

APENDICE I

En esta última parte se presentan algunas de las condiciones de reacción que se probaron antes de encontrar las optimas presentadas en el capitulo II, así como también diferentes métodos de eliminación del medio de reacción, pruebas de solubilidad y los espectros del FTIR de la serie A y C.

CONDICIONES DE REACCIÓN PROBADAS

La primera prueba se realizó en un vaso de precipitado con cantidades pequeñas de las materias primas:

En un vaso de precipitado de 250ml, se adicionó 100ml de ciclohexano, con 3 gramos de Elastómero C-501, 1ml de GMA y .003 gramos de iniciador, se dejó reaccionar por una hora a una temperatura de 60°C, la adición fue secuencial y con agitación mecánica constante. Se dejó secar por 6 horas en una estufa a 80°C. La reacción se realizó en una atmósfera inerte.

En las siguientes pruebas se aumentaron las cantidades de materia prima y se utilizó el reactor descrito en el capítulo II. Todas las reacciones se realizaron en una atmósfera inerte.

- ✓ Se agregaron 15grs. de C-501 al reactor con 400ml. de ciclohexano como medio de reacción, del GMA se agregaron 2.6ml. y de iniciador 1% en peso de la cadena principal la adición fue secuencial y se dejó reaccionar por 5 horas con una temperatura de 60°C y con agitación constante. Se tomaron muestras cada media hora de 30ml. se secaron en estufa a 80°C por 12 horas.
- ✓ Se agregaron 6.3grs. de C-501 al reactor con 170ml. de ciclohexano como medio de reacción, del GMA se agregaron 1.1ml. y de iniciador 1% en peso de la cadena principal la adición fue secuencial y se dejó reaccionar por 5 horas con una temperatura de 60°C y con agitación constante. Se dejó secar en una estufa por 48 horas a 80°C.

- ✓ Se agregaron 12grs. de C-501 al reactor con 320ml. de ciclohexano como medio de reacción, del GMA se agregaron 3.5ml. y de iniciador 1% en peso de la cadena principal la adición fue secuencial lenta (gota a gota) y se dejó reaccionar por 5 horas con una temperatura de 60°C y con agitación constante. Se dejó secar a 80°C por 24horas.

- ✓ Se agregaron 12grs. de C-501 al reactor con 320ml. de ciclohexano como medio de reacción, del GMA se agregaron 3.5ml. y de iniciador 1% en peso de la cadena principal la adición fue secuencial lenta (gota a gota) y se dejó reaccionar por 4 horas con una temperatura de 60°C y con agitación constante. Se dejó secar a 80°C por 24horas.

- ✓ Se agregaron 20grs. de C-501 al reactor con 540ml. de ciclohexano como medio de reacción, del GMA se agregaron 5.2ml. y de iniciador 1% en peso de la cadena principal la adición fue secuencial lenta (gota a gota) y se dejó reaccionar por 5 horas con una temperatura de 70°C y con agitación constante. Se dejó secar a 80°C por 36horas.

- ✓ Se agregaron 20grs. de C-501 al reactor con 540ml. de ciclohexano como medio de reacción, del GMA se agregaron 5.2ml. y de iniciador 1% en peso de la cadena principal la adición fue secuencial lenta (gota a gota) y se dejó reaccionar por 5 horas con una temperatura de 80°C y con agitación constante. Se dejó secar a 80°C por 36horas.

Se continuó variando diferentes cantidades de las materias primas hasta llegar a las condiciones óptimas presentadas en el capítulo II.

MÉTODOS DE RECUPERACIÓN DEL COPOLIMERO

Después de encontrar las condiciones óptimas se probaron varios métodos para recuperar el producto del medio de reacción, como:

- ✓ El método por liofilización a -10°C
- ✓ Agregando acetonitrilo para coagular el producto
- ✓ Se agregó alcohol etílico tratando de precipitar el producto
- ✓ Secado por estufa a 80°C

PRUEBAS DE SOLUBILIDAD

Se le practicaron pruebas de solubilidad en frío y a temperatura de ebullición del solvente al copolímero obtenido con los siguientes solventes:

- Cloruro de Metilo
- Ciclohexano
- 1,2 Diclorobenceno
- Cloroformo
- Mezcla Cloroformo/1,2 Diclorobenceno 50-50%

No se tuvo éxito el copolímero no es soluble en ninguno de estos solventes ni en frío ni en caliente.

También se realizaron reacciones con diferentes métodos de síntesis:

- Simultánea
- Secuencial inmediata

ESPECTROS DE LAS SERIES A Y C

En las figuras de la 1 a la 10 se presentan los espectros de las serie A (60°C) con una composición de 75/25.

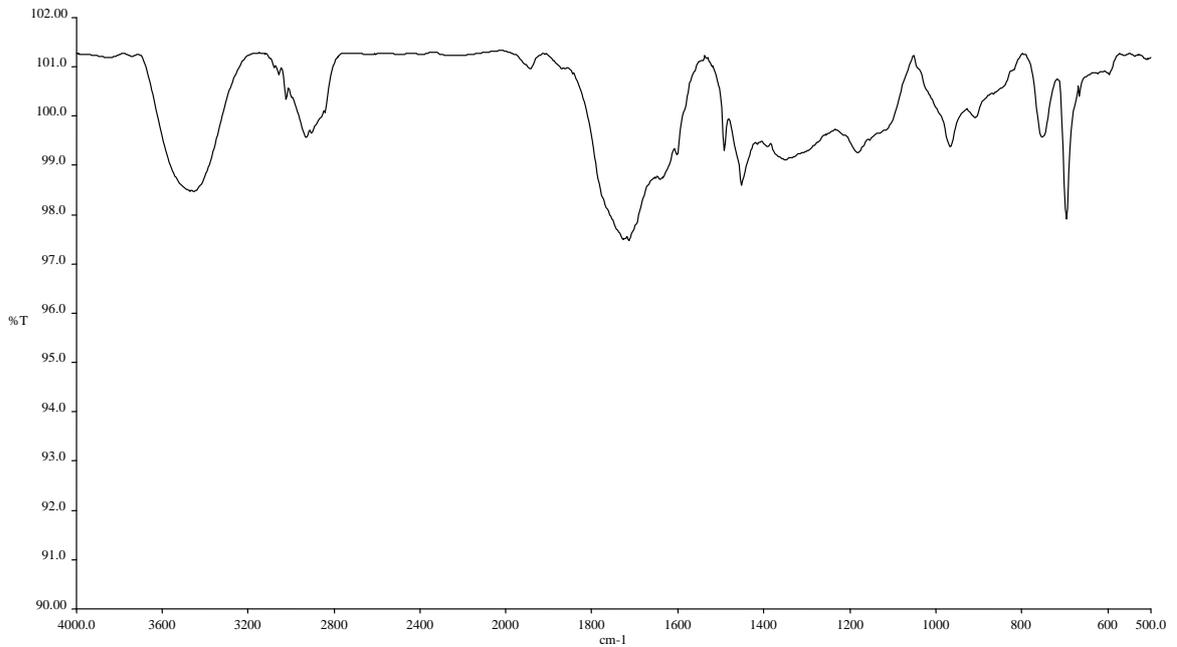


Figura 1.- Espectro de la muestra A-1

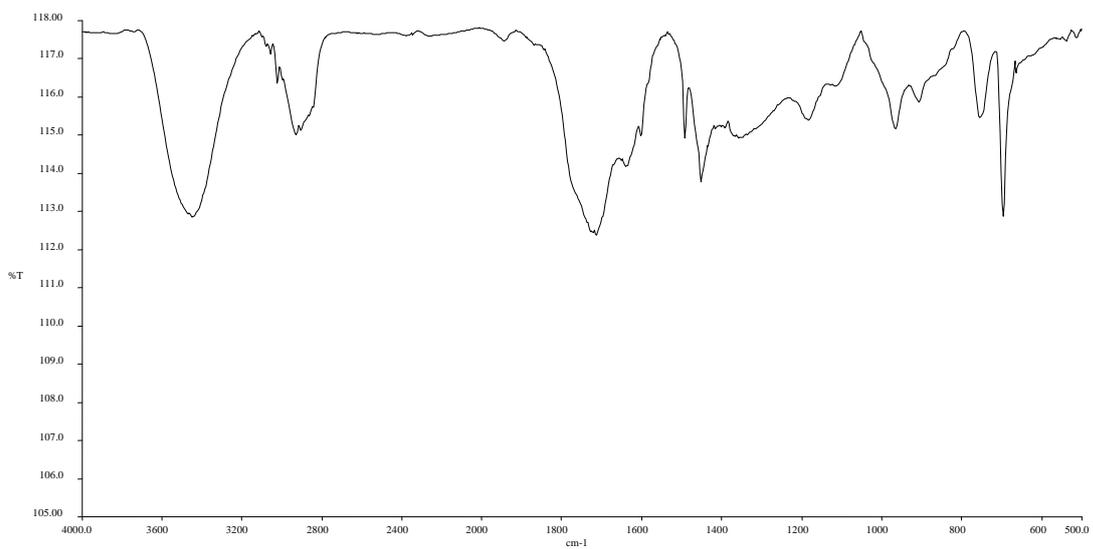


Figura 2.- Espectro de la muestra A-2

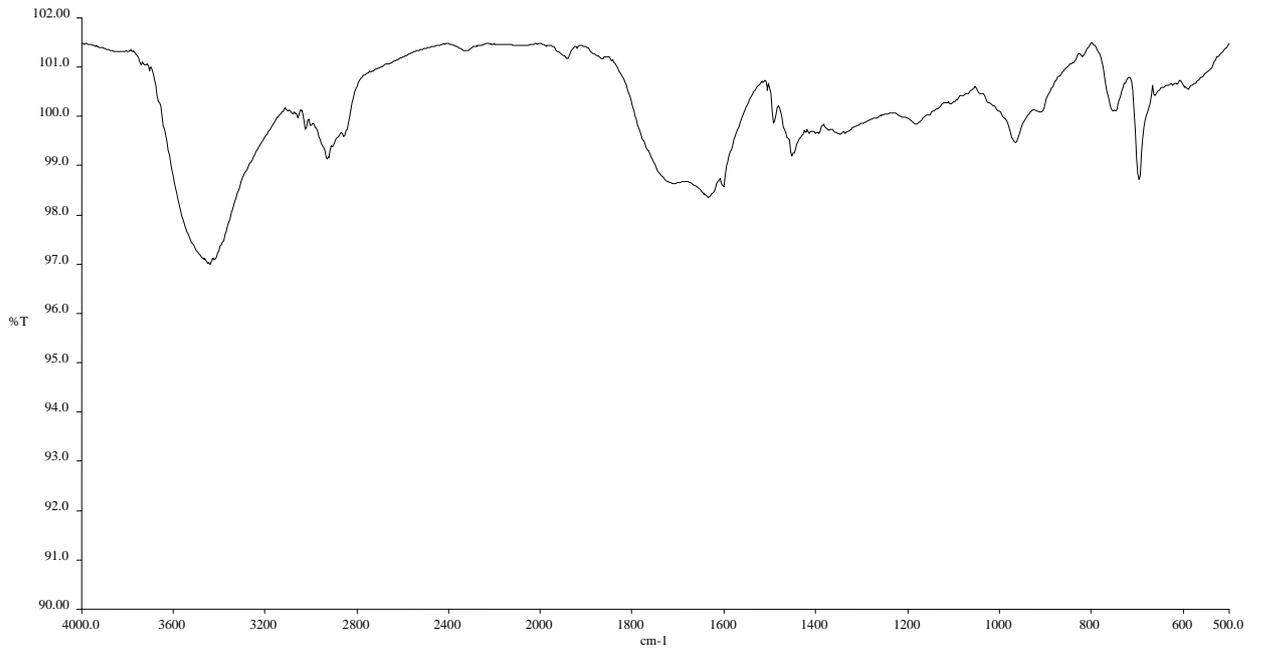


Figura 3.- Espectro de la muestra A-3

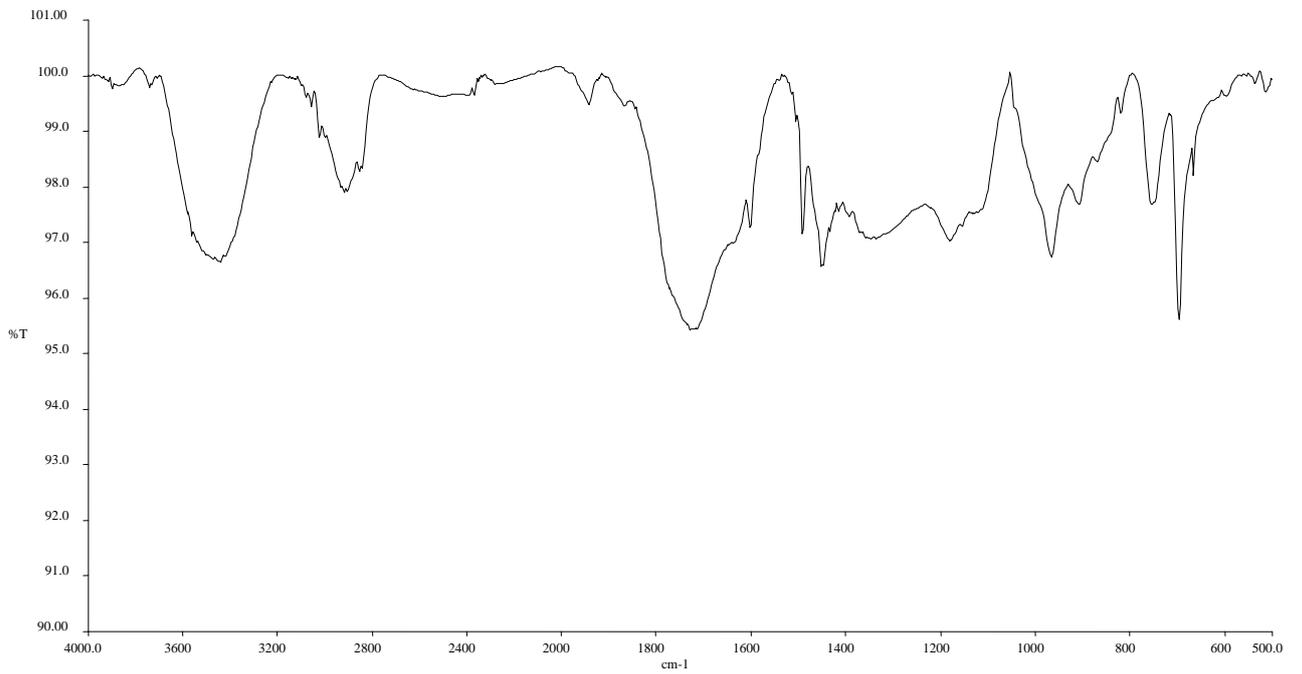


Figura 4.- Espectro de la muestra A-4

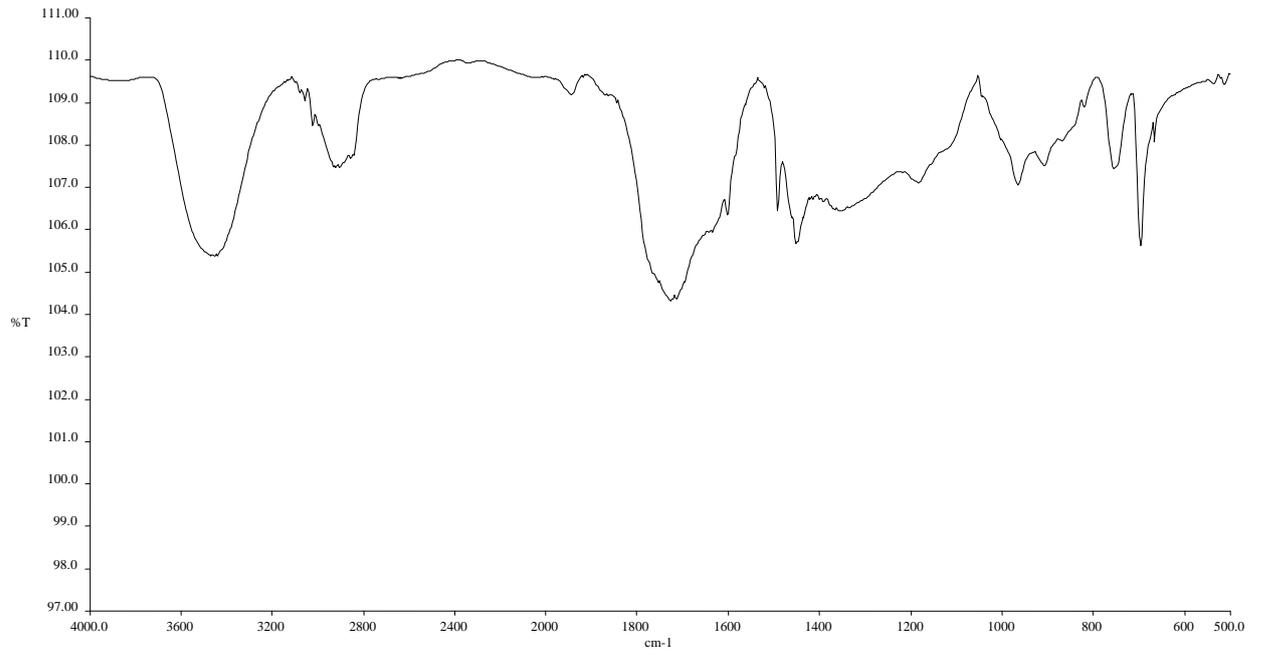


Figura 5.- Espectro de la muestra A-5

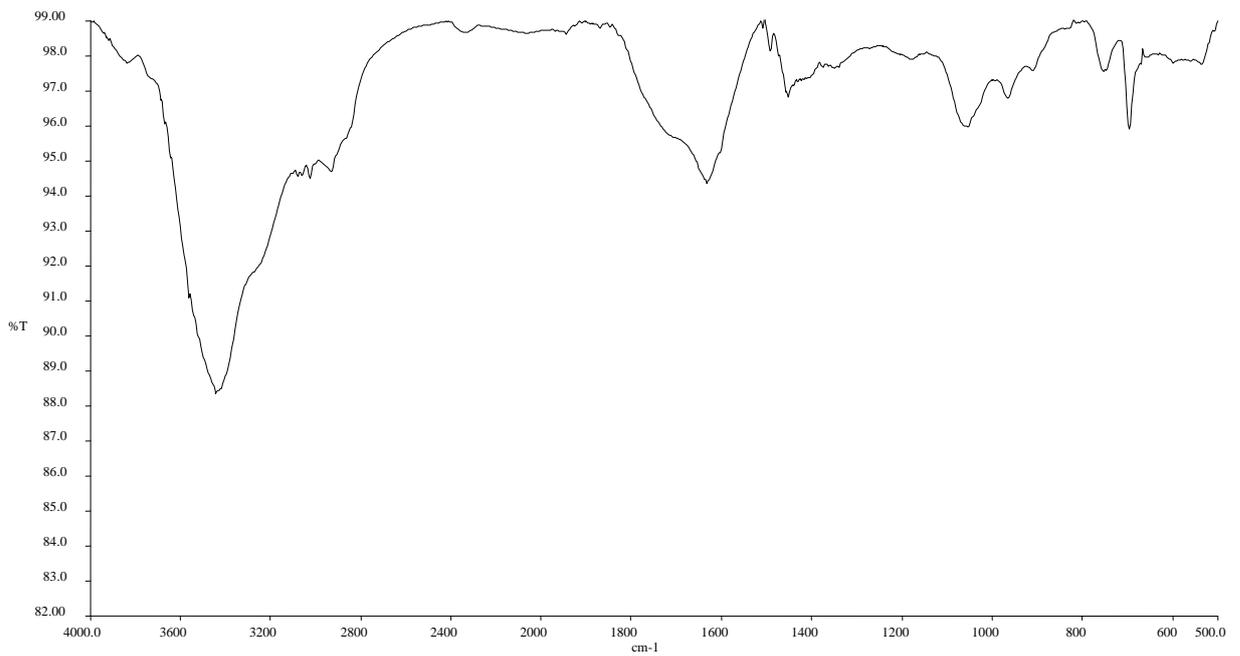


Figura 6.- Espectro de la muestra A-6

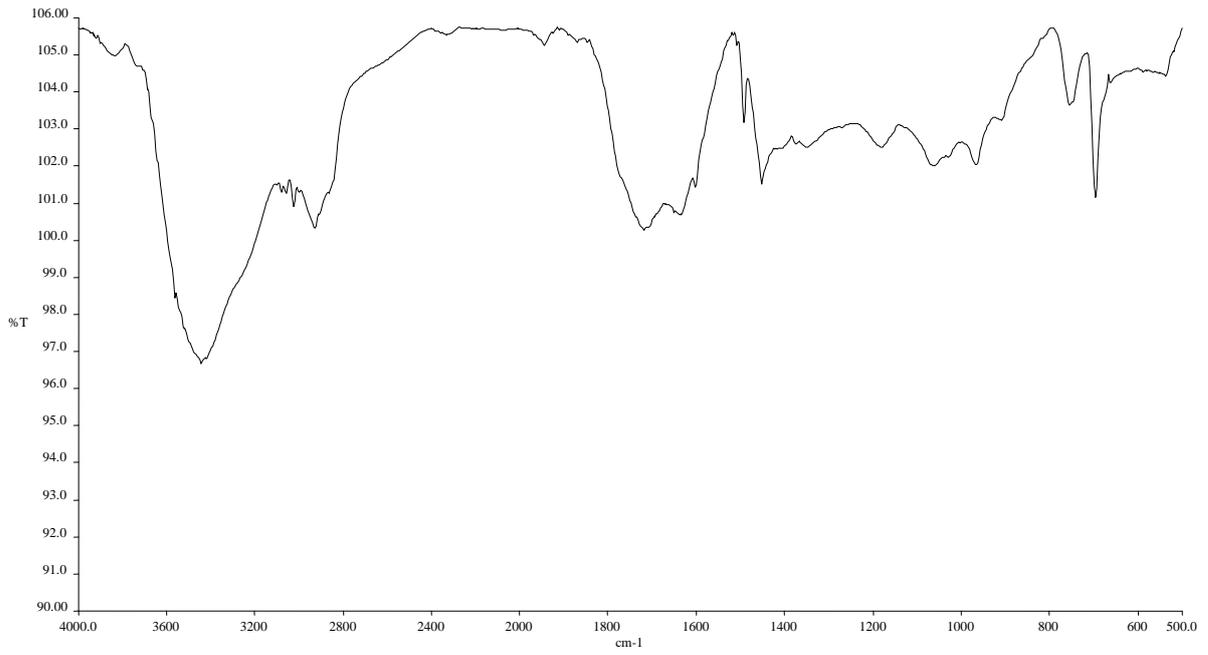


Figura 7.- Espectro de la muestra A-7

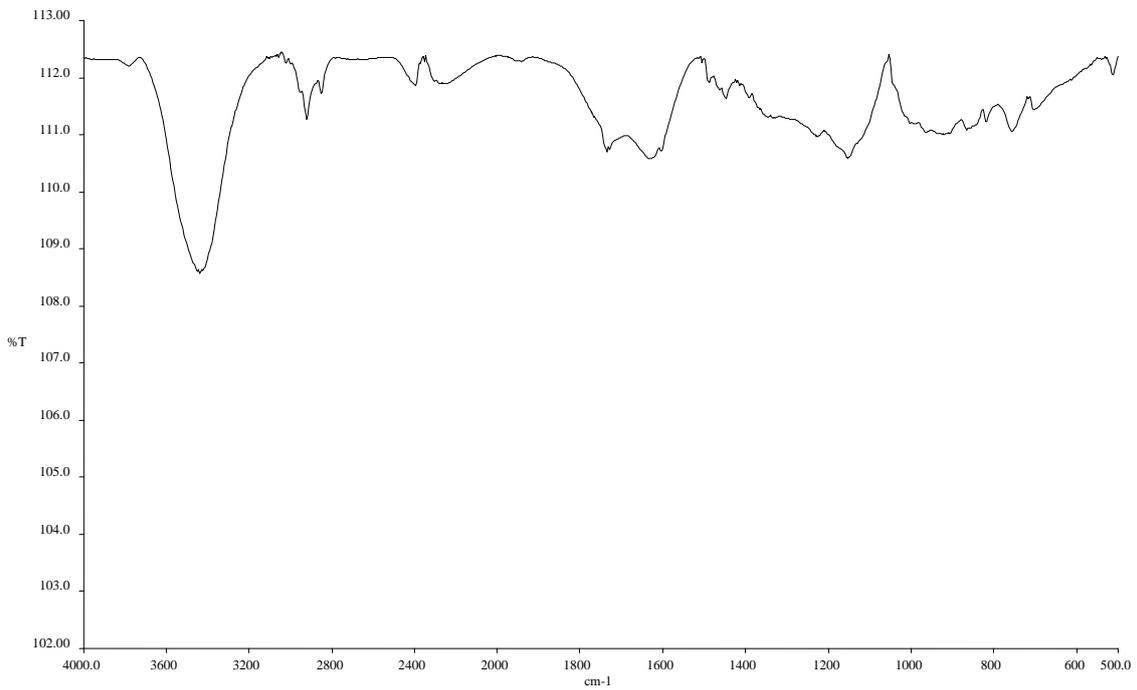


Figura 8.- Espectro de la muestra A-8

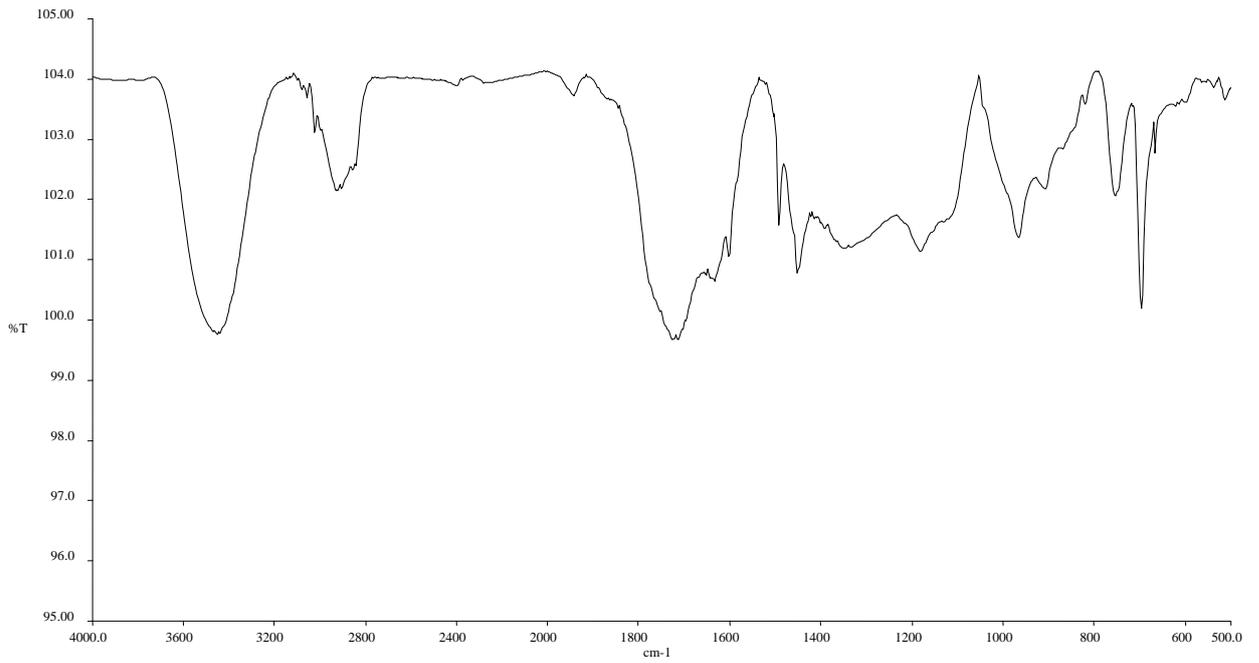


Figura 9.- Espectro de la muestra A-9

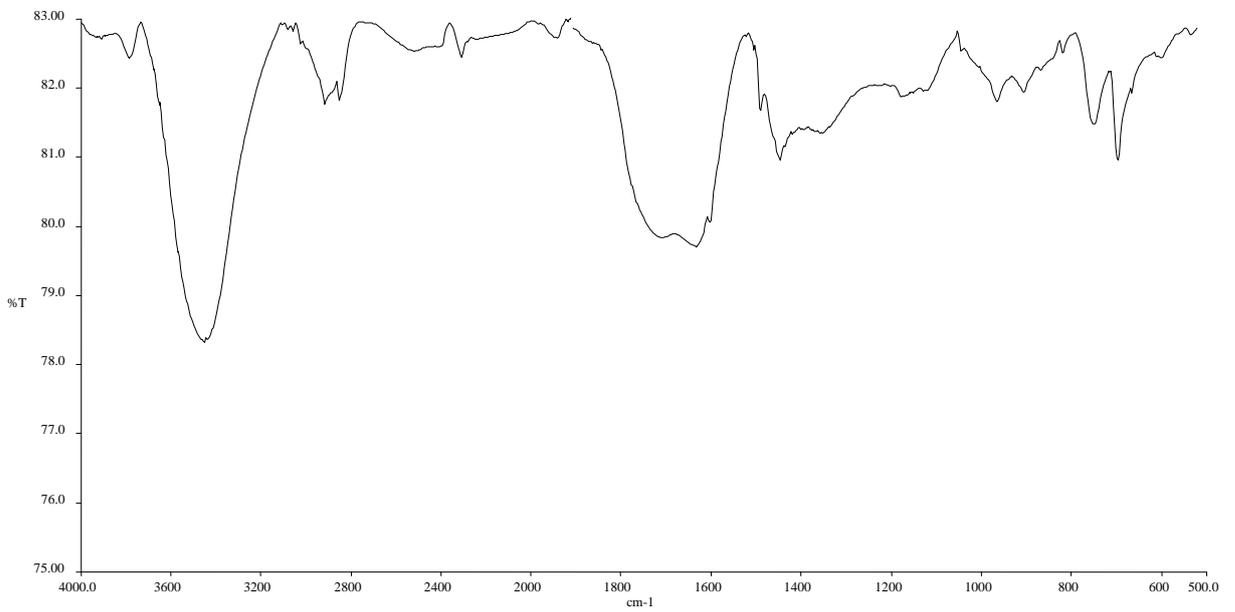


Figura 10.- Espectro de la muestra A-10

De la figura 11 a la figura 20 se presentan los espectros de la serie C (80°C) con una composición de 75/25.

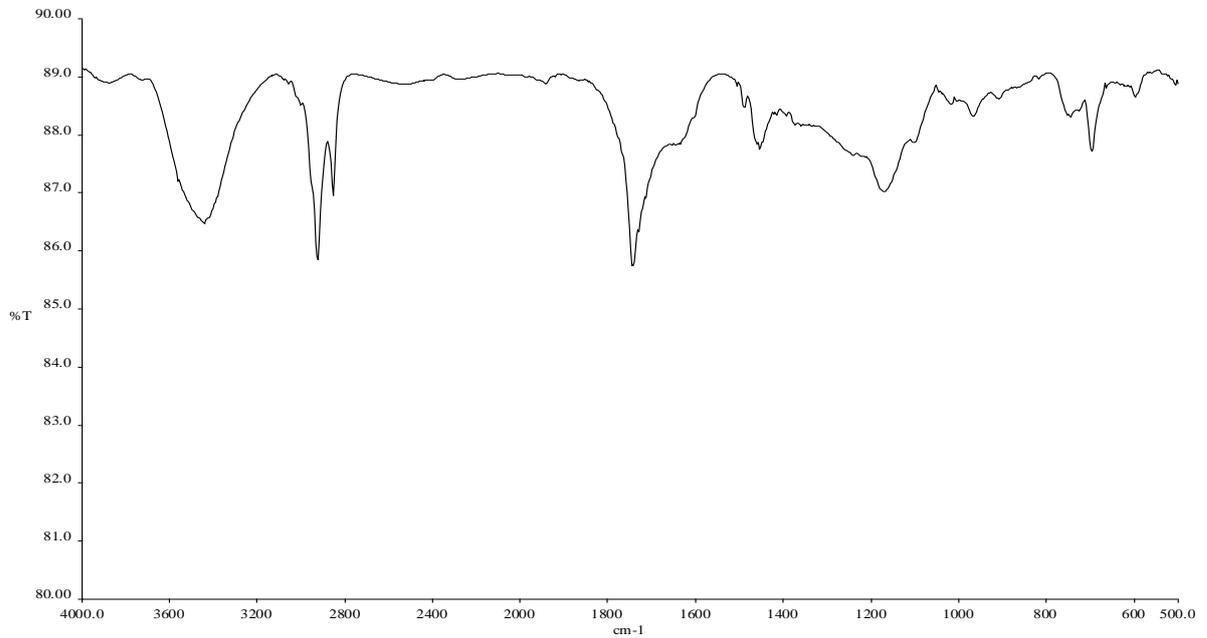


Figura 11.- Espectro de la muestra C-1

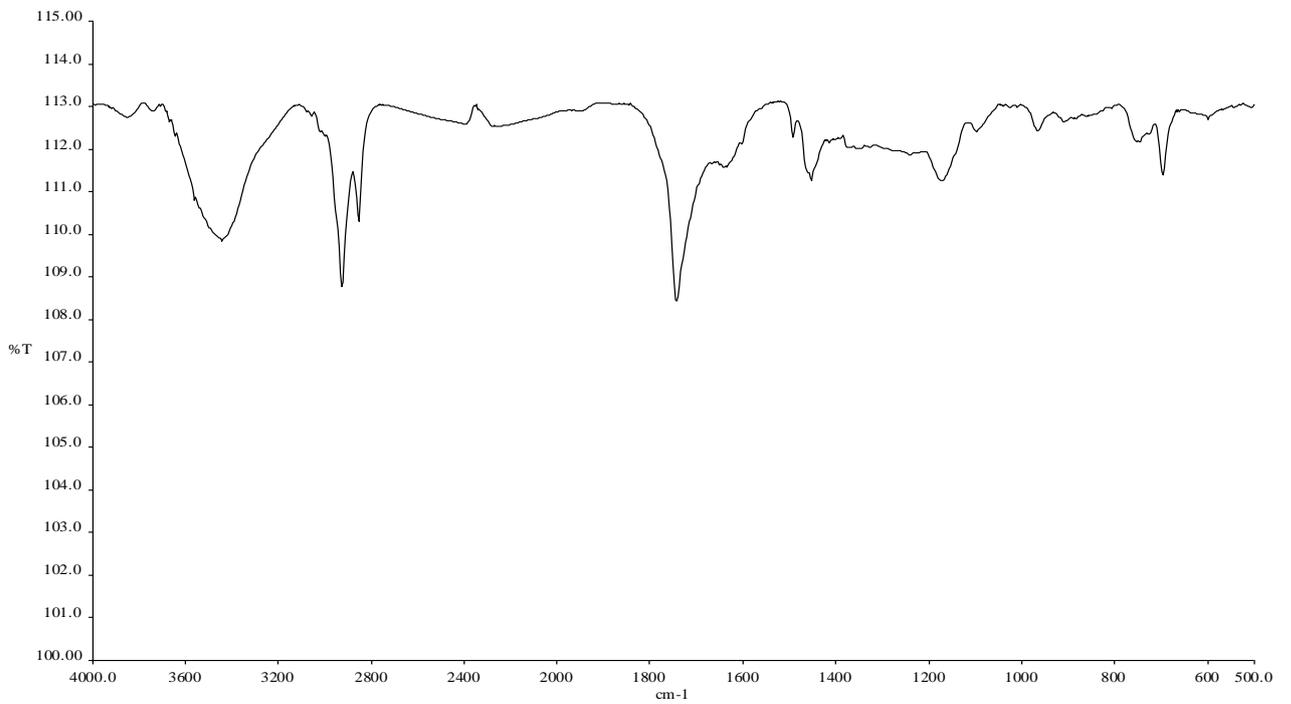


Figura 12.- Espectro de la muestra C-2

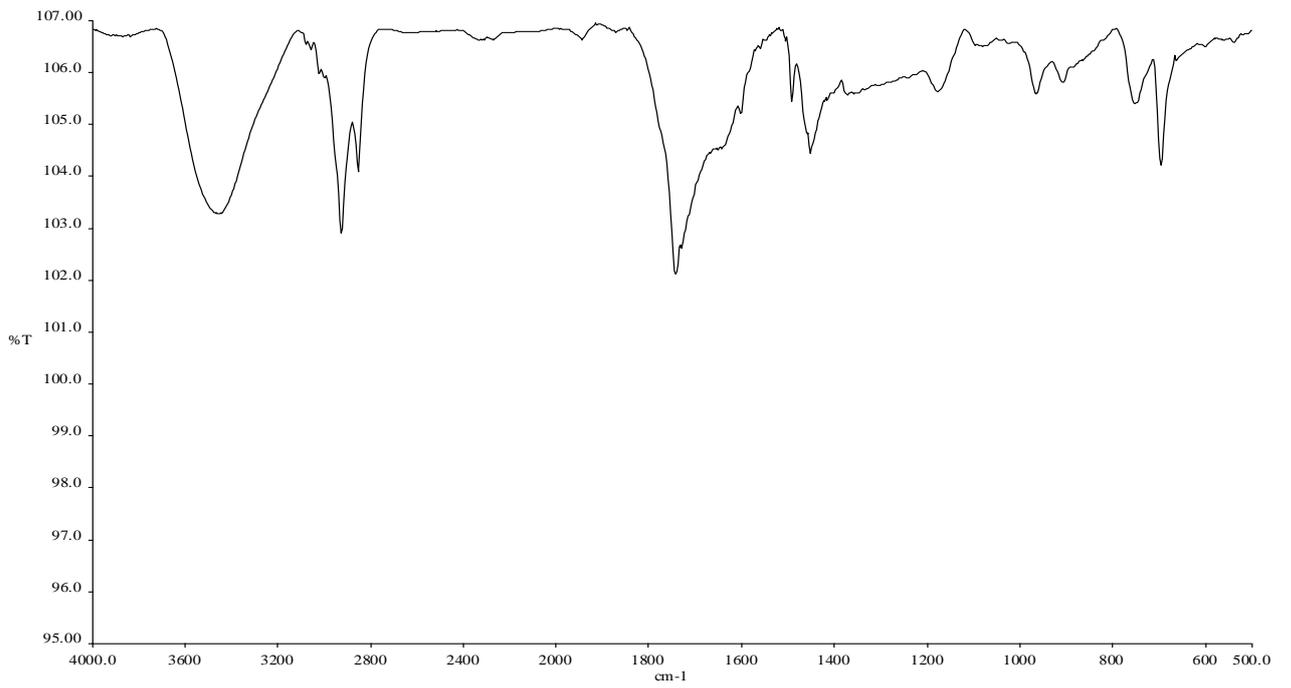


Figura 13.- Espectro de la muestra C-3

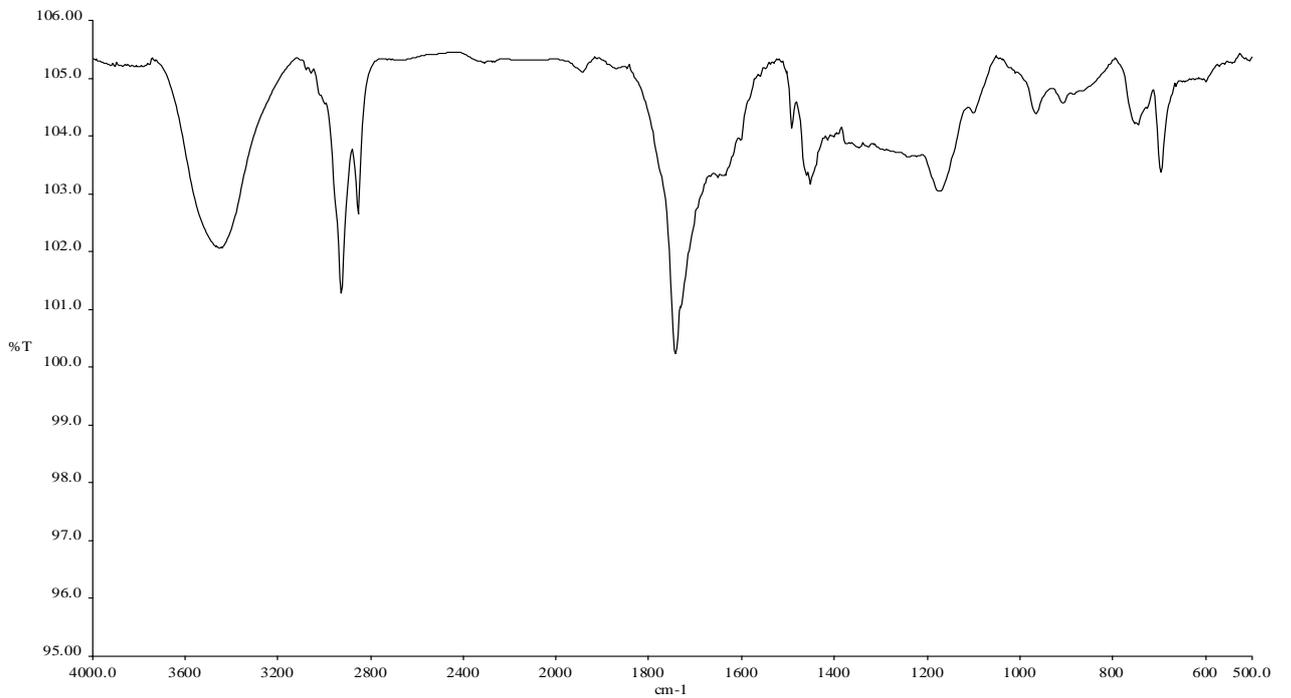


Figura 14.- Espectro de la muestra C-4

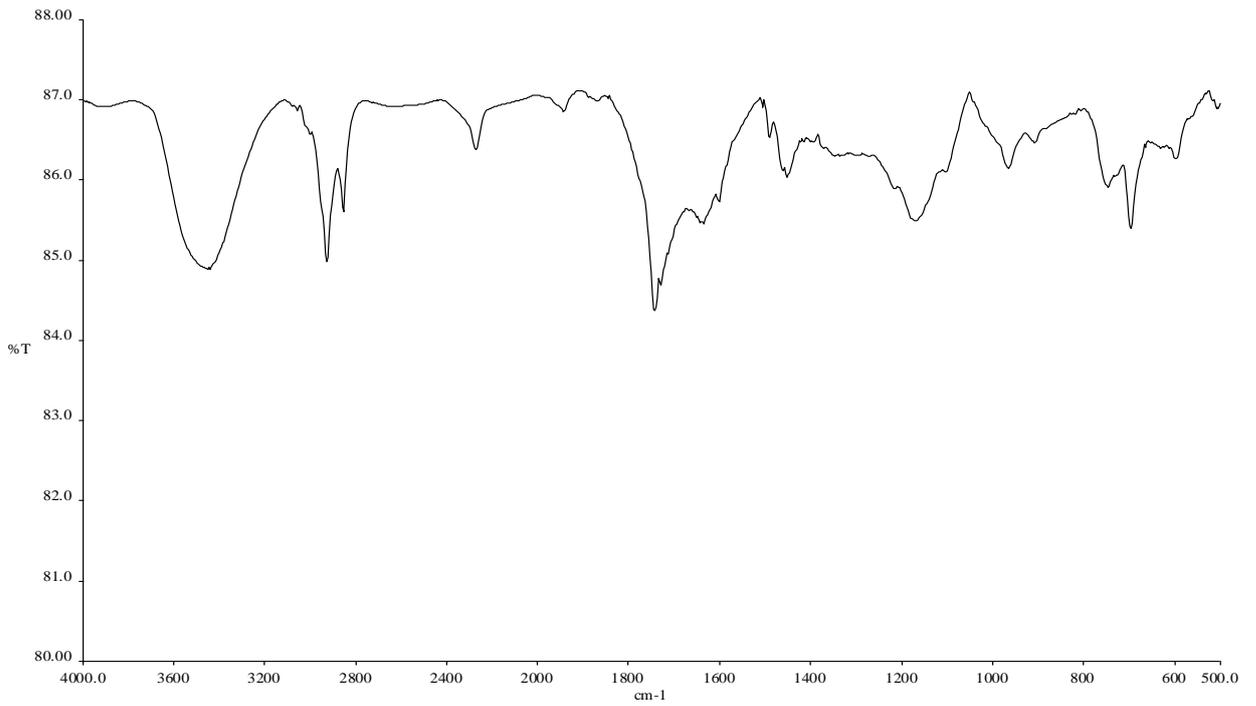


Figura 15.- Espectro de la muestra C-5

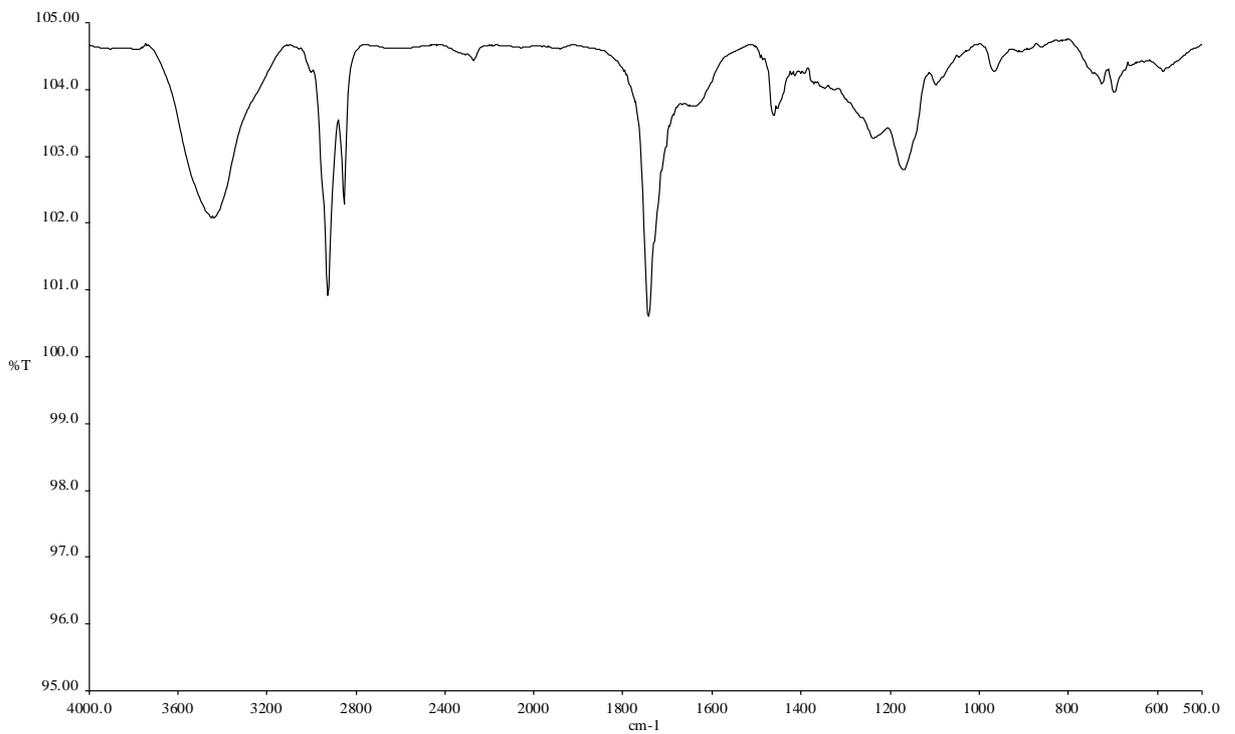


Figura 16.- Espectro de la muestra C-6

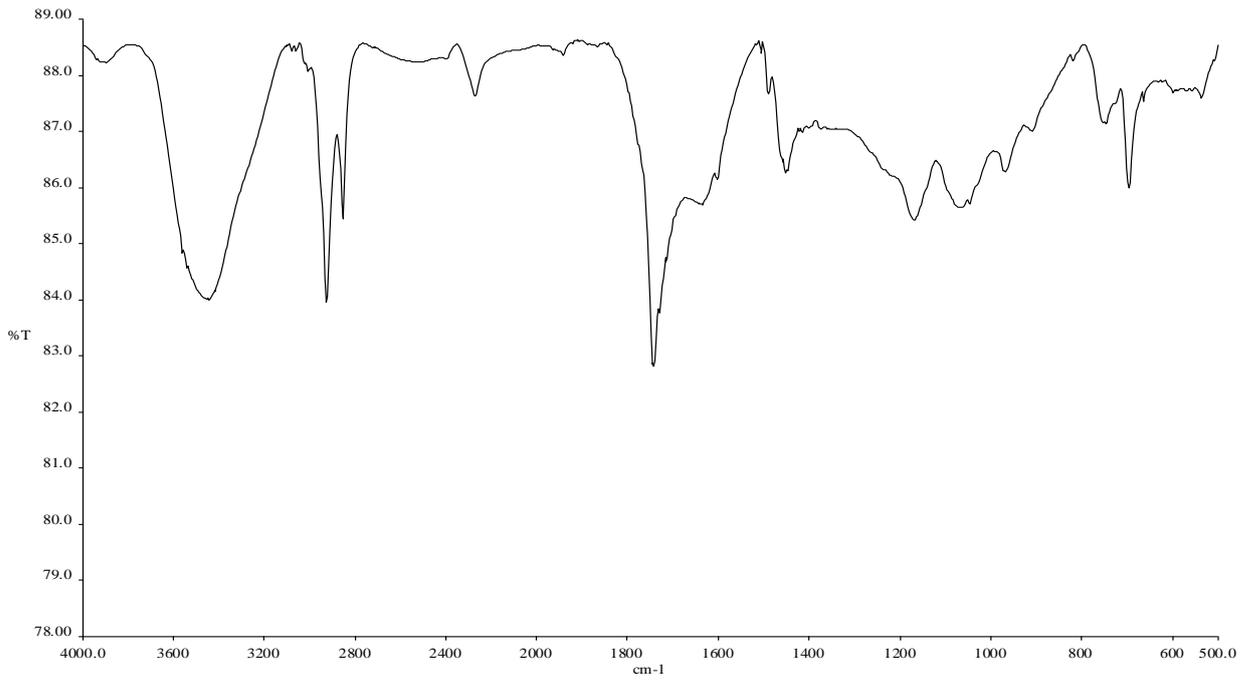


Figura 17.- Espectro de la muestra C-7

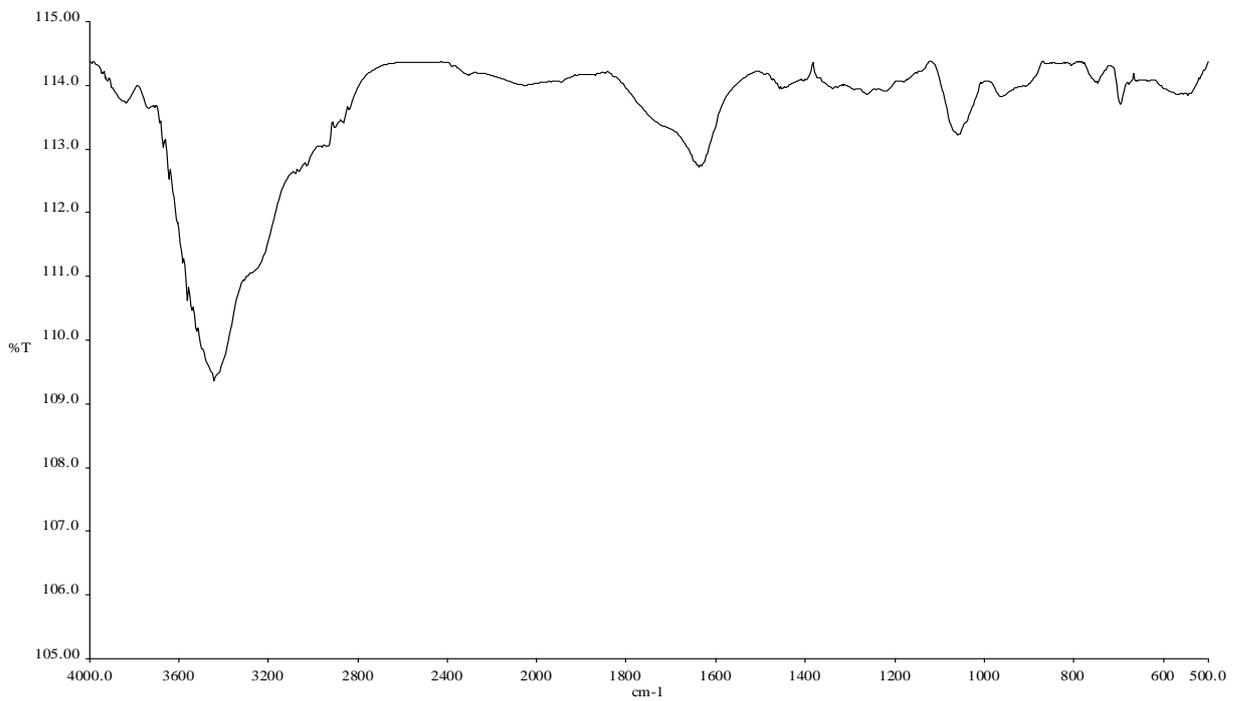


Figura 18.- Espectro de la muestra C-8

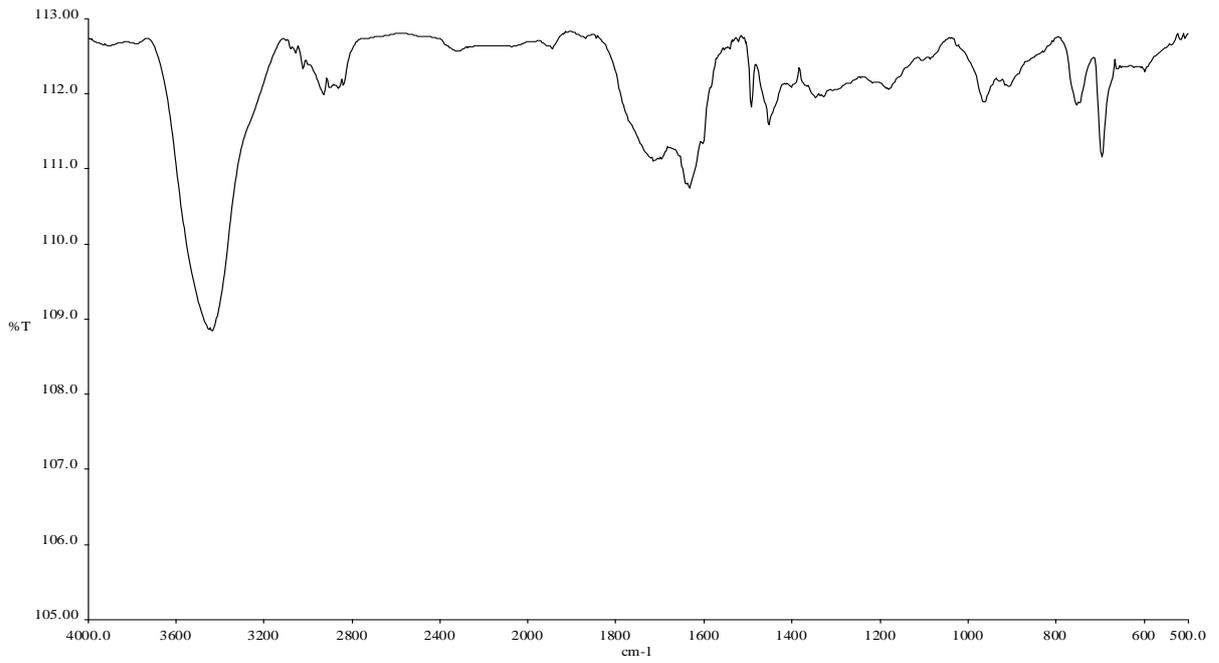


Figura 19.- Espectro de la muestra C-9

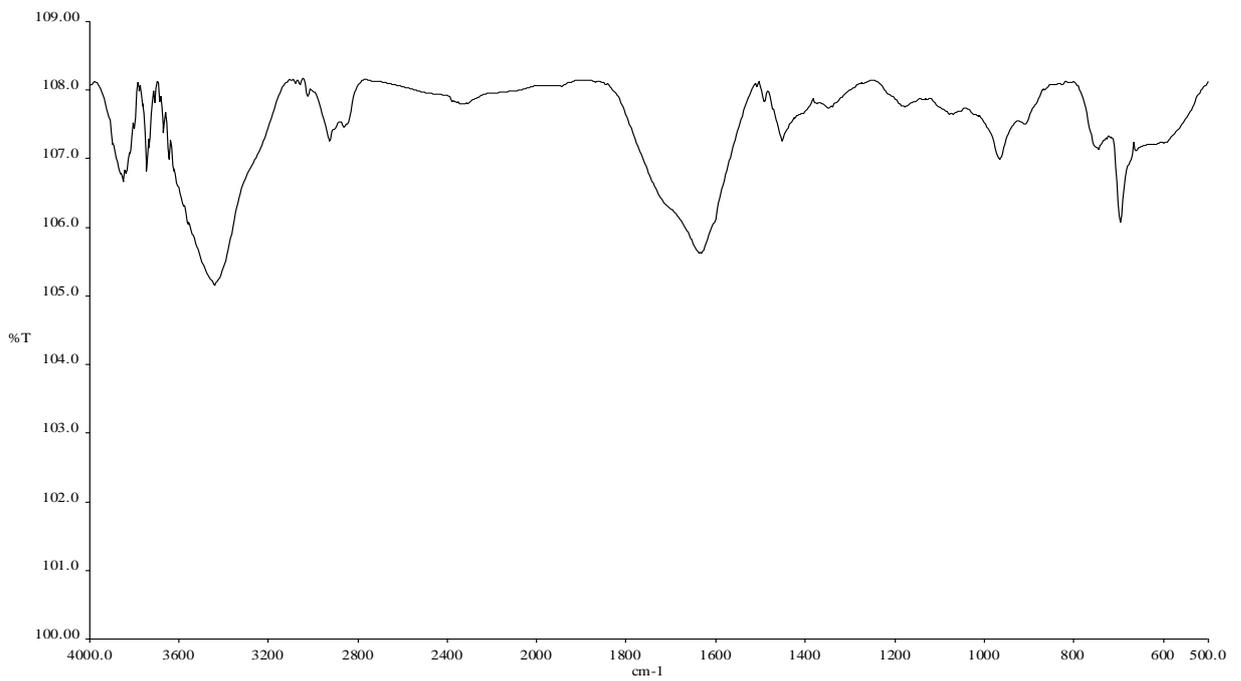


Figura 20.- Espectro de la muestra C-10