

## Efecto del agente de transferencia de cadena, en los procesos de síntesis de emulsión y microemulsión de poli (metacrilato de butilo)

NÚÑEZ-PÉREZ, F. A.\* † & MENDIOLA, J. A.

*Universidad Politécnica de Lázaro Cárdenas Michoacán*

Recibido Abril 11, 2016; Aceptado Junio 28, 2016

### Resumen

En este trabajo se realizó la síntesis y caracterización del poli (metacrilato de butilo) mediante dos métodos de polimerización: emulsión y microemulsión. Utilizando dos tipos de agentes de transferencia de cadena: tetrabromuro de carbono (CBr<sub>4</sub>) y tert butilmercaptano (tBM) a diferentes concentraciones. La reacción fue terminada con persulfato de potasio a una temperatura de 70 °C. Las caracterizaciones realizadas fueron: determinación de la conversión (gravimetría), medición del tamaño de partícula y su distribución (QLS), calorimetría diferencial de barrido (DSC). Los resultados obtenidos muestran que los tamaños tienden a disminuir con la adición del agente de transferencia cuando se polimeriza por microemulsión y aumenta cuando se polimeriza por emulsión (más evidente con el tBM).

### Emulsión, microemulsión y caracterización

**Citación:** NÚÑEZ-PÉREZ, F. A. & MENDIOLA, J. A. Efecto del agente de transferencia de cadena, en los procesos de síntesis de emulsión y microemulsión de poli (metacrilato de butilo). Revista de Energía Química y Física 2016, 3-7: 27-37.

### Abstract

In this paper there was realized the synthesis and characterization of the poly (butyl methacrylate) by means of two methods of polymerization: emulsion and microemulsion. Using two types of agents of transfer of chain: carbon tetrabromide (CBr<sub>4</sub>) and tert Butyl mercaptan (tBM) to different concentrations. The reaction went terminated with potassium persulfate to a temperature of 70 °C. The realized characterizations were: determination of the conversion (gravimetry), measurement of the size of particle and his distribution (QLS), differential calorimetry (DSC). The obtained results show that the sizes stretch to diminish with the addition of the agent of transfer when it is polymerized by microemulsion and increases when it is polymerized by emulsion (more evident with the tBM).

### Emulsion, microemulsion, characterization

\*Correspondencia al Autor (Correo Electrónico: phd\_paco@hotmail.com)

† Investigador contribuyendo como primer autor

## Introducción

La polimerización en microemulsión es de gran interés en las investigaciones de síntesis de polímeros. Esto se debe principalmente presenta una gran variedad de microestructuras, desde sistemas tipo monomero/agua, es de esperarse que el mecanismo de reacción, así como las características del producto final dependan de factores tan complejos como son el tipo de emulsificante, monómero, así como la composición de cada uno de ellos. Además, de que también influyen en la estructura de la microemulsión. Por otra parte, cuando se utilizan co-tensioactivos, los cuales son alcoholes de cadena corta, estos pueden actuar como agentes de transferencia de cadena y/o afectar la estabilidad del sistema por desorción del tensioactivo desde las partículas del polímero.

De esta manera, la polimerización en microemulsión es un método que permite producir nanopartículas coloidales que contienen polímero de alto peso molecular a rápidas velocidades de reacción. Con este proceso se pueden sintetizar polímeros con tamaños y propiedades diferentes a las obtenidas por otros métodos.

El metacrilato de butilo (BMA) es uno de los monómeros más comúnmente usados para llevar a cabo estudios de polimerización en emulsión (3.2 mM) a 70 °C (Geurts, J. M. *et al*, 1996), la cual es similar a la del estireno. El surfactante dodecil sulfato de sodio (SDS) y el iniciador persulfato de potasio (KPS) son probablemente los más extensamente estudiados en la polimerización en emulsión. Esto se debe a que el SDS es un surfactante formador de micelas y el KPS es un iniciador térmico que se disocia a altas temperaturas para formar radicales libres de sulfato.

En este trabajo se presenta la síntesis y caracterización del poli (metacrilato de butilo) mediante polimerización en emulsión y microemulsión, con la adición de dos agentes de transferencia de cadena (tetrabromuro de carbono y ter-butil mercaptano) a distintas concentraciones, desde 0.1 hasta 0.4 % masa con respecto al monómero, y el efecto que tiene tanto el tipo de agente de transferencia de cadena como la concentración del mismo sobre las propiedades mecánicas (tensión).

Al polimerizar el metacrilato de butilo, es de esperarse que se mejoren las propiedades mecánicas, debido a las características del mismo. Por otra parte, con el uso de agentes de transferencia de cadena existe la posibilidad de que otras reacciones ocurran además de las ya consideradas. Dentro de estas reacciones se encuentran las reacciones de transferencia de cadena, que consisten en que el radical polimérico reacciona con una especie química para terminar su crecimiento, pero a diferencia de la reacción de terminación donde se pierden radicales, en este caso se produce un radical libre que puede iniciar una nueva cadena polimérica. Las especies químicas con las que puede reaccionar un radical polimérico pueden ser: monómero, iniciador, modificador del peso molecular, polímero y otras sustancias químicas. Por otro lado en la formación de películas de látex, las moléculas deben de estar disponibles para difundirse a través de la interface entre las partículas para dar una buena adhesión entre las mismas.

## Surfactante

El surfactante juega un rol importante en el proceso de nucleación de partículas en la polimerización en emulsión. Ya que estabiliza las partículas nuevas y las partículas en crecimiento durante la polimerización.

El número de partículas de polímero formadas durante la polimerización en emulsión es sensible a la cantidad de tensioactivo agregado. La velocidad de polimerización y el peso molecular del polímero son también afectados por la concentración del surfactante a través de la dependencia respecto al número y tamaño de partícula.

Conocidos también como tensoactivos, son agentes de actividad superficial, que se caracteriza por su tendencia a adsorberse en superficies e interfases. El termino interfase es el límite entre dos fases inmiscibles. La fuerza que conduce al surfactante a adsorberse en una interfase es menor que la energía libre de esa interfase. Usualmente se usa el término de tensión interfacial, en vez de energía libre interfacial por unidad de área.

La propiedad principal de los surfactantes en las polimerizaciones es que tienden a formar agregados llamados: micelas. La cual es un mecanismo de las moléculas para reducir la energía libre del sistema. Este es un fenómeno importante ya que el comportamiento de un sistema con micelas es muy diferente a uno que solo tiene moléculas de tensioactivo en solución.

### **Polimerización en microemulsión**

Las microemulsiones son sistemas dispersos pseudoternarios de aspecto transparente, con energía libre de formación negativa, termodinámicamente estables.

Están constituidas por dos líquidos inmiscibles (aceite-agua) y e cantidades apropiadas de surfactante. Provocando una fase dispersa que oscila 10-200 nm de tamaños de partículas.

Recientemente la polimerización en microemulsión ha atraído la atención de muchos científicos como un proceso alternativo para la síntesis de polímeros, lo anterior ha sido observado en trabajos publicados sobre el tema. A continuación se presenta un breve resumen de los resultados obtenidos por diferentes autores en algunos sistemas reportados en la literatura.

Stoffer y Bone (1980), reportan la polimerización de acrilato de metilo y metacrilato de metilo en microemulsiones preparadas con agua, dodecilsulfato de sodio (SDS), pentanol y monómero. Encontraron un comportamiento similar a la polimerización en solución. Estos resultados se atribuyen a que el monómero y el cotensioactivo se encontraban formando la fase continua, por lo tanto el sistema era bastante similar a una solución. También investigaron el efecto que tiene la adición de persulfato de amonio (iniciador) en la extensión de la región unifásica y encontraron que prácticamente no era alterada cuando se utilizaban concentraciones típicamente usadas en una polimerización.

Al sintetizar en emulsión de estireno, al adicionar tetrabromuro de carbono. Los efectos del agente de transferencia de cadena sobre la conversión, la distribución del tamaño de partícula y el peso molecular. Muestran un considerable efecto del agente de transferencia de cadena en la polimerización por radicales en una dispersión no acuosa. El estudio del comportamiento de entrecruzamiento de latices con alto contenido de sólidos usando metacrilato de n-butilo y N-metilol acrilamida donde el objetivo principal fue el de desarrollar una copolimerización en emulsión que despreciara el entrecruzamiento antes del proceso de curado y presentara altos contenidos de gel en el curado térmico. }

Además de verificar el efecto que presenta en el peso molecular la adición de una gente de transferencia de cadena (tetrabromuro de carbono).

Okubo et al. (2002), obtuvo tres tipos de polimerizaciones sembradas con metacrilato de n-butilo como monómero que fue llevado a cabo junto con una mezcla de partículas de estireno monodispersas de alrededor de 1.76  $\mu\text{m}$ , fueron obtenidas partículas de composite de PS/poli (BMA)-(PBMA) de forma no esférica, por medio de una polimerización sembrada en dispersión.

Ramana Reddy et al. (2000), hicieron un estudio de las copolimerizaciones en emulsión y microemulsión del estireno y metacrilato de n-butilo, usando como tensioactivo: laurilsulfato de sodio, n-pentanol como co-tensioactivo y persulfato de potasio como iniciador de radicales libres, los valores obtenidos de las copolimerizaciones en emulsión y microemulsión fueron considerados con diferencias en sus diferentes fases debido a los sistemas estudiados.

Por ultimo Rabelero, M. (1996), presentó un método para producir nanolátex con alto contenido de sólidos (>40%) vía polimerización en microemulsión, mediante una serie de adiciones semicontinuas de monómero, extendiendo así la reacción de polimerización y obteniendo polímero con las características de este tipo de procesos, haciendo este proceso mas atractivo desde el punto de vista de su aplicación a nivel industrial.

### Formación de las películas a partir del látex

La formación de películas a partir de látex de polímero y la determinación de sus propiedades, son las áreas de conocimiento que mas se ha desarrollado en años recientes.

Sobre todo por la aplicación de nuevas técnicas experimentales (Keddie, J. L. 1997; Winnik, M. A. 1997), tales como la dispersión de neutrones a bajos ángulos (SANS), microscopia electrónica de barrido (SEM), microscopia de fuerza atómica (AFM) y transferencia directa de energía no radioactiva (DET), las cuales permiten el monitoreo de la coalescencia de las partículas del látex y la interdifusión de las cadenas del polímero.

Las propiedades físicas y mecánicas de las películas delgadas son importantes. Esas propiedades son afectadas no solo por la naturaleza del polímero(s), sino también por el método de preparación tanto del polímero como de la película y su acondicionamiento. Las películas pueden ser homopolímeros amorfos o heterogéneos dependiendo de la manera en que son preparados a partir de polímeros simples, a partir de mezclas de polímeros o partículas de látex de polímeros tipo núcleo-coraza. Tal heterogeneidad puede proporcionar propiedades únicas, como la dispersión de un látex blando de baja temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ), de partículas con núcleo suave dentro de una matriz de polímero duro, las cuales pueden actuar para prevenir la propagación de la fractura a través del sistema, y actuar como un modificador de impacto (Miles, I. S. 1992).

### Metodología

La síntesis se llevó a cabo en un reactor vidriado (marca Hell) de 1 litro de capacidad. Dicho reactor estaba equipado con un sistema de calentamiento/enfriamiento, agitación mecánica y un sistema de suministro de nitrógeno para mantener una atmósfera inerte. Los métodos de síntesis son por polimerización en emulsión y en microemulsión, a una temperatura de 70 °C.

La composición seleccionada para el proceso de polimerización en emulsión y en microemulsión fue determinada tomando como referencia el trabajo de Krishnan, S. (2002).

Las reacciones fueron termo-iniciadas con persulfato de potasio (1% con respecto al monómero). Además se agregó bicarbonato de sodio ( $\text{NaHCO}_3$ ) como agente neutralizante (1% respecto al monómero).

La razón de agregar bicarbonato de sodio, es solo para qué interactúe en el medio acuoso como un agente neutralizante ya que la mezcla de reacción tiende a ser ácida.

La relación másica de BMA se mantuvo constante y se varió la relación del agente de transferencia de cadena con respecto al BMA, desde 0.1 hasta 0.4 % masa para cada sistema.

La tabla 1 lista las composiciones de las mezclas de reacción los ingredientes requeridos para sintetizar las homopolimerizaciones de los látices obtenidos.

Se tomaron muestras para determinar la conversión (aproximadamente 3 mL en una caja de Petri) y el tamaño de partícula (aproximadamente 3 mL en cada vial). También se evaluó el pH y se hicieron evaluaciones por microscopía electrónica de transmisión.

Una vez obtenidos los látices de homopolímero por microemulsión, se procedió a purificarlas.

Como primer paso se precipitaron los látices de homopolímero con un exceso de agente precipitante (metanol), una vez precipitados fueron lavados con agua bidestilada a 40 °C hasta eliminar las impurezas de tensioactivo.

Microemulsión (70 °C, 60 min)		Emulsión (70 °C, 120 min)	
Ingrediente	Cantidad (g)	Ingrediente	Cantidad (g)
Agua bidestilada (89%)	267.0	Agua bidestilada	268.0
BMA (10%)	30.0	BMA	31.35
SDS (1%)	3.0	SDS	0.378
KPS (1% respecto al monómero)	0.3	KPS	0.2268
$\text{NaHCO}_3$ (1% respecto al monómero)	0.3	$\text{NaHCO}_3$	0.2268
$\text{CBr}_4$ o tBM (0.1% respecto al monómero)	0.03	$\text{CBr}_4$ o tBM	0.03
$\text{CBr}_4$ o tBM (0.2% respecto al monómero)	0.06	$\text{CBr}_4$ o tBM	0.06
$\text{CBr}_4$ o tBM (0.3% respecto al monómero)	0.09	$\text{CBr}_4$ o tBM	0.09
$\text{CBr}_4$ o tBM (0.4% respecto al monómero)	0.12	$\text{CBr}_4$ o tBM	0.12

**Tabla 1** Formulaciones para obtener los homopolímeros tanto en emulsión como en microemulsión

En el caso de los látices en emulsión, el procedimiento de purificación se modificó debido a que una de las características de la emulsión es el no precipitar, por lo que se le agregó el exceso de agente precipitante y el látex se dejó evaporar en un horno a temperatura constante de 50 °C, hasta la precipitación total. Posteriormente se formó una película, la cual fue triturada y lavada con agua bidestilada.

Una vez purificados los homopolímeros, se tomaron muestras de aproximadamente 1.0 g y se sometieron a una diálisis con agua bidestilada durante 48 horas. De aquí se tomaron muestras para realizar los análisis de calorimetría, espectroscopia de infrarrojo y pesos moleculares tanto para emulsión como para microemulsión.

## Resultados

A continuación se presentan los resultados obtenidos de la síntesis y caracterización de los homopolímeros de metacrilato de butilo, tanto en emulsión como en microemulsión. Con las variantes implicadas en este trabajo, como fueron el uso de los agentes de transferencia de cadena (ter-butilmercaptano y tetrabromuro de carbono), así como la adición del agente neutralizante bicarbonato de sodio. Los resultados están organizados de tal manera que primero se describen las caracterizaciones estructurales, las cuales dan información sobre la forma en que está configurado el polímero sintetizado.

Las caracterizaciones estructurales aplicadas fueron: grado de avance de la reacción (conversión); determinación del tamaño de las partículas y su distribución (dispersión quasi-elástica de luz y microscopia electrónica de transmisión); mediciones de pH del medio (potenciometría); la identificación de los polímeros obtenidos en la reacción se efectuó mediante espectroscopia de infrarrojo (FTIR); y calorimetría diferencial de barrido (DSC).

Una vez que se estableció la estructura del homopolímero, se le aplicó un proceso de conformado (películas tanto delgadas como gruesas) que permitiera medir las propiedades mecánicas de los mismos (dureza, tensión) para todos los casos y comparar los resultados obtenidos entre sí.

## Conversión

Todas las reacciones de homopolimerización se prepararon mediante un proceso "batch", y tanto en emulsión como en microemulsión se obtuvieron altas conversiones, como se muestra en la Tabla 2.

Sin embargo, las conversiones alcanzadas mediante polimerización en microemulsión fueron mayores (> 90%) que las de emulsión (> 82%).

En la Tabla 2 se reportan las conversiones alcanzadas para cada sistema como función de la cantidad de agente de transferencia de cadena agregado. Aquí se puede apreciar que para una misma concentración del agente de transferencia, la conversión de la emulsión disminuye, mientras que en microemulsión el efecto no es tan significativo.

También se puede apreciar que el incremento en la cantidad del agente de transferencia no manifiesta efectos importantes, ya que la conversión se mantiene en valores similares, lo mismo se aprecia para el tipo de agente de transferencia de cadena.

El único efecto que se puede destacar en la conversión es el hecho de que las emulsiones reportan menor conversión que las microemulsiones, para un mismo tiempo de reacción; el cual es debido a las características propias de ambos métodos de polimerización, es decir en emulsión las conversiones siempre estarán en el 80% y en microemulsión arriba del 90%

## Tamaño de partícula

En la Tabla 2, se reporta el diámetro de partícula promedio obtenido de las reacciones llevadas a cabo, medido mediante dispersión quasi-elástica de luz (QLS). Como se puede apreciar, los diámetros de partícula obtenidos de las reacciones de polimerización en microemulsión son menores (< 37 nm) que los obtenidos de las reacciones de polimerización en emulsión (> 91 nm). Esto es de esperarse por las características propias de cada método de polimerización.

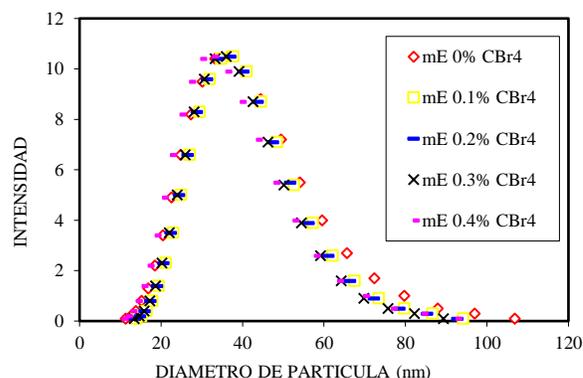
También se puede apreciar que cuando los látex son preparados por microemulsión, conforme se agrega mayor cantidad del agente de transferencia de cadena (ya sea  $\text{CBr}_4$  ó tBM), hay una ligera disminución del tamaño de partícula (de 35.5 a 31.3 nm con  $\text{CBr}_4$ , y de 35.5 a 30.3 nm con tBM), mientras que cuando estos materiales son preparados por emulsión, al agregar mayor cantidad del agente de transferencia de cadena, el tamaño de partícula tiende a aumentar, aunque esta tendencia no es uniforme para todas las composiciones de los agentes de transferencia.

Tipo y concentración del agente de transferencia de cadena	Emulsión	Microemulsión
	$D_{p_z}$ (nm)	$D_{p_z}$ (nm)
0 % $\text{CBr}_4$	113.9	35.5
0.1 % $\text{CBr}_4$	91.9	36.9
0.2 % $\text{CBr}_4$	128.7	35.7
0.3 % $\text{CBr}_4$	122.7	34.6
0.4 % $\text{CBr}_4$	125.1	31.3
0 % tBM	113.9	35.5
0.1 % tBM	147.8	31.8
0.2 % tBM	112.5	30.6
0.3 % tBM	129.5	30.7
0.4 % tBM	131	30.3

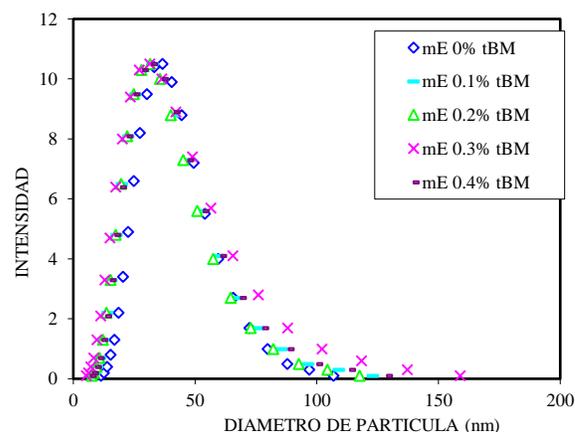
**Tabla 2** Diámetros de partícula obtenidos en la reacción de homopolimerización de metacrilato de butilo en emulsión y microemulsión, como función del tipo y concentración de los agentes de transferencia de cadena ( $\text{CBr}_4$  y tBM)

Con el interés de entender mejor el efecto de la concentración del agente de transferencia de cadena sobre el tamaño de partícula, se obtuvieron datos de QLS para elaborar las curvas de distribución de tamaño de partícula para cada composición. Estas curvas, que se muestran en los gráficos 1 a 5, incluyen también el efecto que sobre el tamaño de partícula tiene el agregar un agente neutralizante como lo es el bicarbonato de sodio (BCS). En todos los casos se aprecia que los látex tienen curvas de distribución anchas.

En los Gráficos 1 y 2, que se corresponden a la polimerización en microemulsión, se puede apreciar que conforme se agrega mayor cantidad del agente de transferencia, la curva de distribución se desplaza hacia valores menores del tamaño de partícula, pero éstas son más estrechas cuando se utiliza tetrabromuro de carbono (de 10 a 100 nm aproximadamente), y más amplias con terbutilmercaptano (de 5 a 140 nm aproximadamente), debido muy probablemente a la alta constante de transferencia.



**Gráfico 1** Efecto de la concentración del tetrabromuro de carbono sobre la distribución de los tamaños de partícula ( $D_{p_z}$ ) del BMA obtenido mediante polimerización en microemulsión



**Gráfico 2** Efecto de la concentración del terbutilmercaptano sobre la distribución de los tamaños de partícula ( $D_{p_z}$ ) del BMA obtenido mediante polimerización en microemulsión

### Temperatura de transición vítrea

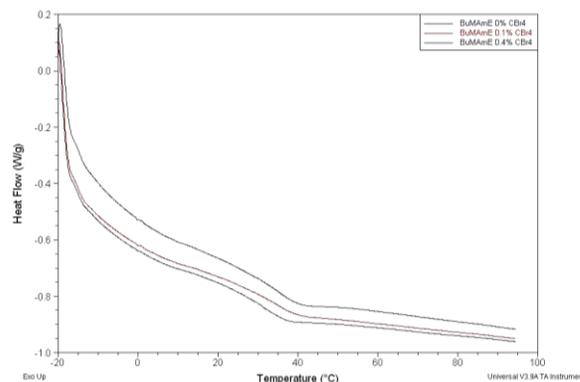
Para determinar las temperaturas de transición vítrea de los distintos homopolímeros preparados, se llevaron a cabo barridos de calorimetría diferencial de barrido.

Algunos de los termogramas obtenidos se muestran en los gráficos 3 y 4, mientras que en la Tabla 3 se reportan las temperaturas de transición vítrea de todos los materiales preparados.

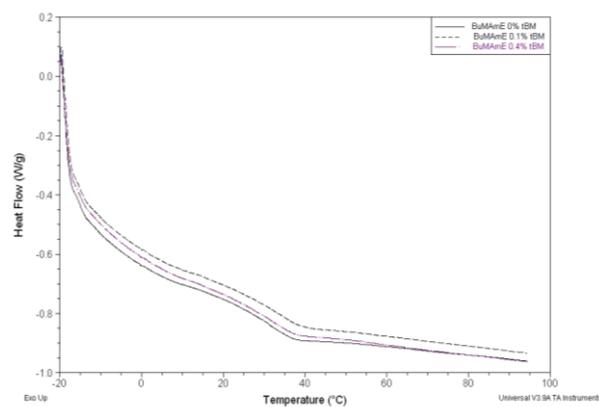
Los termogramas muestran un solo escalafón de la línea base, indicio de que los materiales preparados presentan una única Tg, lo que confirma la síntesis del homopolímero de poli (metacrilato de butilo), independientemente del método de polimerización, del tipo y concentración del agente de transferencia de cadena y del agente neutralizante que fue adicionado.

Por su parte, la Tabla 3 muestra que cuando se polimeriza por emulsión en presencia de  $\text{CBr}_4$ , las Tg's son menores que las obtenidas por microemulsión, mientras que cuando se utiliza tBM la tendencia es inversa, es decir, las Tg's son mayores en emulsión que en microemulsión.

También se puede apreciar que para un mismo agente de transferencia de cadena, el aumento en la concentración del mismo provoca ligeros incrementos de la Tg, independientemente del método de polimerización. Sin embargo, cuando se utiliza el agente neutralizante, este desplazamiento es mínimo.



**Gráfico 3** Termograma que muestra el efecto de la concentración de tetrabromuro de carbono sobre la temperatura de transición vítrea del homopolímero de BMA, obtenido mediante polimerización en microemulsión



**Gráfico 4** Termograma que muestra el efecto de la concentración de ter-butilmercaptano sobre la temperatura de transición vítrea del homopolímero de BMA, obtenido mediante polimerización en microemulsión

Concentración de agente de transferencia de cadena (BMA)	Microemulsión	Emulsión
	Tg (°C) Experimental	Tg (°C) Experimental
0% de CBr <sub>4</sub>	39.1	37.5
0.1% de CBr <sub>4</sub>	41.2	38.8
0.4% de CBr <sub>4</sub>	43.5	40.1
0% de tBM	39.1	37.5
0.1% de tBM	39.7	41.2
0.4% de tBM	40.4	42.6
0.1% de CBr <sub>4</sub> + BCS	39.7	37.5
0.4% de CBr <sub>4</sub> + BCS	40.8	41.5
0.1% de tBM + BCS	39.4	40.1
0.4% de tBM + BCS	40.6	40.8

**Tabla 3** Temperaturas de transición vítrea, para diferentes composiciones de ter-butilmercaptano y tetrabromuro de carbono, tanto en polimerización en emulsión como en microemulsión

### Espectroscopia de Infrarrojo

Con la intención de identificar la estructura del homopolímero sintetizado, se realizó un análisis por espectroscopia de infrarrojo. Como en todos los casos se sintetizó el mismo homopolímero, solo se reporta uno de los espectros obtenidos y que se corresponde al obtenido por polimerización en emulsión con 0.2% tBM.

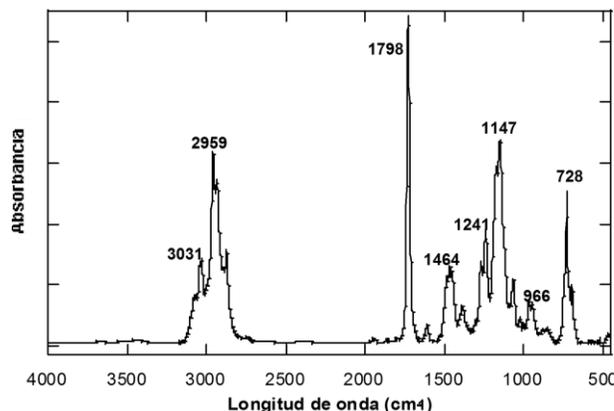
Así, el Gráfico 5 muestra la presencia de las bandas espectrales típicas de la estructura química del BMA. En este espectro se puede apreciar que en 2959 y 3031  $\text{cm}^{-1}$  aparece una banda intensa, asimétrica y simétrica respectivamente, del enlace C-H, la cual forma parte del grupo metilo.

En 1464  $\text{cm}^{-1}$  aparece una banda de intensidad media la cual es provocada por las vibraciones de deformación asimétrica y de flexión del enlace C-H. El pico que aparece en 728  $\text{cm}^{-1}$  se debe a movimientos de balanceo del enlace C-H, el cual forma parte de los grupos metilenos del esqueleto hidrocarbonado del PBMA.

Como lo han publicado Wiberley y Basset (1950), la vibración del grupo n-butilo unido al átomo de oxígeno (característico de la estructura del PBMA) provoca la banda que aparece en el intervalo de 728 a 714  $\text{cm}^{-1}$ , la cual es de intensidad variable.

La banda debida a la vibración de estiramiento del grupo carbonilo (el grupo más polar incluido en el grupo éster del PBMA), aparece en 1798  $\text{cm}^{-1}$ , y es de gran intensidad.

También intensas se resuelven las bandas de estiramiento antisimétrico y simétrico del grupo C-O-C que aparecen en 1147 y 1241  $\text{cm}^{-1}$ , respectivamente. De acuerdo a lo anterior, la forma de estos espectros confirma la síntesis del PBMA para todas las formulaciones aquí preparadas.



**Gráfico 5** Espectro infrarrojo que muestra las típicas bandas del homopolímero de BMA, obtenido mediante polimerización en emulsión

### Conclusiones

De acuerdo a los resultados obtenidos, se puede apreciar que sí se logró la síntesis del poli(metacrilato de butilo) tanto por emulsión como por microemulsión.

Además de que se pudo establecer el efecto del tipo de agente de transferencia de cadena y la concentración del mismo, sobre el peso molecular y las propiedades mecánicas. Por otra parte fue posible preparar películas delgadas a partir de la evaporación del látex.

En general se obtuvieron altas conversiones, las cuales fueron mayores cuando se polimeriza por microemulsión (>90%) que las obtenidas cuando se polimeriza por emulsión (<88%) para un mismo tiempo total de reacción, lo cual es característico de cada método de polimerización.

También se aprecia que en todos los casos los látex son polidispersos, lo cual es de esperarse por la variación en la concentración de los agentes de transferencia lo que provoca una la disminución de la longitud de cadena. Si consideramos que al polimerizar por microemulsión cada partícula tiene pocas cadenas de polímeros, al disminuir la longitud de la misma es de esperarse que disminuya el tamaño de partícula, ya que hay gran cantidad de micelas vacías hacia donde pueden migrar otras cadenas.

### Agradecimientos

PRODEP y CONACyT

### Referencias

Ahmad, H., and Tauer, K., *Colloid Polym. Sci.* 281, 686-689. (2003).

Beuermann, S., Buback, M., Davis, T. P., Gilbert, R. G., Hutchinson, R. A., Kajiwara,

A., Klumpermann, B., Rusell, G. T., *Macromolecules Chemical Physic.* 201, 1335-1364 (2000).

Bicerano, J., *Prediction of Polymer Properties.* third edition., Ed. Marcel Dekker, Inc. (2002).

Bourrel, M. and Schechter, R. S., *Microemulsions and Related Systems.* (Dekker, New York, Basel) (1988).

Cairncross, R. A., *Modelling Drying During Low-Speed coating of Porous and Continuous Films,* IS & TS 50<sup>th</sup> Annual Conference. 554-558 (1997).

Canpolat, M., Pekcan, Ö., *Photon diffusion and energy transfer process during chain interdiffusion in films formed from fluorescence labelled high-T latex particles,* *J. Appl. Polym. Sci.* 38 (11), 2595-2602 (1997).

Canpolat, M., Pekcan, Ö., *Photon diffusion study in films formed from high-T latex particles,* *Polymer.* 36 (23), 4433-4438 (1995).

Canpolat, M., Pekcan, Ö., *The effect of solid content on latex coalescence and film formation: Steady-state energy transfer study with fluorescent labelled polymers,* *J. Appl. Polym. Sci.* 59 (11), 1699-1707 (1996).

Cansell, F., Henry, F., Pichot, C., *Study of polymer latex by dielectric measurements in the microwave domain: influence of latex characteristics,* *J. Appl. Polym. Sci.* 41, 547-563 (1990).

Carver, M. T., Hirsch, E., Witmann, J. C., Fitch, R. M. and Candau, F., *J. Phys. Chem.* 93, 4867 (1989).

Chevalier, Y., Pichot, C., Graillant, C. et al., *Film formation with latex particles,* *J. Colloid Polym. Sci.* 270 (8), 806-821 (1992).

Eckersley, S. T., Rudin, A., Film formation of acrylic copolymer latexes: A model of stage II film formation, chap. 1 in: Provder, Winnik and Urban (Eds.) ACS (Division of Polymeric Materials, Science and Engineering), International symposium Series No. 648, Film formation in Waterbone Coatings. 359-402 (1996).

Flory, P. J., Principles of Polymer Chemistry. Cornell Univ. Press. (1953).

Odian, G., Principles of Polymerization. Fourth edition., Ed. John Wiley and Sons, Inc. (2002).

Okubo, M., Miya, T., Minami, H. and Takekoh, R., Journal of Applied Polymer Science. Vol. 83, 2013-2021 (2002).

Paleos, C. M. and Malliaris, A., Journal of Macromolecules Science. Review. Macromolecules Chemistry Physics. C28 (3&4), 403 (1988).

Pan, S. X., Davis, H. T., Scriven, L. E., Substrate effects on binder migration in drying porous coatings, Coatings Conference Proceedings. TAPPI Press, Atlanta, Georgia, 115-133 (1996).

Patterson, G. D., Jue, P. K., Ramsay, D. J., Stevens, J. R., Journal Polymer Science. Part B: Polym. Phys. 32, 1137 (1994).