284-1293.

SHRINER; FUSON; CURTIN; Identificación Sistemática de Compuestos Orgánicos. Quinta edición. Editorial Limusa, 1996.

YOSHIMURA, T.; YOSHIMURA, R.; SEKI, C.; FUJIOKA, R.; Synthesis and characterization of biodegradable hydrogels based on starch and succinic anhydride. En: Revista Elsevier, 2006, p. 345-349.

ZARZYKA, I.; PYDA, M.; DI LOZANO, M.; Influence of crosslinker and ionic comonomer concentration on glass transition and demixing/mixing transition of copolymer poly (N-isopropylacrylamide) and poly (sodium acrylate) hydrogels. En colloid Polymer Science, 2014, p. 485-492.

ZHANG, Y.; CHU, C.; Biodegradable dextran-poly lactide hidrogel networks: Their swelling, morphology and the controlled release of indomethacin. En: Journal of Biomedical Materials Research, 2001, p. 318-328.

ZHAO Z; LI Z; XIA Q; XI H; LIN Y; Fast synthesis of temperature-sensitive PNIPAAm hydrogels by microwave irradiation. En: Revista Elsevier, 2008, p 1217-1224.

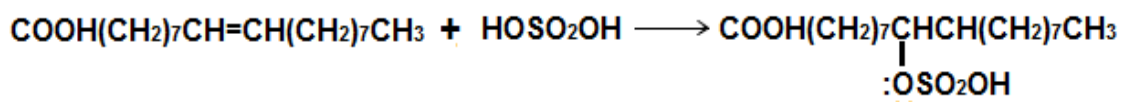
ZULIANI, C.; SALEHPOUR, S.; DUBÉ, M.; Synthesis of novel stimuli-responsive polyglycerol-based hydrogels. En: Wiley_VCH, 2012, p.92-99.

ZUMAYA, R.; ANTONIO, R.; RIVERA, J.; CHÁVEZ, M.; MENDOZA, A.; RAMÍREZ, R.; KATIME, I.; Liberación de Ibuprofeno empleando hidrogeles de Poli (Carboximetil celulosa-co-acrilamida). En: Revista Iberoamericana de polímeros, 2009, p. 288-296.

ANEXOS

Anexo A. Adición de ácido sulfúrico a alquenos

El ácido sulfúrico concentrado también se puede adicionar al enlace carbono-carbono de los alquenos. El cual obedece la regla de Markovnikov donde se adiciona un protón al carbono que tiene el mayor número de hidrógenos, y el anión hidrogeno sulfato (OSO_2OH) se adiciona al carbono que menos hidrógenos tiene, saturando el doble enlace del compuesto, y se obtiene hidrogeno sulfatos de alquilo.



El hidrogeno sulfato de alquilo puede convertirse en alcohol por medio de una hidrolisis, debido a que el enlace oxígeno-azufre se rompe por reacción con el agua, dicho alcohol se dispondría para reaccionar con los OH libres del poliglicerol lo que lograría el entrecruzamiento entre las cadenas [35].

Anexo B. Cálculo de la relación estequiométrica A.O./OH

Datos:

Medición índice de hidróxilo. Valores obtenidos mediante la **técnica ASTM D4274**

- 470 mg KOH/g
- 500 mg KOH/g

Valor promedio índice de hidroxilo = 485mg KOH/g

Peso molecular ácido oleico = 282 g/mol

Funcionalidad ácido oleico = 1

Peso promedio del poliglicerol (PG) = 6.3042g

Se determina el número de moles de poliglicerol mediante la siguiente ecuación:

$$\# \text{ moles de PG} = \frac{g \text{ poliglicerol} * IH \left(mg \frac{KOH}{g} \right)}{1000 * 56.1 \frac{g \text{ KOH}}{mol}}$$

Luego, se procede a realizar el cálculo del número de moles de ácido oleico para las diferentes relaciones molares

$$\# \text{ moles A. O.} = \frac{g \text{ (A.O.)} * \text{Funcionalidad}}{PM}$$

Tabla B1. Relación estequiométrica AO/OH

Relación molar	# moles A.O.	# moles PG	Ácido Oleico (ml)
1: 0,01	$5,8550 \cdot 10^{-4}$	0,0545	0,1844
1: 0,02	$1,1710 \cdot 10^{-3}$	0,0545	0,3696
1: 0,1	$5,8550 \cdot 10^{-3}$	0,0545	1,8448
1: 0,2	0,01171	0,0545	3,6897
1: 0,3	0,01756	0,0545	5,5345

Anexo C. Protocolo de lavado y secado.

LAVADO

1. El hidrogel obtenido en las distintas relaciones molares de poliglicerol: ácido oleico se mide el pH, por el hecho de que la reacción fue catalizada con ácido presenta cierto grado de acidez por tanto se hace necesario neutralizar el material.
2. Se mantienen los hidrogeles en agua destilada por un tiempo que oscila entre 3-4 horas.
3. Cumplido las primeras 4 horas, se mide el pH nuevamente, los primeros lavados resultan ácidos, este índice tiende a disminuir tras cada lavado.
4. Después de realizar las medidas de pH se hace necesario realizar un cambio del agua en el cual se va a hacer el siguiente lavado.
5. Se realizan nuevamente los pasos 2, 3 y 4 hasta que el agua en la cual se encuentra el material alcance un pH en 5. En este punto el ácido sulfúrico ha sido retirado.

SECADO

1. El hidrogel hinchado tras el lavado se mantiene en papel filtro por 96 horas a temperatura ambiente.
2. Transcurrido este tiempo, el hidrogel ha perdido el tamaño que había adquirido tras el lavado y se obtiene un sólido seco denominado xérogel.

Anexo D. Datos de resultados obtenidos de prueba de absorción

D1. Prueba de absorción realizada cada 5 minutos

Tabla D1. Relación 1:0,01

Tiempo minutos	REPLICA 1			REPLICA 2			REPLICA 3			Promedio
	Prueba 1 %Hincha.	Prueba 2 %Hincha.	Promedio 1 %Hincha.	Prueba 1 %Hincha.	Prueba 2 %Hincha.	Promedio 2 %Hincha.	Prueba 1 %Hincha.	Prueba 2 %Hincha.	Promedio 3 %Hincha.	
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
5	130,14	109,02	119,58	146,46	126,95	136,70	49,10	66,06	57,58	104,62
10	194,37	169,26	181,82	161,17	134,06	147,62	92,02	124,50	108,26	145,90
15	223,59	197,95	210,77	161,85	161,83	161,84	137,13	157,23	147,18	173,26
20	257,69	220,36	239,02	171,93	187,55	179,74	153,89	174,90	164,40	194,39
25	259,51	232,24	245,88	173,98	200,00	186,99	169,06	187,95	178,51	203,79
30	261,04	238,25	249,64	185,83	206,02	195,93	211,78	211,45	211,61	219,06
35	266,82	243,58	255,20	192,64	207,66	200,15	264,47	225,70	245,09	233,48
40	279,91	251,64	265,77	204,77	209,44	207,10	282,24	264,46	273,35	248,74
45	287,21	257,92	272,57	205,04	214,77	209,91	299,80	281,93	290,86	257,78
50	285,24	245,90	265,57	199,46	216,28	207,87	311,78	287,95	299,86	257,77

Figura D1. Capacidad de hinchamiento relación 1:0,01

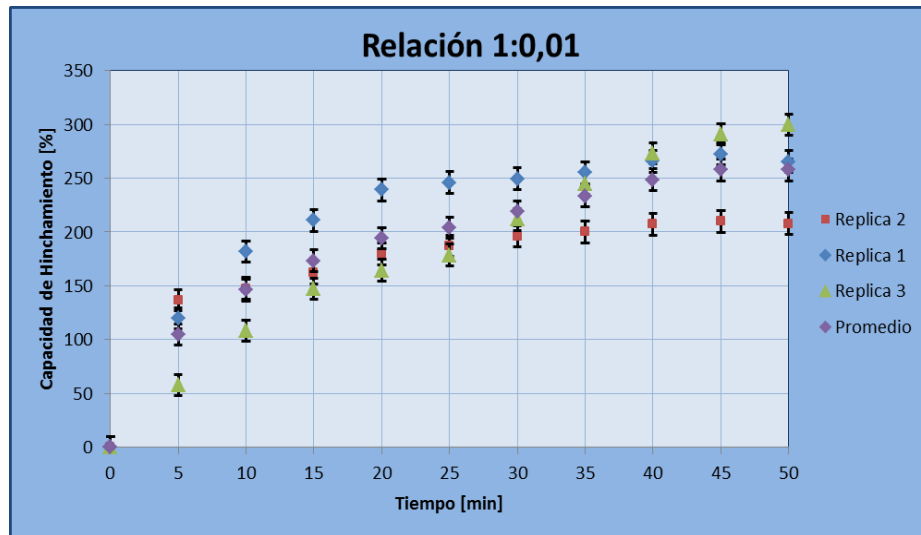


Tabla D2. Relación 1:0,02

	REPLICA 1			REPLICA 2			REPLICA 3			
Tiempo	Prueba 1	Prueba 2	Promedio 1	Prueba 1	Prueba 2	Promedio 2	Prueba 1	Prueba 2	Promedio 3	Promedio
minutos	%Hincha.	%Hincha.	%Hincha.	%Hincha.	%Hincha.	%Hincha.	%Hincha.	%Hincha.	%Hincha.	%Hincha.
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
5	173,43	192,98	183,20	69,60	83,29	76,44	86,92	82,33	84,63	114,76
10	218,43	211,96	215,20	118,27	125,00	121,64	94,95	105,66	100,30	145,71
15	230,57	218,98	224,77	157,32	154,21	155,77	137,44	107,72	122,58	167,71
20	237,33	233,65	235,49	158,72	165,49	162,10	174,15	142,54	158,34	185,31
25	238,40	235,09	236,75	181,73	179,48	180,61	202,23	162,61	182,42	199,92
30	251,92	249,12	250,52	192,33	180,03	186,18	211,74	191,42	201,58	212,76
35	253,92	251,99	252,96	211,85	185,60	198,73	223,63	209,09	216,36	222,68
40	255,61	266,51	261,06	214,37	197,96	206,16	235,22	225,39	230,30	232,51
45	256,07	282,62	269,34	219,94	198,23	209,09	240,42	242,71	241,56	240,00
50	258,68	282,30	270,49	221,76	198,78	210,27	241,46	248,54	245,00	241,92

Figura D2. Capacidad de hinchamiento relación 1:0,02

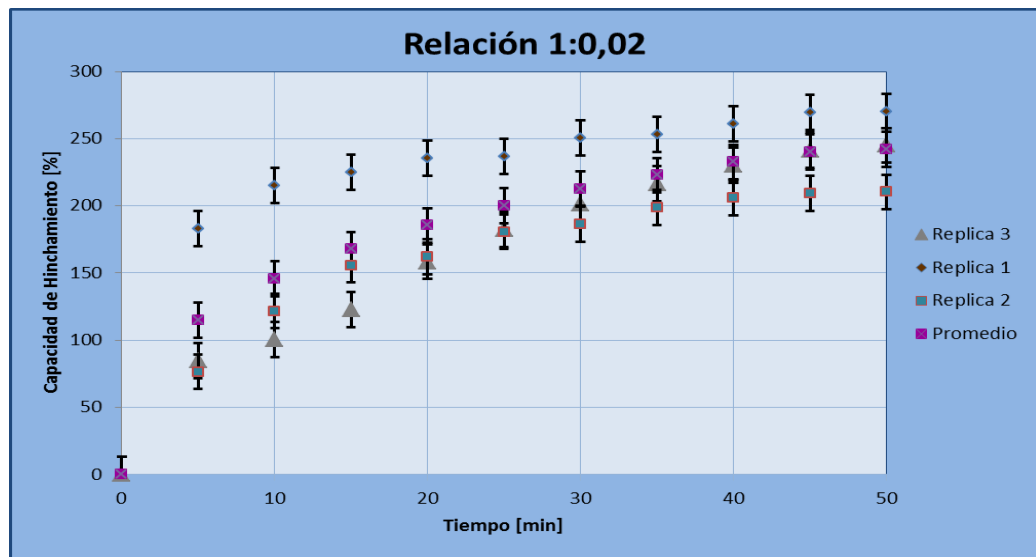


Figura D2. Capacidad de hinchamiento relación 1:0,02

	REPLICA 1			REPLICA 2			REPLICA 3			
Tiempo	Prueba 1	Prueba 2	Promedio 1	Prueba 1	Prueba 2	Promedio 2	Prueba 1	Prueba 2	Promedio 3	Promedio
minutos	%Hincha.	%Hincha.	%Hincha.	%Hincha.	%Hincha.	%Hincha.	%Hincha.	%Hincha.	%Hincha.	%Hincha.
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
5	102,31	95,70	99,00	127,36	111,32	119,34	56,38	29,40	42,89	87,08
10	138,53	131,29	134,91	135,10	127,56	131,33	77,36	77,06	77,21	114,48
15	143,15	144,04	143,59	144,70	139,41	142,06	138,15	93,96	116,05	133,90
20	146,90	151,32	149,11	171,20	147,14	159,17	146,50	110,71	128,61	145,63
25	158,59	191,72	175,15	173,07	153,13	163,10	168,24	119,92	144,08	160,78
30	173,74	222,02	197,88	186,10	166,18	176,14	174,47	133,10	153,79	175,94
35	182,25	247,35	214,80	188,83	172,44	180,63	188,30	157,97	173,13	189,52
40	207,65	259,60	233,63	200,57	187,48	194,03	201,98	162,50	182,24	203,30
45	226,84	276,82	251,83	202,58	188,02	195,30	204,41	174,18	189,29	212,14
50	251,52	280,46	265,99	204,87	196,27	200,57	205,32	176,37	190,85	219,14

Figura D3. Capacidad de hinchamiento relación 1:0,1

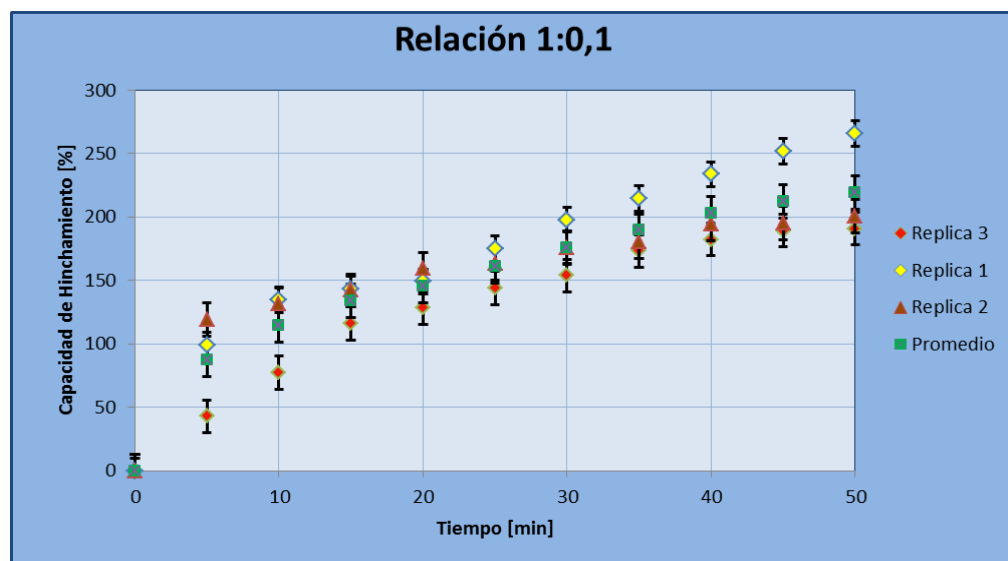


Tabla D4. Relación 1:0,2

Tiempo minutos	REPLICA 1			REPLICA 2			REPLICA 3			Promedio
	Prueba 1	Prueba 2	Promedio 1	Prueba 1	Prueba 2	Promedio 2	Prueba 1	Prueba 2	Promedio 3	
	%Hincha.	%Hincha.	%Hincha.	%Hincha.	%Hincha.	%Hincha.	%Hincha.	%Hincha.	%Hincha.	%Hincha.
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
5	11,42	31,73	21,58	12,15	13,13	12,64	42,64	28,47	35,56	23,26
10	21,26	31,98	26,62	22,38	22,85	22,61	56,60	37,22	46,91	32,05
15	31,89	40,71	36,30	26,47	23,26	24,86	57,21	43,05	50,13	37,10
20	35,30	44,03	39,67	31,71	28,45	30,08	64,80	46,31	55,55	41,77
25	42,26	45,26	43,76	39,13	39,40	39,26	67,07	64,49	65,78	49,60
30	33,60	46,25	39,92	40,28	39,67	39,98	71,78	75,47	73,62	51,17
35	44,75	48,22	46,48	40,79	43,78	42,28	80,88	80,79	80,83	56,53
40	45,14	51,54	48,34	41,30	48,15	44,73	83,46	88,51	85,98	59,68
45	47,38	62,61	54,99	42,33	48,43	45,38	85,28	89,71	87,49	62,62
50	55,25	70,48	62,86	50,13	50,62	50,37	86,34	92,45	89,40	67,54

Figura D4. Capacidad de hinchamiento relación 1:0,2

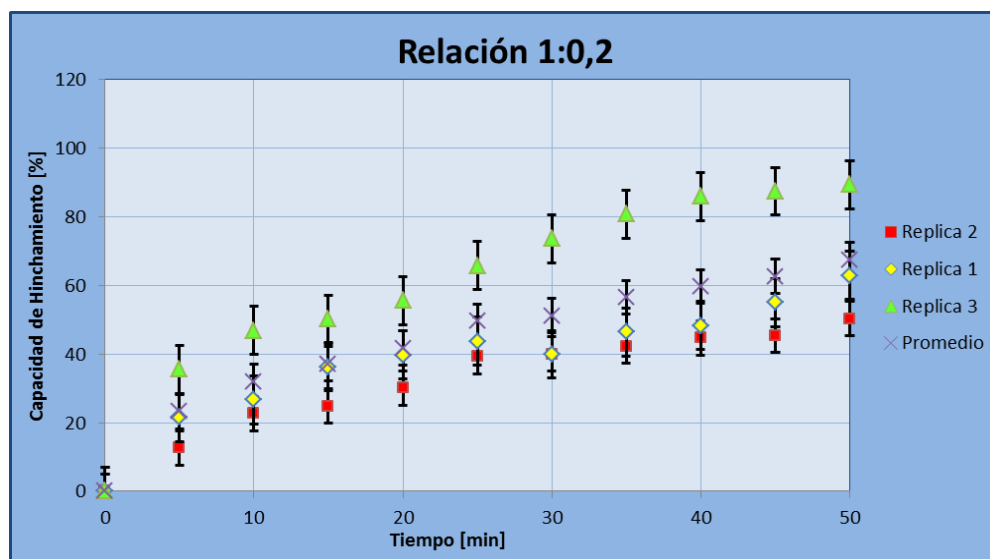
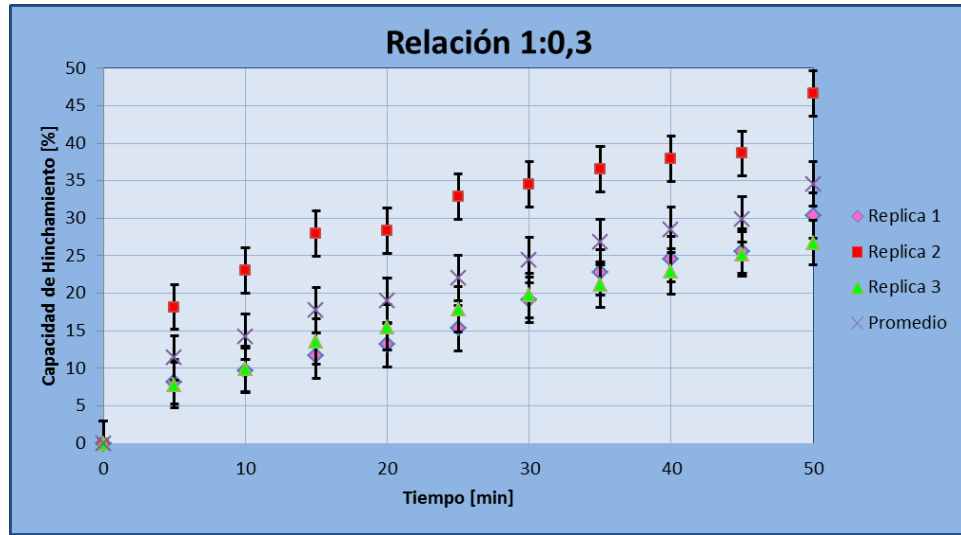


Tabla D5. Relación 1:0,3

Tiempo minutos	REPLICA 1			REPLICA 2			REPLICA 3			Promedio
	Prueba 1 %Hincha.	Prueba 2 %Hincha.	Promedio 1 %Hincha.	Prueba 1 %Hincha.	Prueba 2 %Hincha.	Promedio 2 %Hincha.	Prueba 1 %Hincha.	Prueba 2 %Hincha.	Promedio 3 %Hincha.	
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
5	13,44	2,94	8,19	24,02	12,29	18,15	9,58	5,95	7,76	11,37
10	14,59	4,85	9,72	33,22	12,91	23,06	10,99	8,85	9,92	14,23
15	14,75	8,66	11,71	37,48	18,51	27,99	16,06	11,07	13,56	17,75
20	16,72	9,54	13,13	40,03	16,64	28,34	19,01	11,89	15,45	18,97
25	20,33	10,28	15,30	46,00	19,75	32,87	20,56	15,21	17,89	22,02
30	25,41	12,78	19,09	48,89	20,22	34,56	22,68	16,74	19,71	24,45
35	31,31	14,24	22,78	51,96	21,15	36,55	23,80	18,53	21,17	26,83
40	33,11	16,01	24,56	52,81	23,02	37,91	27,04	18,81	22,93	28,47
45	34,92	16,30	25,61	53,32	23,95	38,64	28,59	21,85	25,22	29,82
50	42,79	17,91	30,35	53,49	39,81	46,65	29,15	24,34	26,75	34,58

Figura D5. Capacidad de hinchamiento relación 1:0,3



D2. PRUEBA DE ABSORCIÓN REALIZADA CADA 24 HORAS

Tabla D6. Relación 1:0,01

REPLICA 1			REPLICA 2			REPLICA 3			Promedio	
Tiempo	Prueba 1	Prueba 2	Promedio	Prueba 1	Prueba 2	Promedio	Prueba 1	Prueba 2	Promedio	Promedio
horas	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
24	255,75	252,81	254,28	256,91	248,63	252,77	253,08	265,45	259,26	255,44

Tabla D7. Relación 1:0,02

REPLICA 1			REPLICA 2			REPLICA 3			Promedio	
Tiempo	Prueba 1	Prueba 2	Promedio	Prueba 1	Prueba 2	Promedio	Prueba 1	Prueba 2	Promedio	Promedio
horas	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
24	230,71	226,46	228,59	245,54	223,63	234,58	228,63	234,25	231,44	231,54

Tabla D8. Relación 1:0,1

REPLICA 1			REPLICA 2			REPLICA 3			Promedio	
Tiempo	Prueba 1	Prueba 2	Promedio	Prueba 1	Prueba 2	Promedio	Prueba 1	Prueba 2	Promedio	Promedio
horas	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
24	174,33	176,02	175,17	182,55	176,46	179,50	171,84	172,67	172,25	175,64

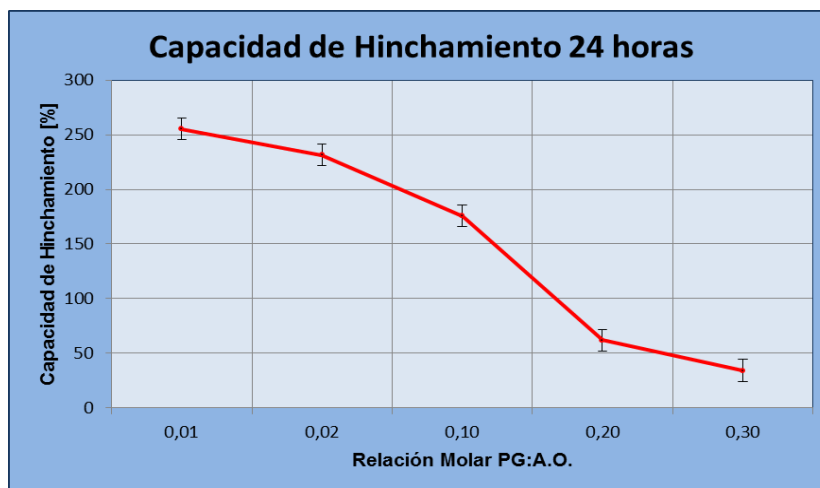
Tabla D9. Relación 1:0,2

REPLICA 1			REPLICA 2			REPLICA 3			Promedio	
Tiempo	Prueba 1	Prueba 2	Promedio	Prueba 1	Prueba 2	Promedio	Prueba 1	Prueba 2	Promedio	Promedio
horas	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
24	68,65	66,44	67,55	63,32	57,58	60,45	64,18	51,12	57,65	61,88

Tabla D10. Relación 1:0,3

REPLICA 1			REPLICA 2			REPLICA 3				
Tiempo	Prueba 1	Prueba 2	Promedio	Prueba 1	Prueba 2	Promedio	Prueba 1	Prueba 2	Promedio	Promedio
horas	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.	% Hincha.
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
24	36,98	37,38	37,18	34,20	33,42	33,81	30,44	32,84	31,64	34,21

D6. Prueba de absorción 24 horas



D3. COMPARACIÓN DE LAS PRUEBAS DE ABSORCIÓN A 5 MINUTOS Y 24 HORAS

Tabla D11. Comparación pruebas de absorción a 5 minutos y 24 horas

Relación	%H (50min)	%H (24 h)
0,01	203,88	255,44
0,02	196,33	231,54
0,1	164,19	175,64
0,2	48,13	61,88
0,3	22,85	34,21

Anexo E. Termogramas elementos precursores del PGE

Figura E1. Termograma Glicerol

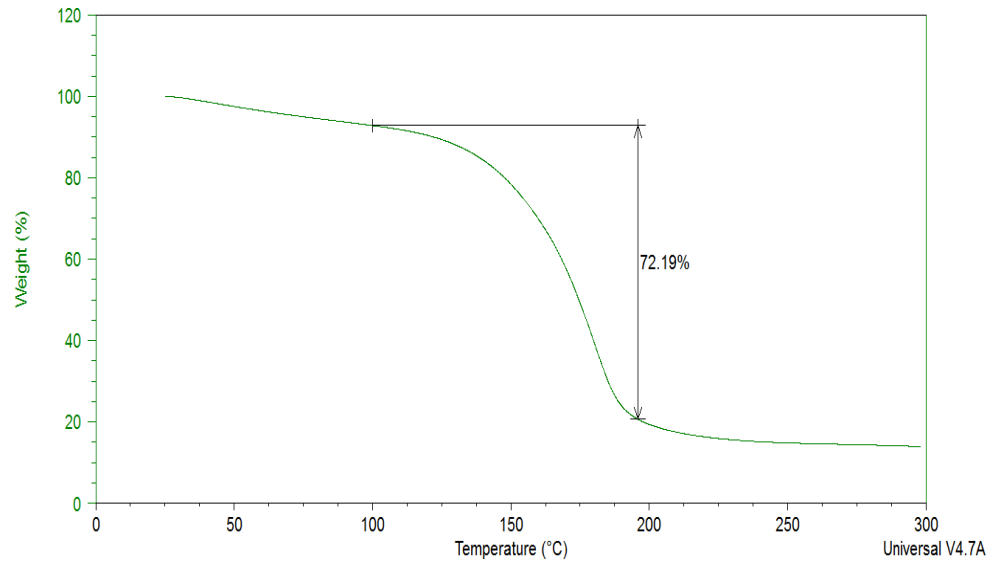
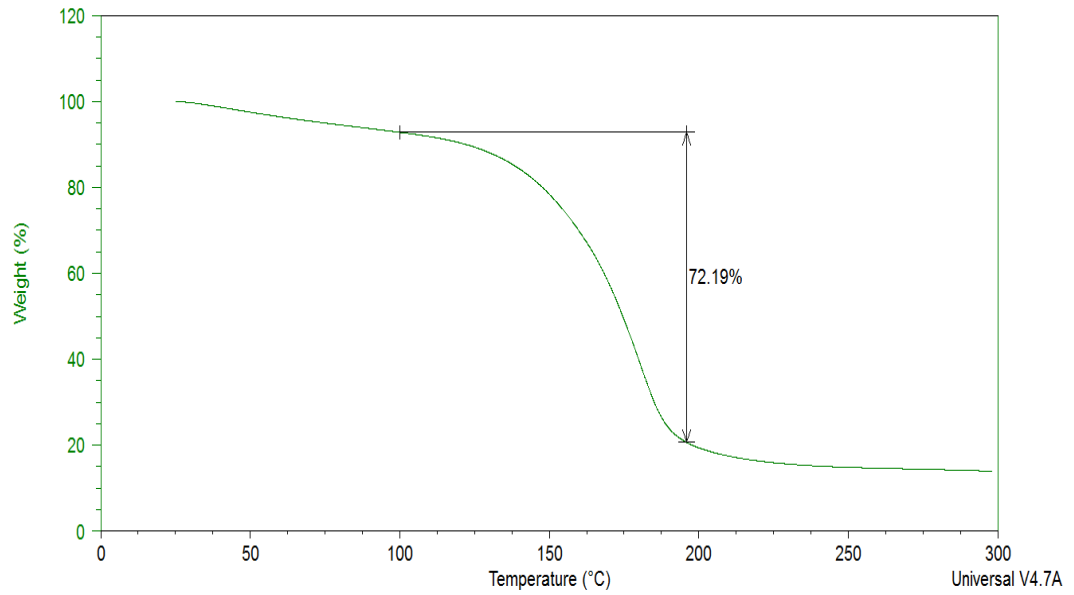


Figura E2. Termograma Poliglicerol



Anexo F. Espectroscopia de infrarrojo

Figura F1. Espectro relación molar 1:0,01 con las respectivas replicas

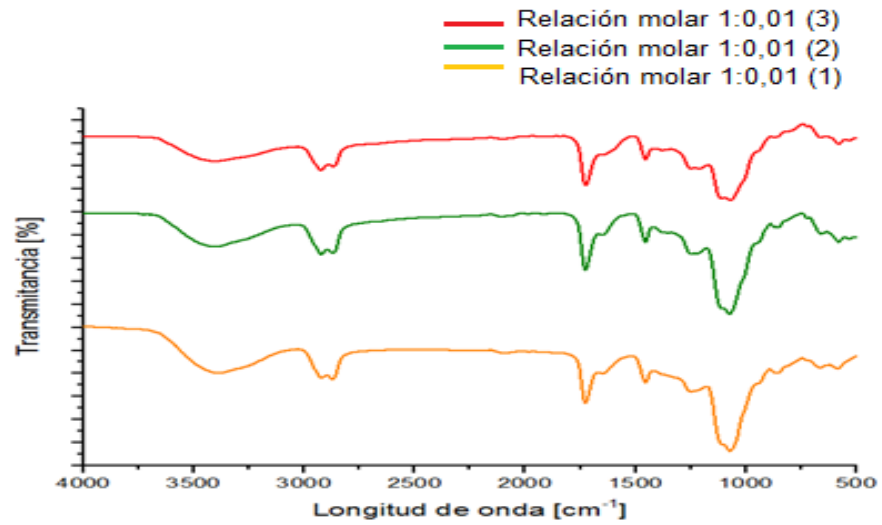


Figura F2. Espectro relación molar 1:0,02 con las respectivas replicas

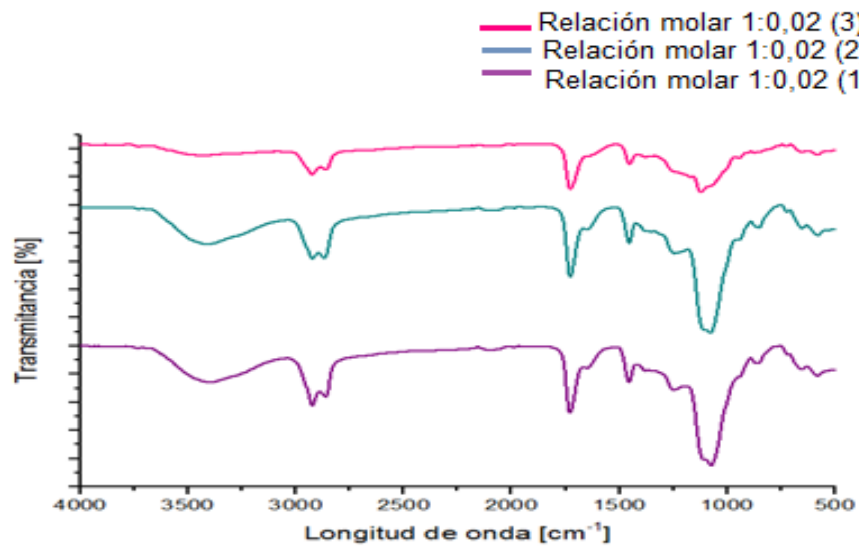


Figura F3. Espectro relación molar 1:0,1 con las respectivas replicas

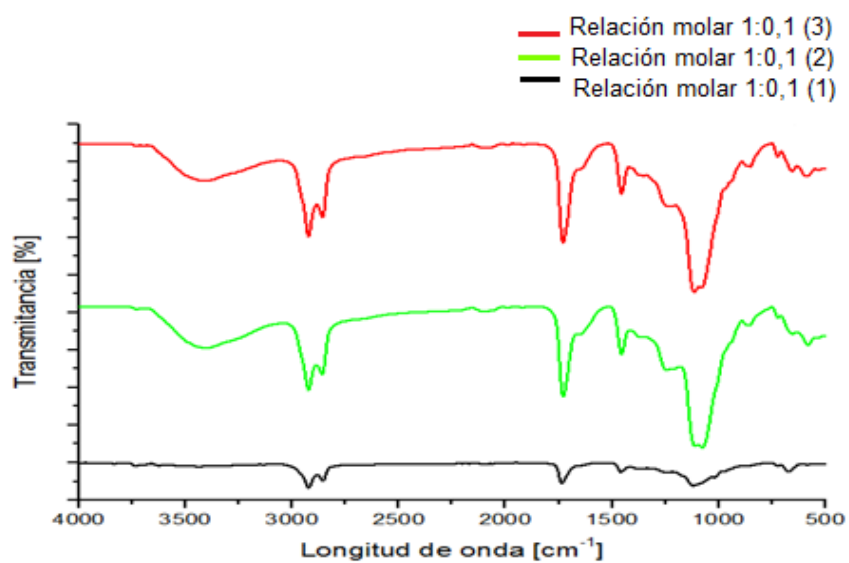


Figura F4. Espectro relación molar 1:0,2 con las respectivas replicas

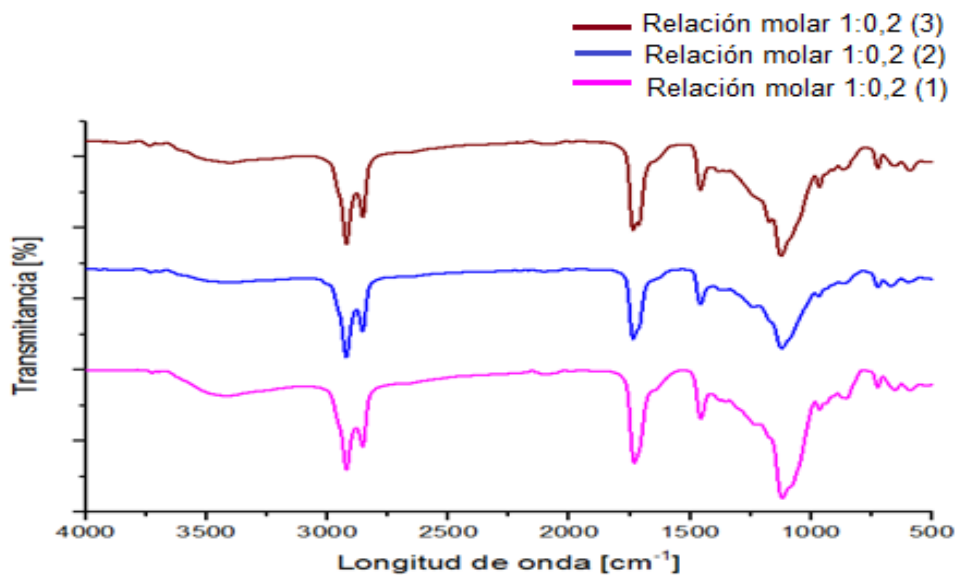
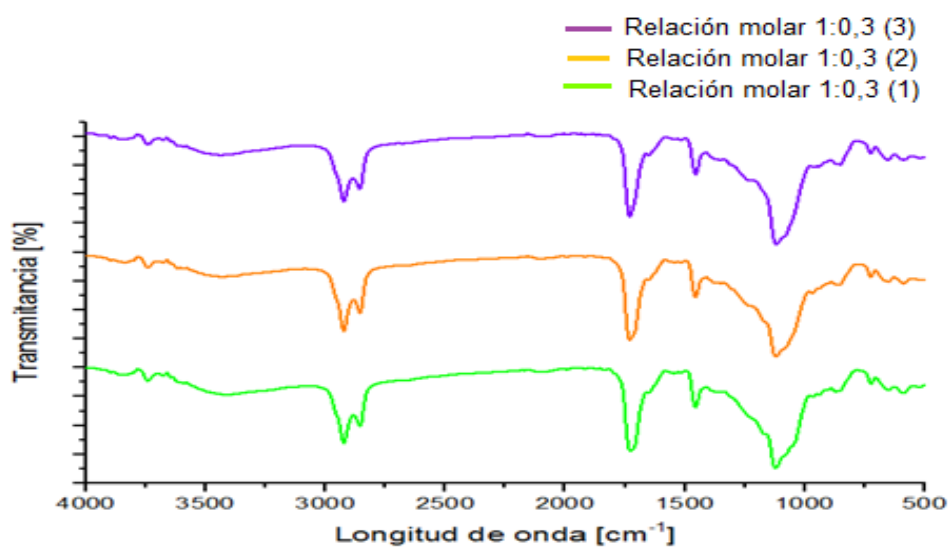


Figura F5. Espectro relación molar 1:0,3 con las respectivas replicas



Anexo G. Prueba Bayer

A 2 ml de Agua destilada se añadió 0,1 g de muestra. Añadir una solución de permanganato de potasio al 2%, gota a gota con agitación, hasta que persista el color purpura del permanganato de potasio. Se deja reposar los tubos durante 5 minutos con ocasional agitación, observar si hay un cambio de tonalidad.

Esta es una prueba cualitativa para identificar la presencia de insaturaciones causadas por dobles enlaces entre carbonos adyacentes. Esta reacción consiste en una solución alcalina de permanganato de potasio que es un potente oxidante. La reacción con los dobles enlaces en un material orgánico ocasiona que el color se desvanezca de purpura a marrón, este cambio de color se debe a la aparición de Oxido de manganeso en la reacción además se obtiene diol como subproducto [35].