

HIDROFIL HÉJ KIALAKÍTÁSA POLI(N-IZOPROPIL-AKRILAMID) MIKROGÉL RÉSZECSKÉKEN

Róth Csaba

Témavezető: *Dr. Varga Imre*

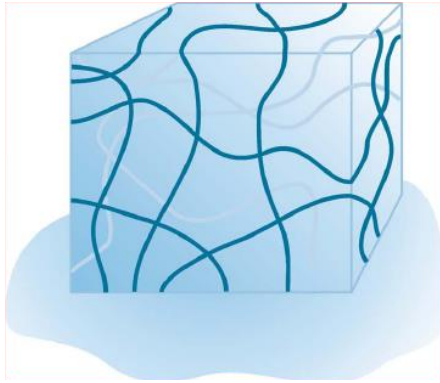


Eötvös Loránd Tudományegyetem, Budapest
Természettudományi Kar
Kémiai Intézet

2015. december 12.

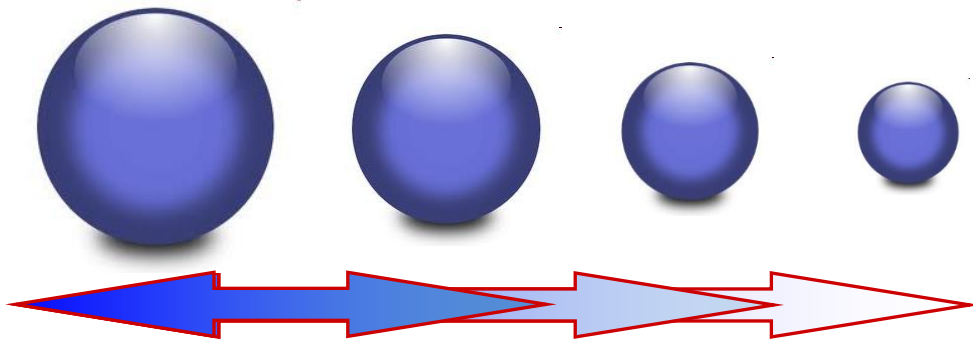
Irodalmi áttekintés

Polimer gélek

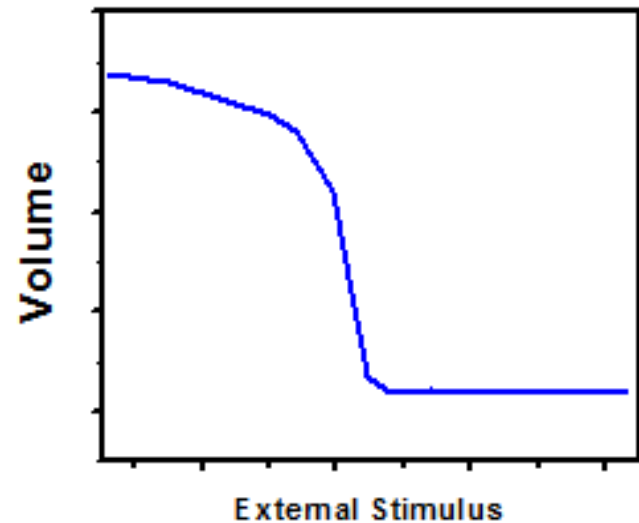


A polimer gélek oldószerben
duzzadt polimer térhálók

Intelligens hidrogélek



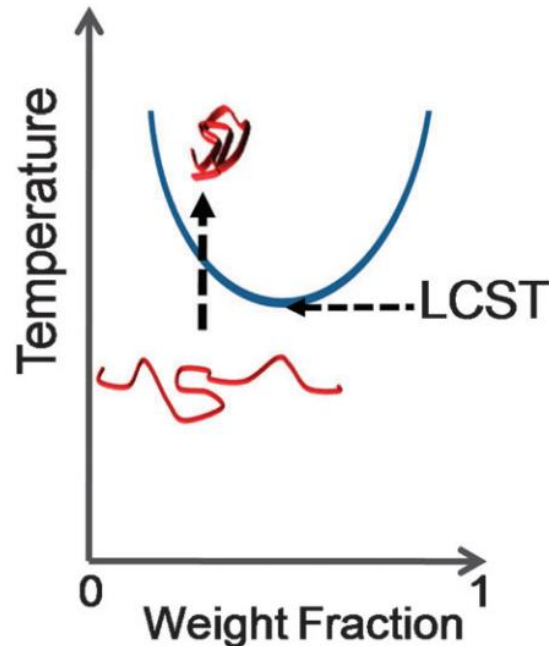
"Inger": környezeti paraméterek változása



Irodalmi áttekintés

Poli(*N*-izopropil-akrilamid) alapú hidrogélek

- A p(NIPAm) polimer alsó kritikus szételegyedési hőmérséklettel (*Lower Critical Solution Temperature*, LCST) rendelkezik ¹
- LCST értéke 32 °C körül van

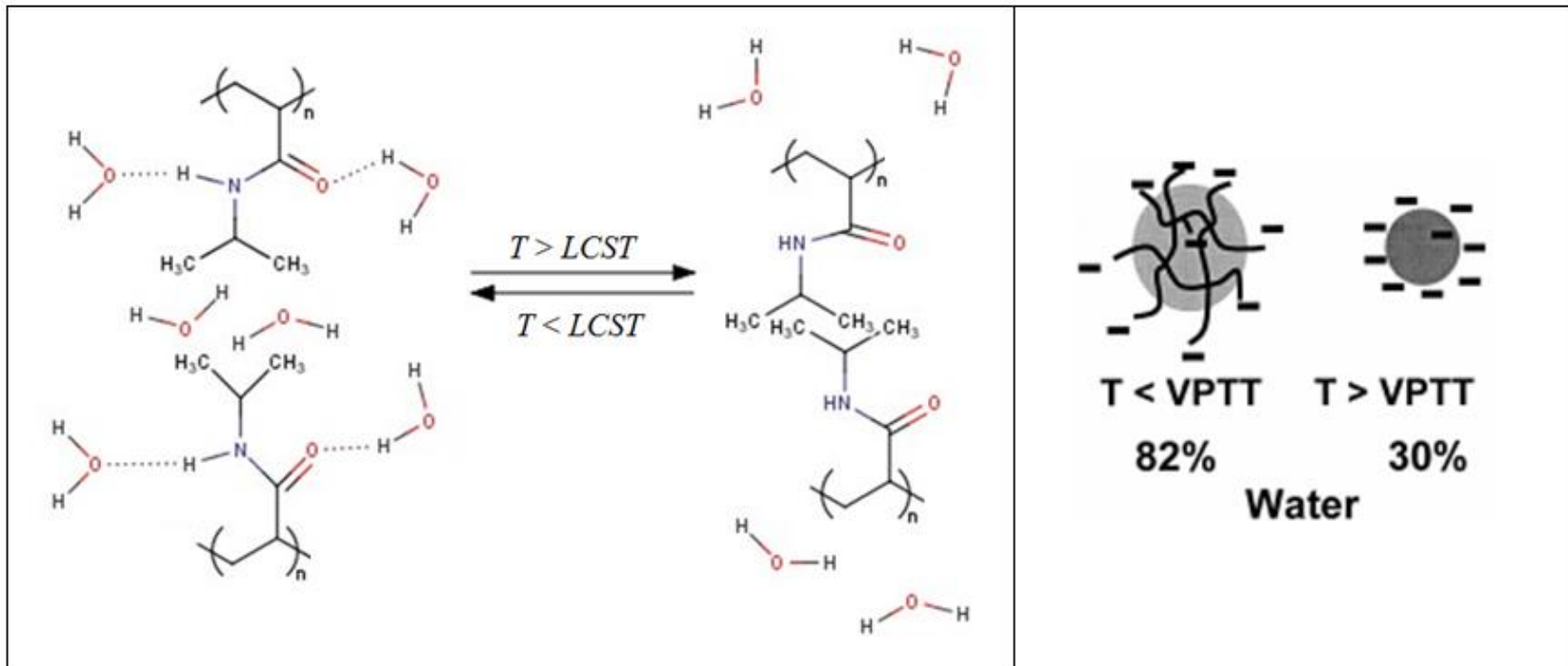


¹ Gibson, M.I. and R.K. O'Reilly: *To aggregate, or not to aggregate? considerations in the design and application of polymeric thermally-responsive nanoparticles*. Chemical Society Reviews, **2013**. 42, 17, 7204-7213.

Irodalmi áttekintés

Poli(N-izopropil-akrilamid) alapú hidrogélek

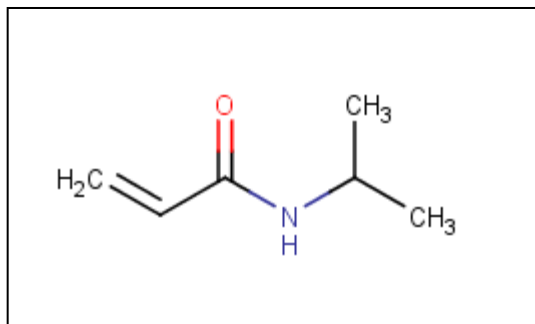
- A p(NIPAm) polimerből előállított kovalens kötéssel összetartott gélek esetében 32 °C-on térfogati fázisátalakulás játszódik le (*Volume Phase Transition Temperature, VPTT*)



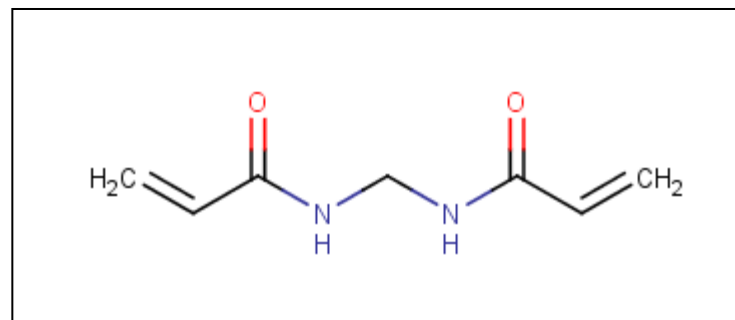
Irodalmi áttekintés

Poli(N-izopropil-akrilamid) mikrogélek szintézise

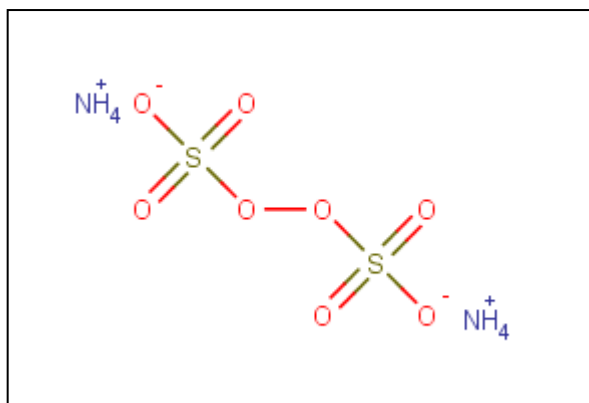
- Felhasznált anyagok:



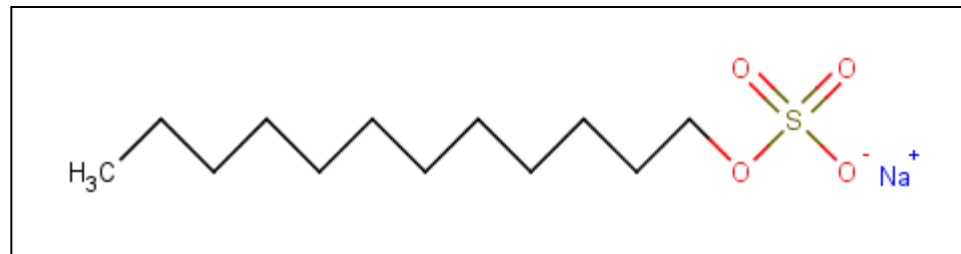
N-izopropil-akrilamid (NIPAm)



N,N'-metilén-biszakrilamid (BIS)



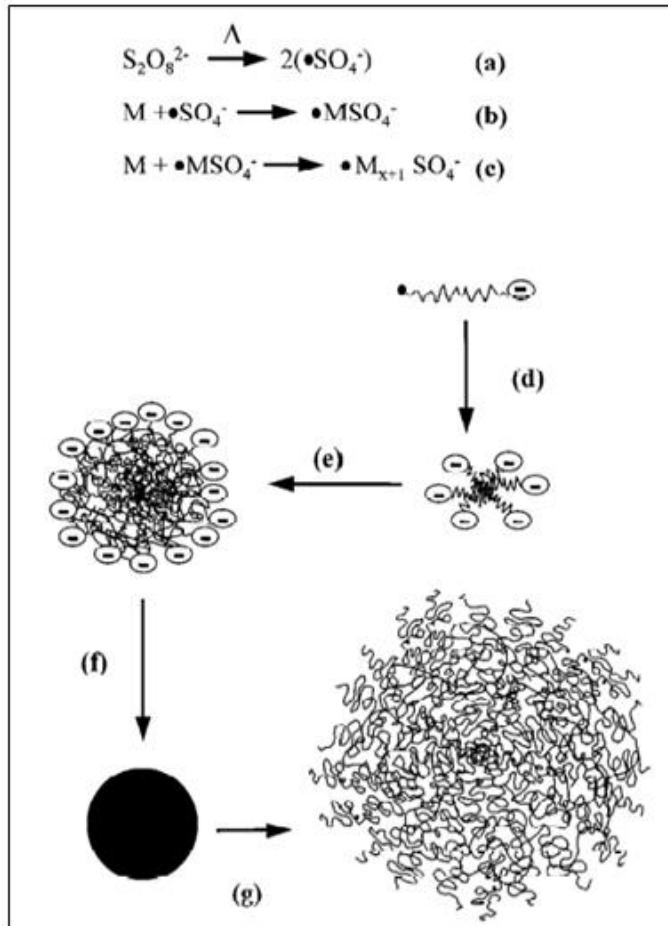
Ammónium-perszulfát (APS)



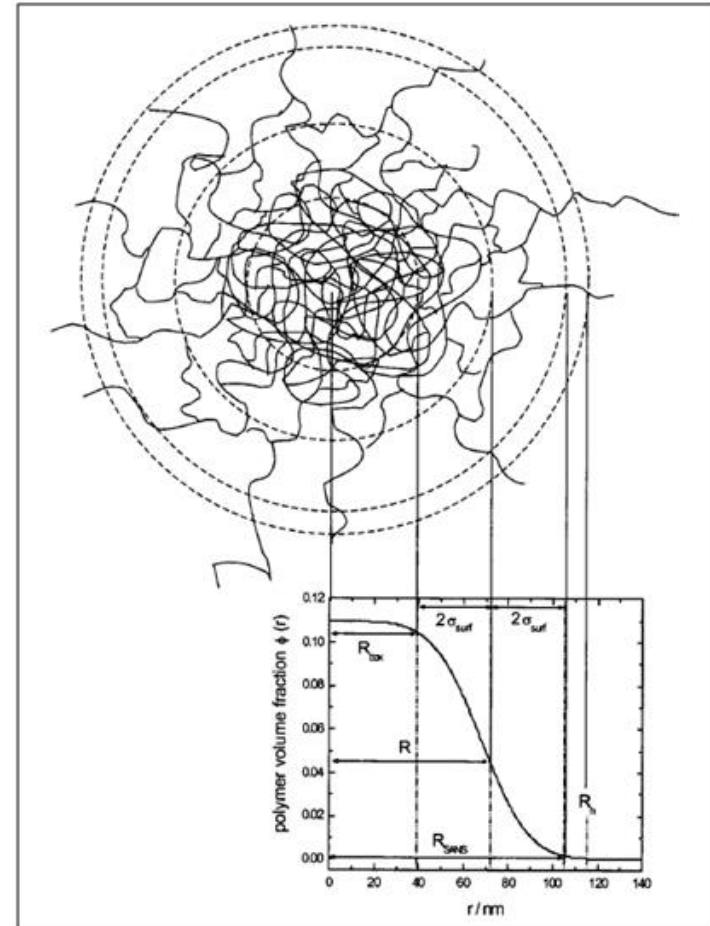
Nátrium-dodecilszulfát (NaDS vagy SDS)

Irodalmi áttekintés

- Klasszikus szintézis: precipitációs polimerizáció ²



Mikrogél keletkezésének folyamata



A p(NIPAm) mikrogél mag-héj szerkezete ³

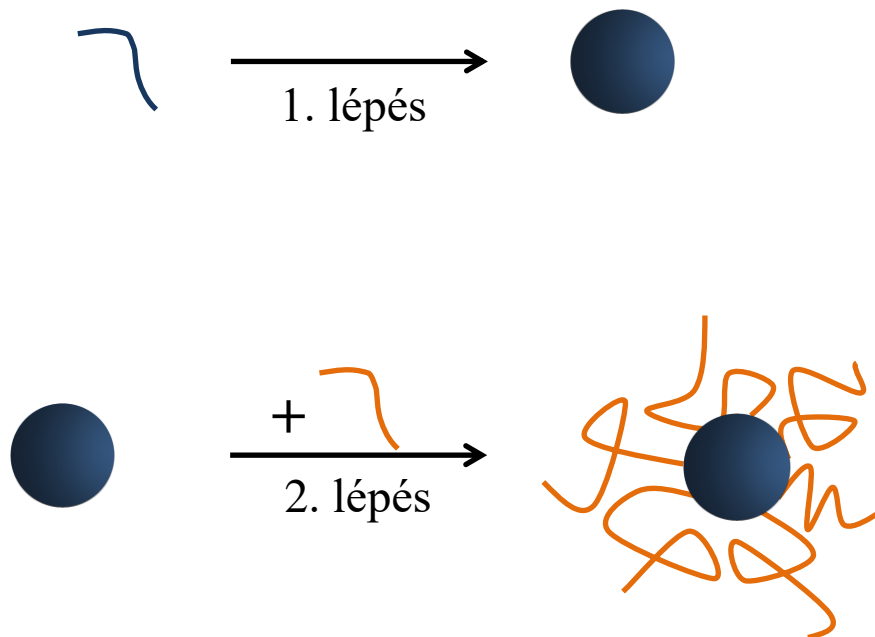
² Pelton R. H., Chibante P.; *Colloid and Surfaces*, **1986**, 20, 247-256.

³ Varga I., Gilányi T., Mészáros R., Filipcsei G., Zrínyi M.; *J. Phys. Chem. B*, **2001**, 105, 38, 9071-9076

Irodalmi áttekintés

Mag-héj szerkezetű p(NIPAm) alapú mikrogél részecskék szintézise

- Kétlépéses szintézis⁴ :

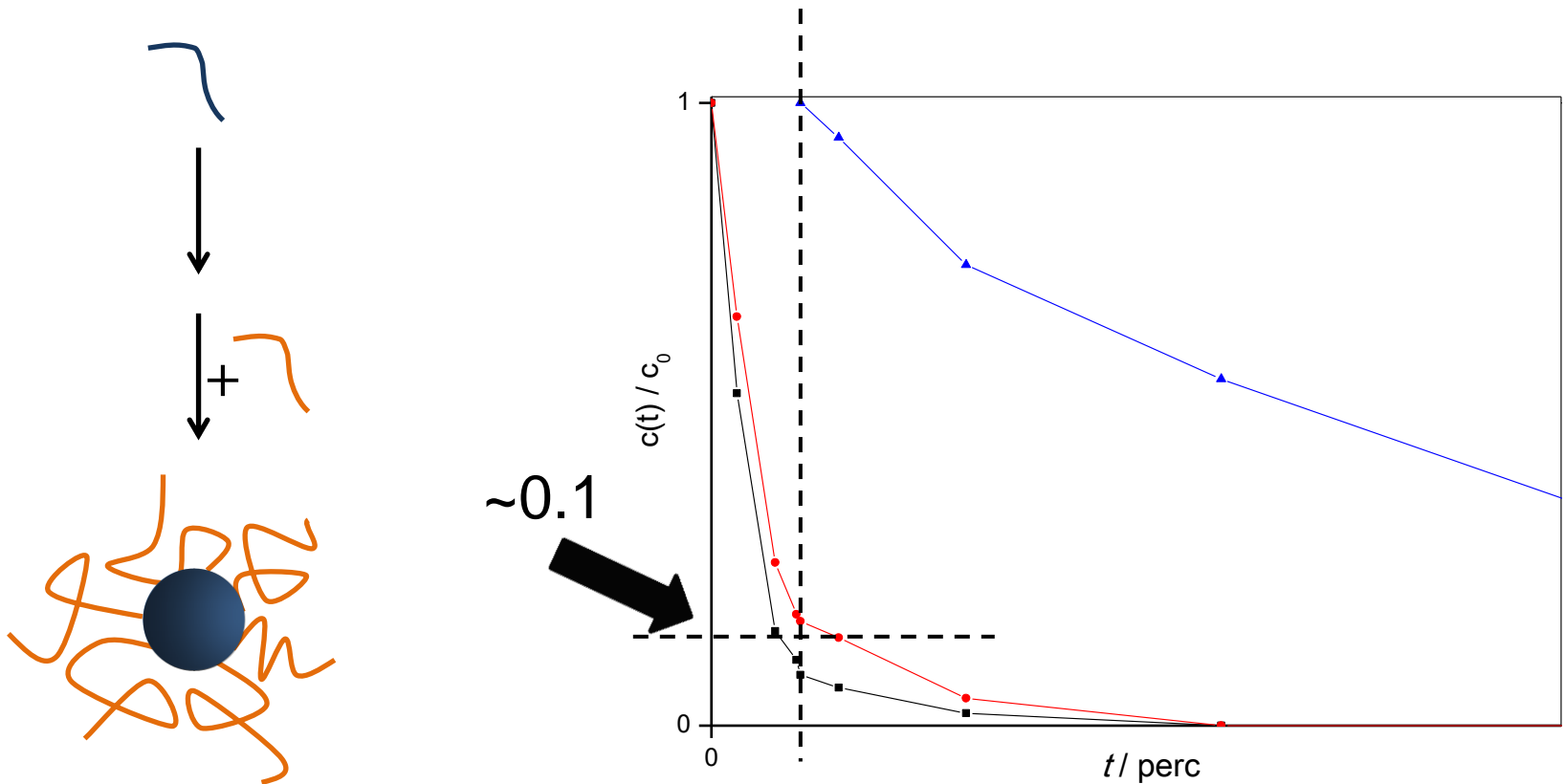


⁴Jones C. D., Lyon L. A.; *Macromolecules*, **2000**, 33, 8301-8306.

Irodalmi áttekintés

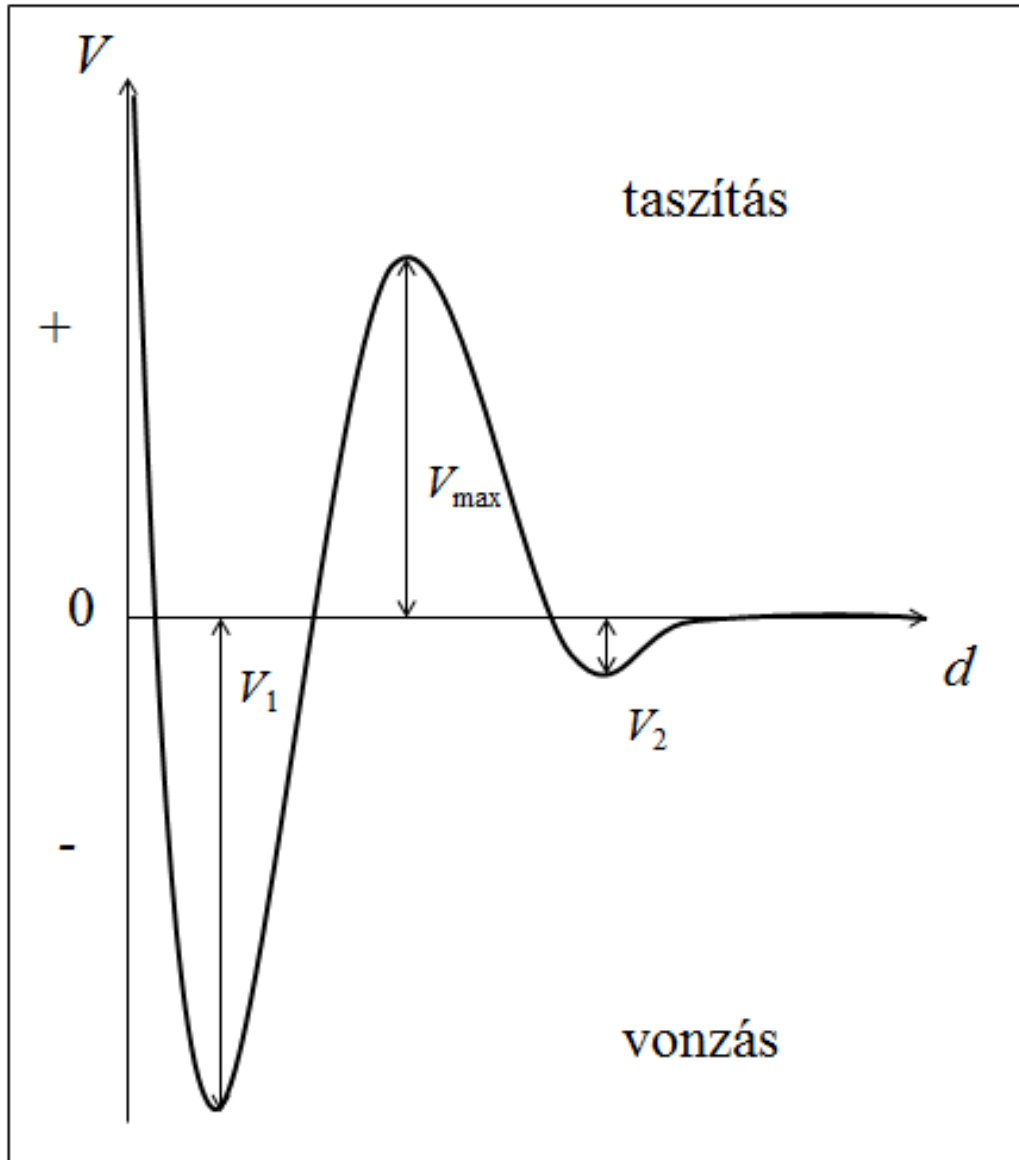
Mag-héj szerkezetű p(NIPAm) alapú mikrogél részecskék szintézise

- Egylépéses szintézis⁵ :



⁵ Kardos A.; *Mag-héj szerkezetű intelligens gélek előállítása: p(NIPAm)-héj-p(AAc) egylépéses szintézise*, 2012

Célkitűzés



Az eredő kölcsönhatási potenciál:

$$V = V_{\text{Born}} + V_{\text{A}} + V_{\text{el}} + V_{\text{sz}} + \dots$$

Cél: p(NIPAm)-héj-p(VA)

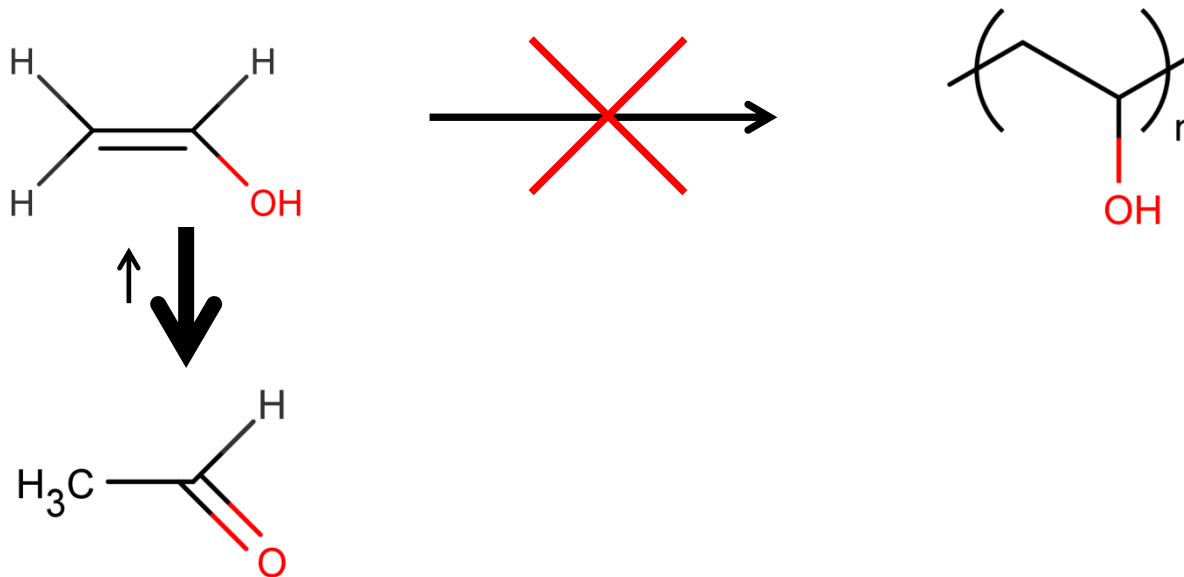
szterikusan stabilizált,

mag-héj szerkezetű

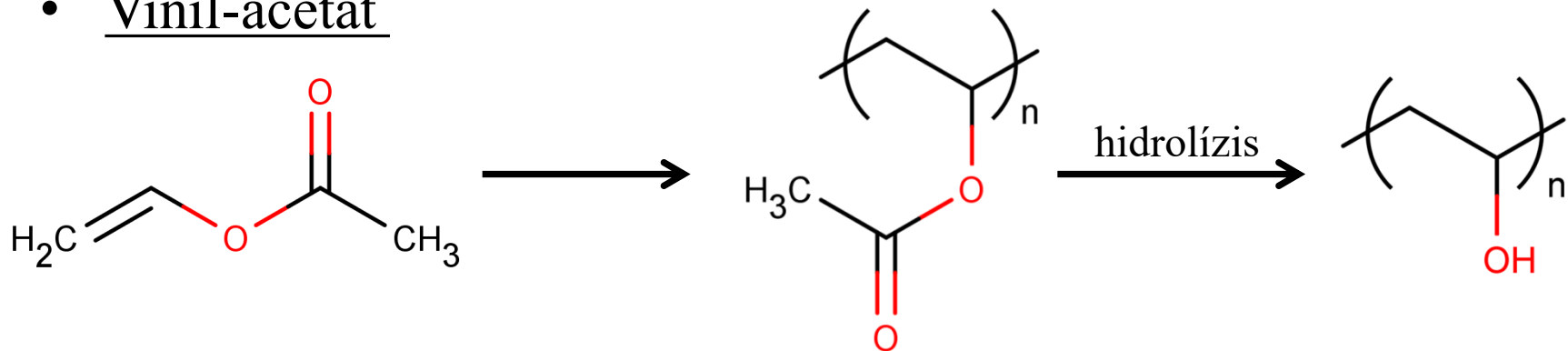
mikrogél előállítás

Célkitűzés

- Vinil-alkohol

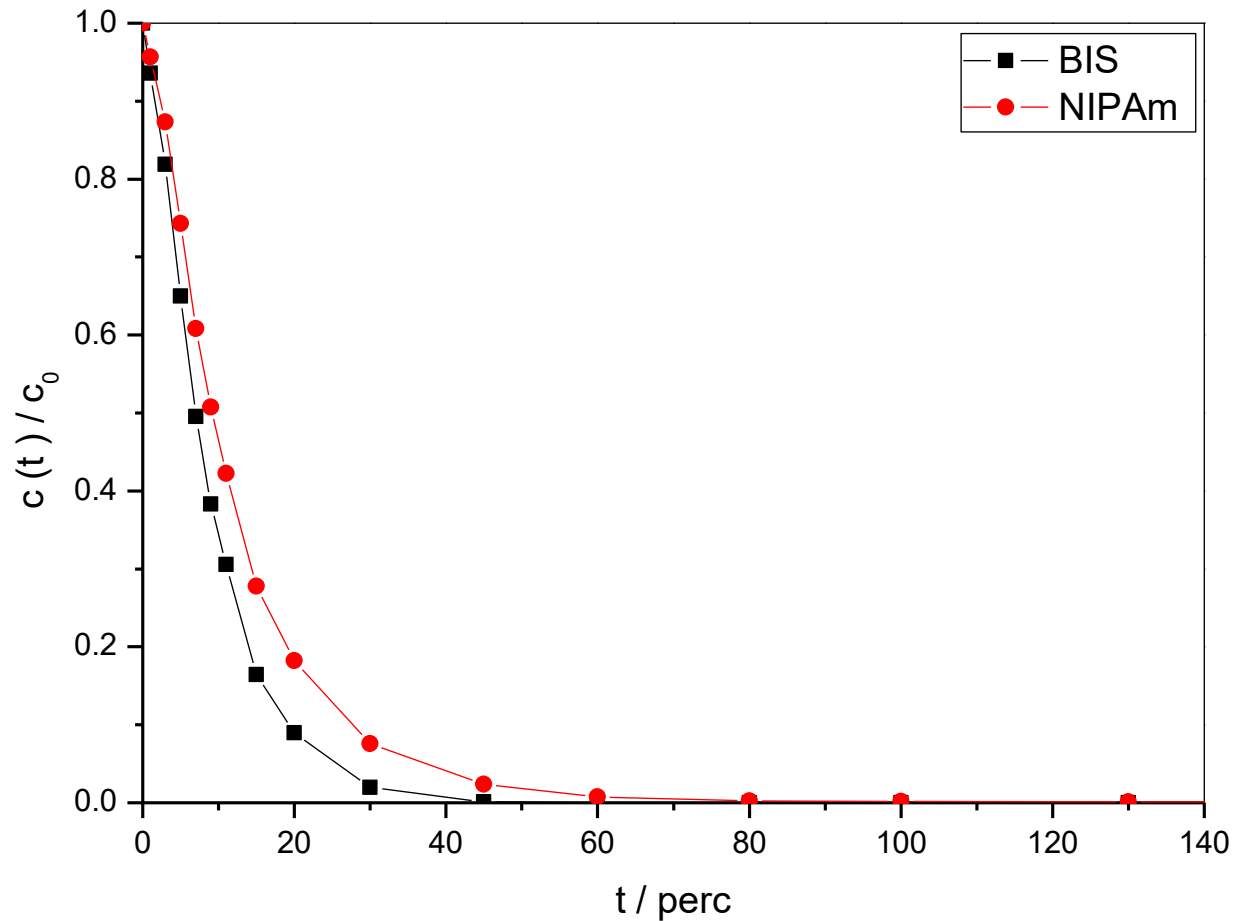


- Vinil-acetát



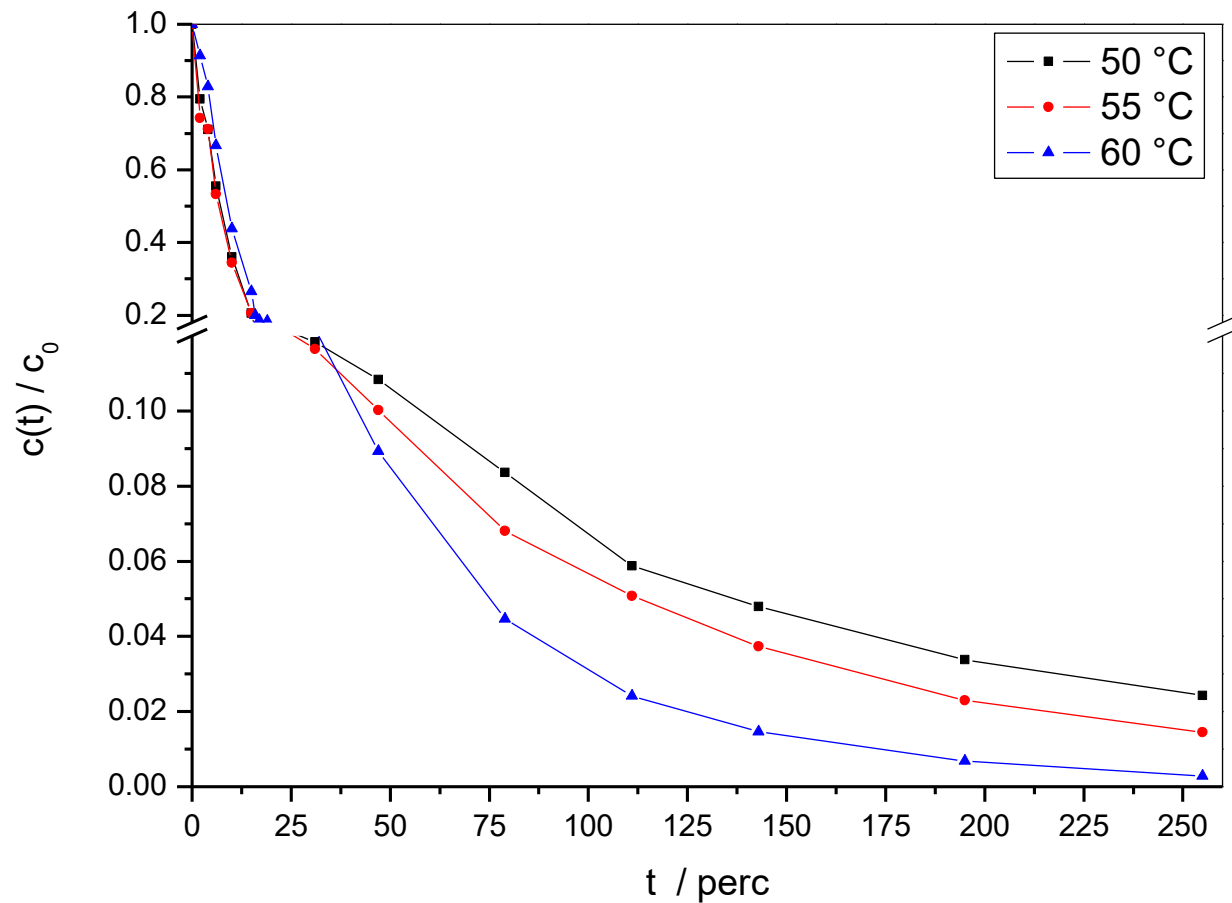
Klasszikus p(NIPAm) szintézis

- $T = 80\text{ }^{\circ}\text{C}$

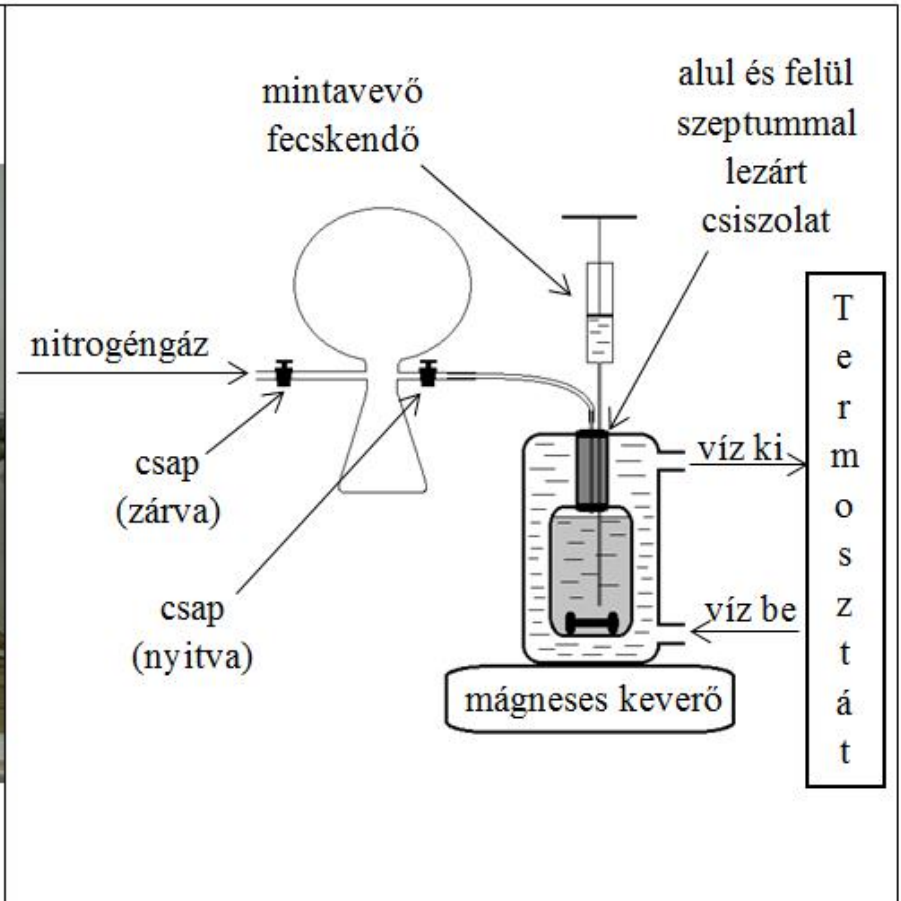
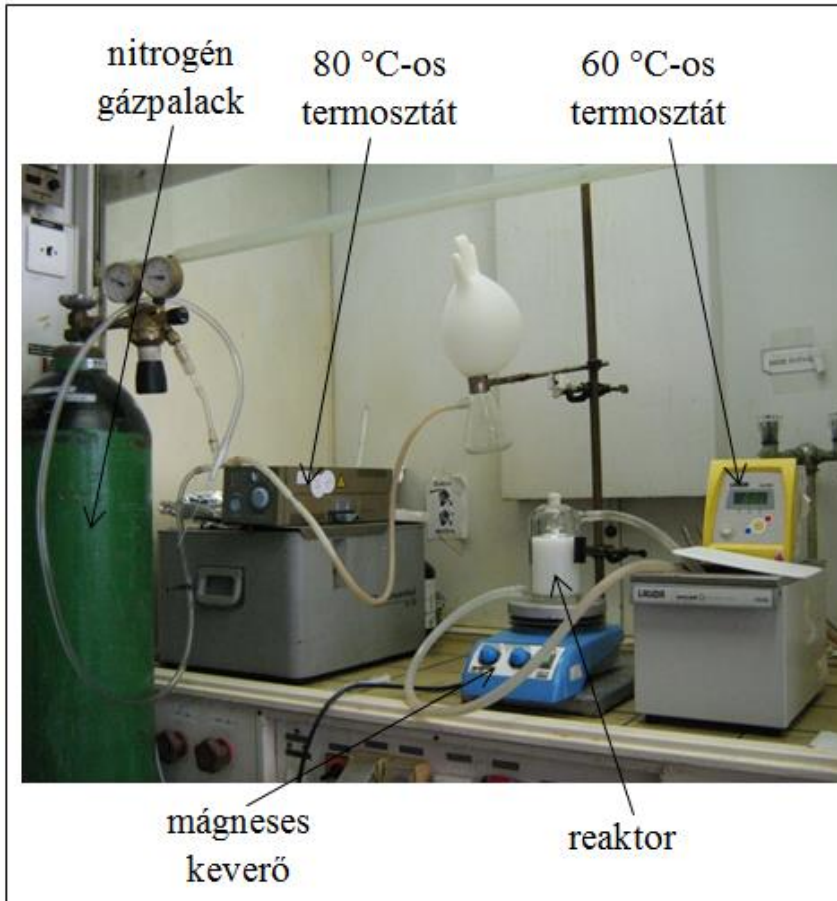


Klasszikus p(NIPAm) szintézis

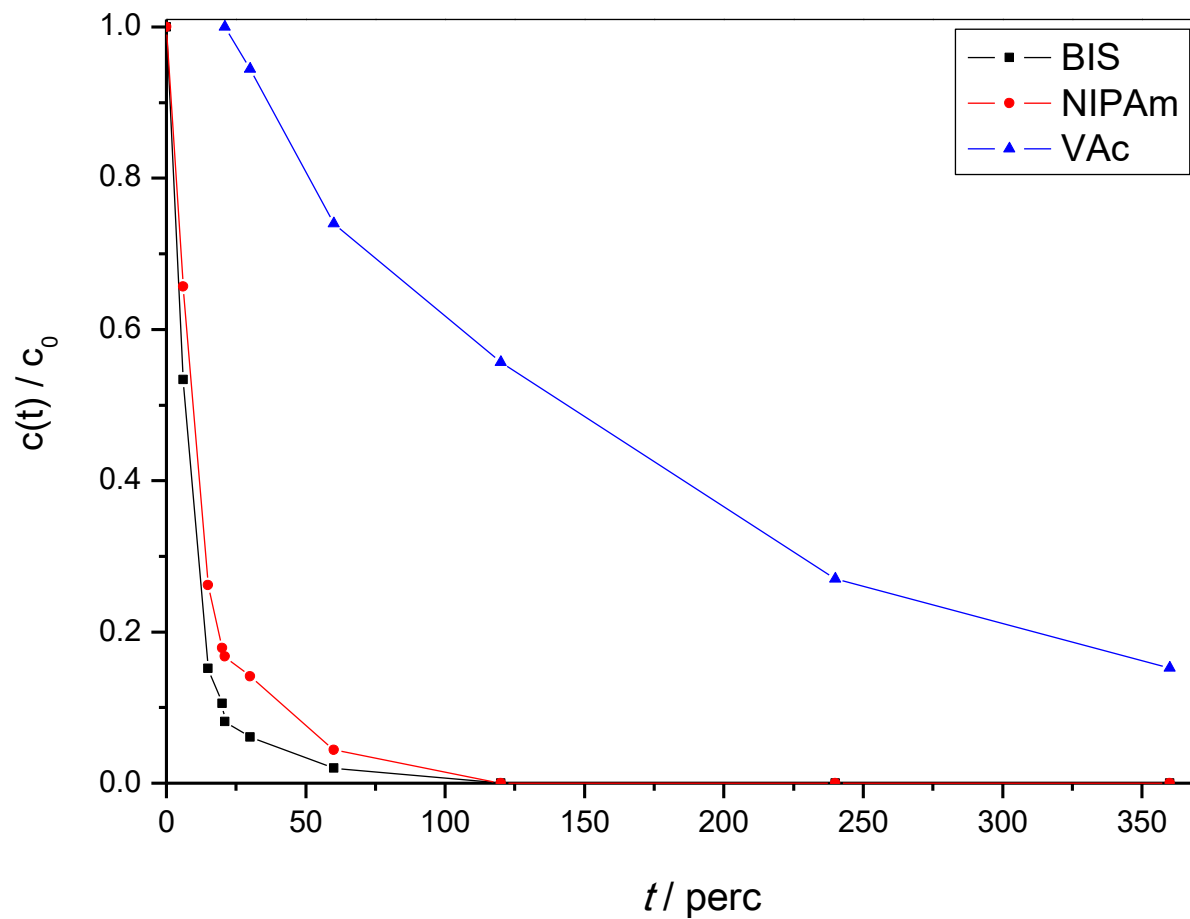
- $T = 80\text{ }^{\circ}\text{C}$ $\xrightarrow{15.\text{ perc}}$ 50, 55 illetve 60 $^{\circ}\text{C}$



Reaktor tervezése

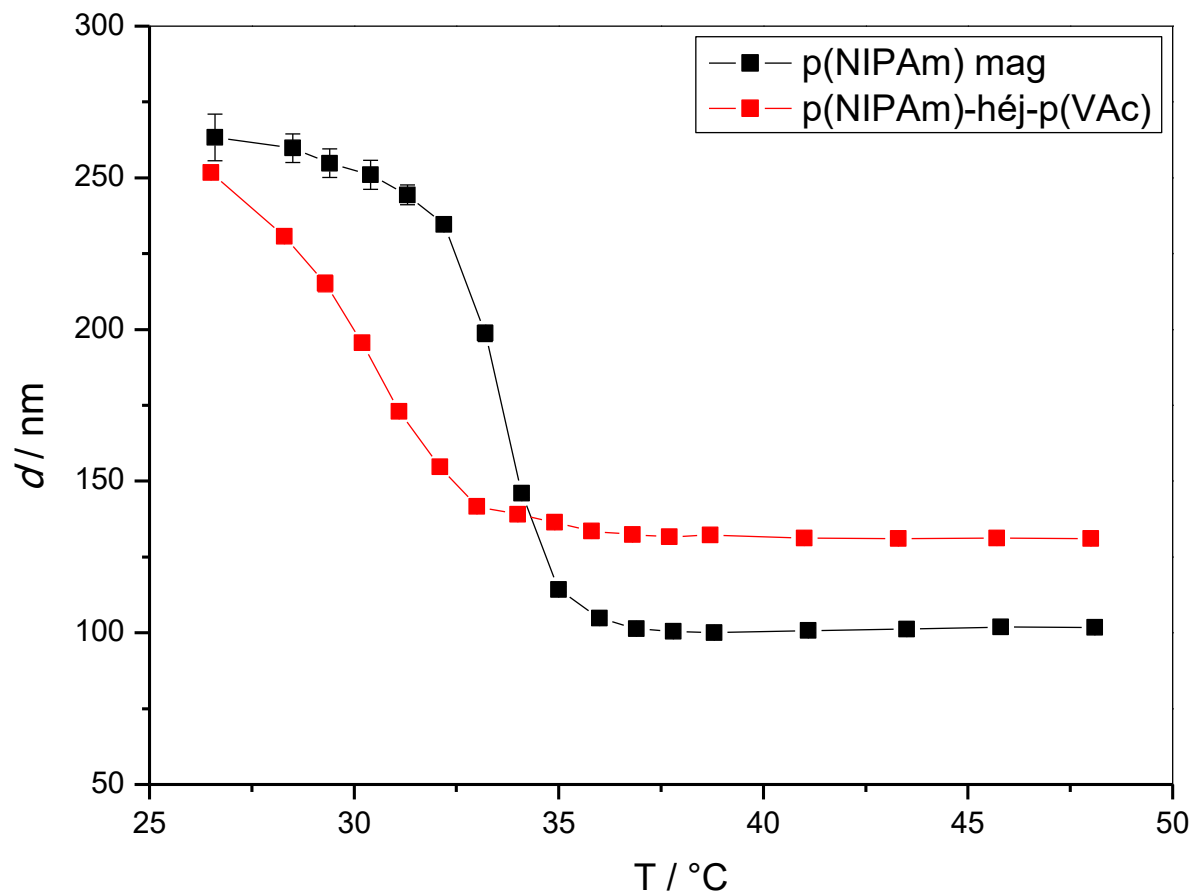


p(NIPAm)-héj-p(VAc) mikrogél részecskék előállítása



Az előállított p(NIPAm)-héj-p(VAc) mikrogél részecskék vizsgálata

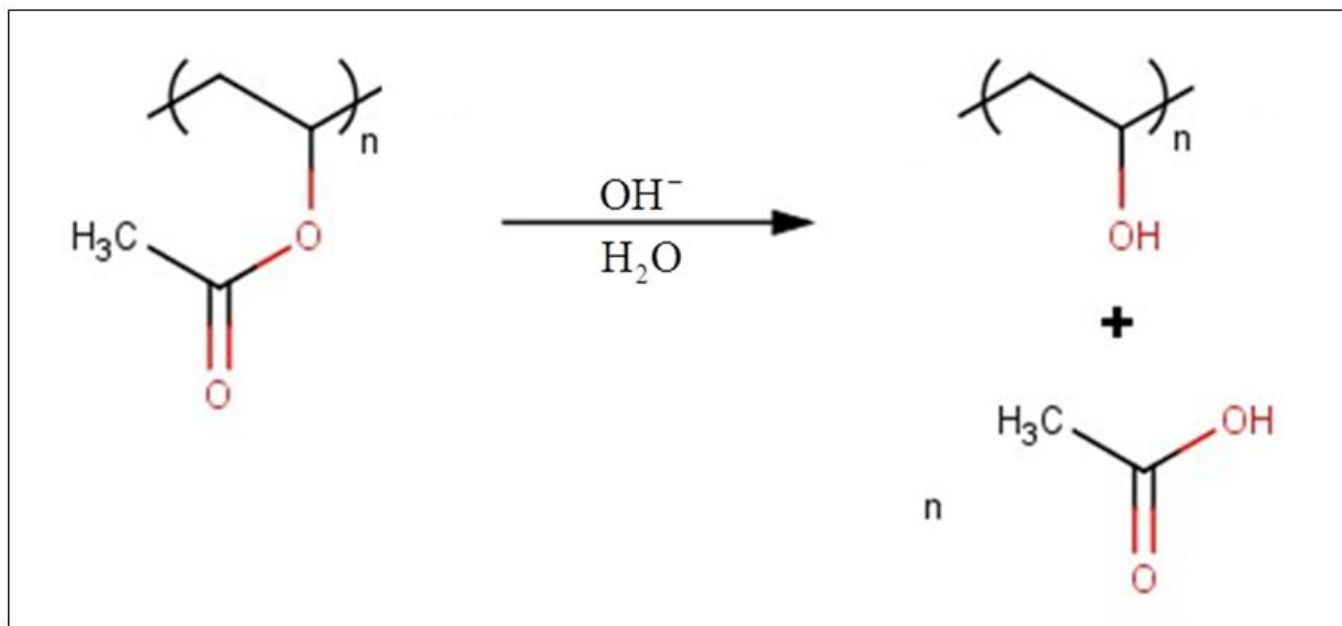
Dinamikus fényszóródás mérő berendezéssel:



p(VA) héj előállítása

p(VAc) lúgos hidrolízisével⁴:

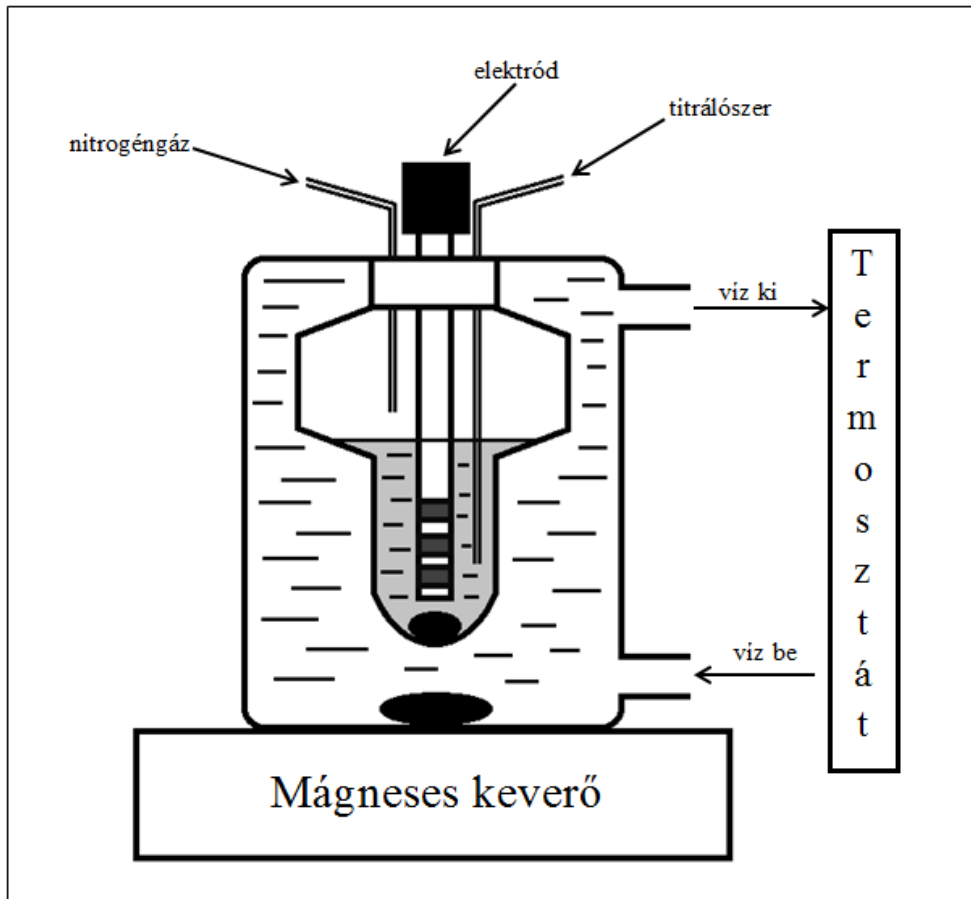
- 30 °C
- pH=12
- 17,5 óra



⁴Hoare T., Pelton R.; *Langmuir*, **2004**, *20*, 2123-2133.

p(NIPAm)-héj-p(VAc) lúgos hidrolízisének vizsgálata

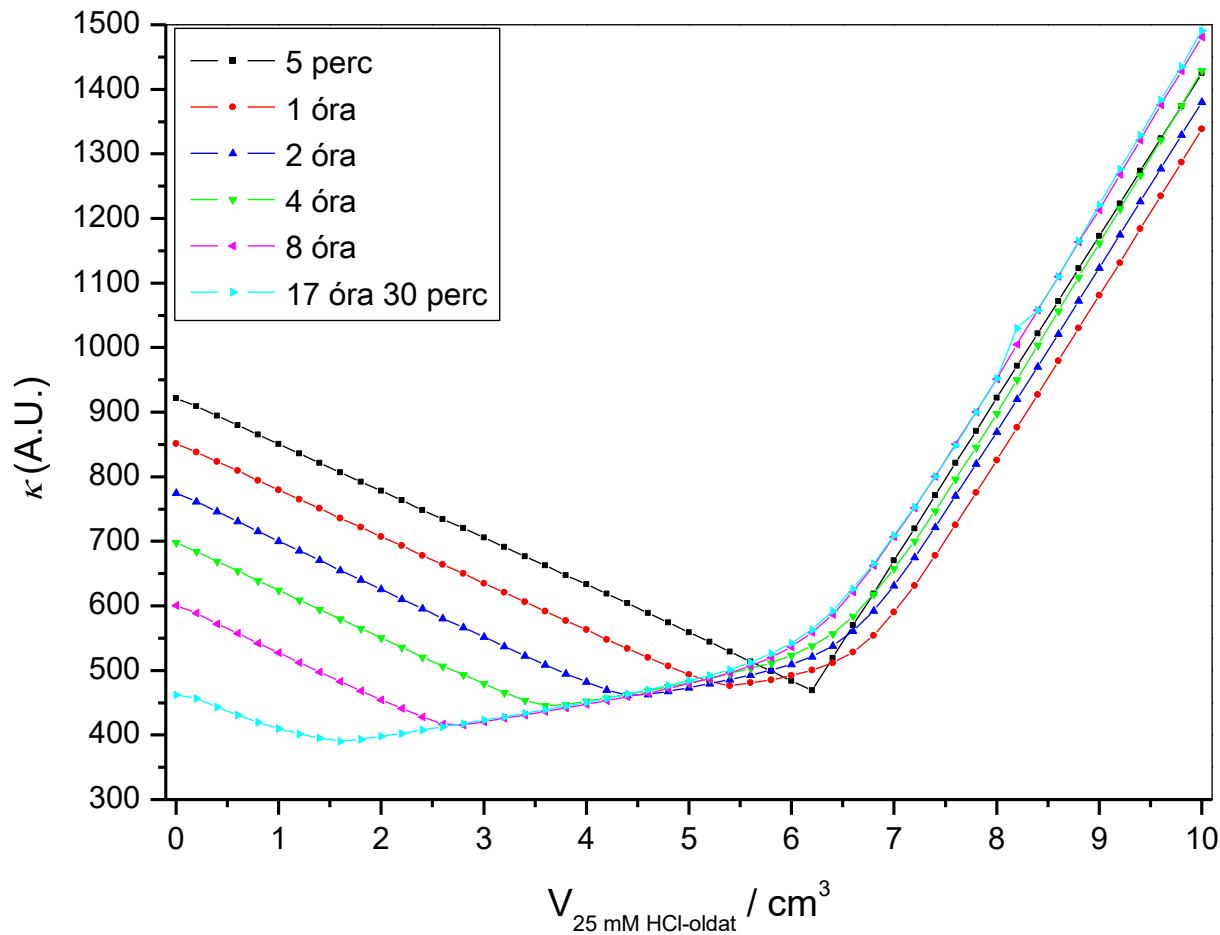
Konduktometriás titrálással



- 25.0 °C
- 25 mM sósav
- nitrogén gázt bevezetve (CO₂ távoltartása miatt)

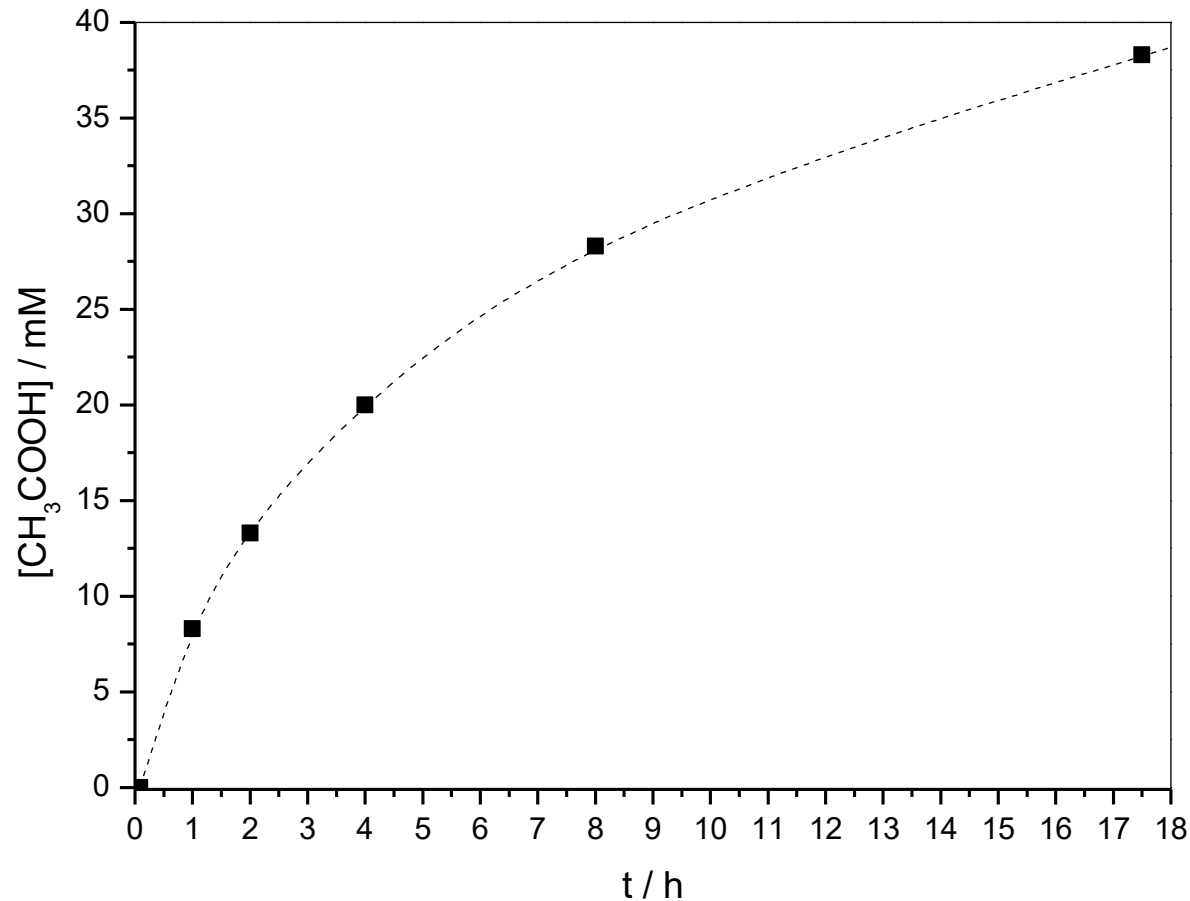
p(NIPAm)-héj-p(VAc) lúgos hidrolízisének vizsgálata

A mért titrálási görbék



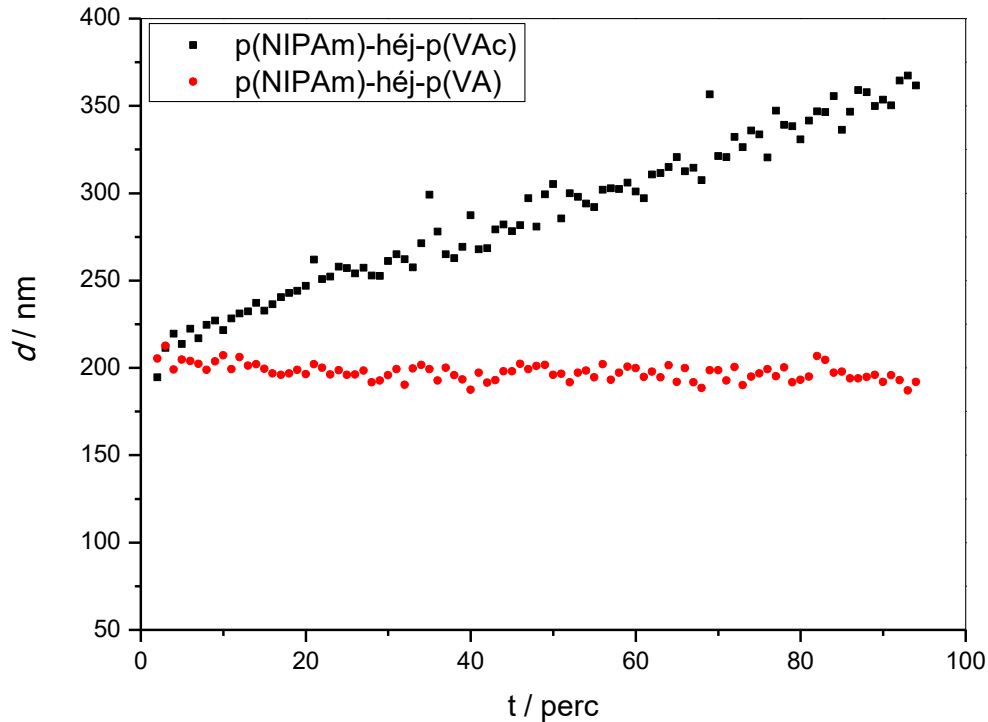
p(NIPAm)-héj-p(VAc) lúgos hidrolízisének vizsgálata

Az ecetsav koncentrációjának időbeli változása a hidrolízis során:

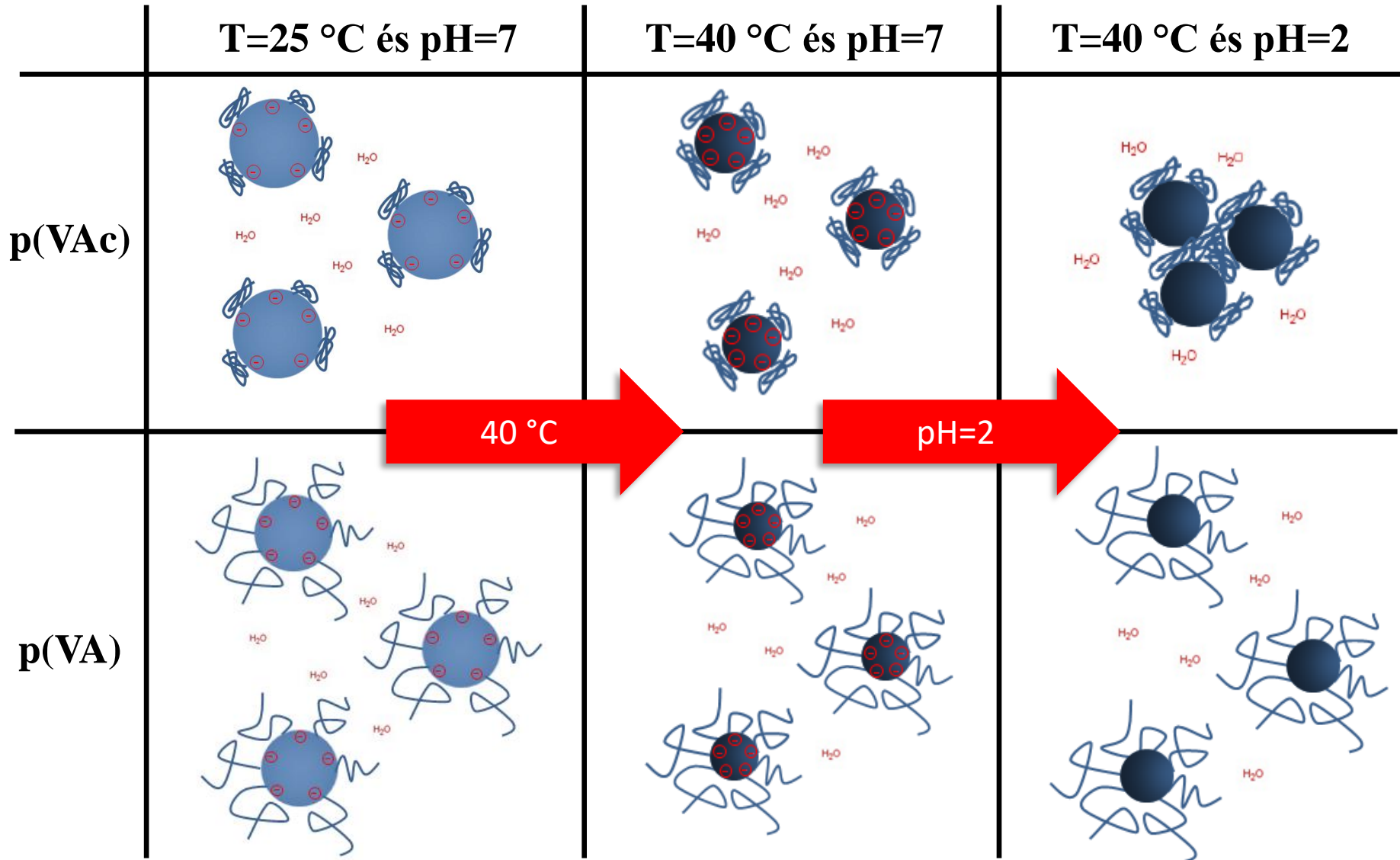


Az előállított p(NIPAm)-héj-p(VA) mikrogél részecskék vizsgálata

- p(NIPAm)-héj-p(VAc) és a p(NIPAm)-héj-p(VA) részecskék mérete az idő függvényében ($T = 40\text{ °C}$ és $\text{pH}=2$)

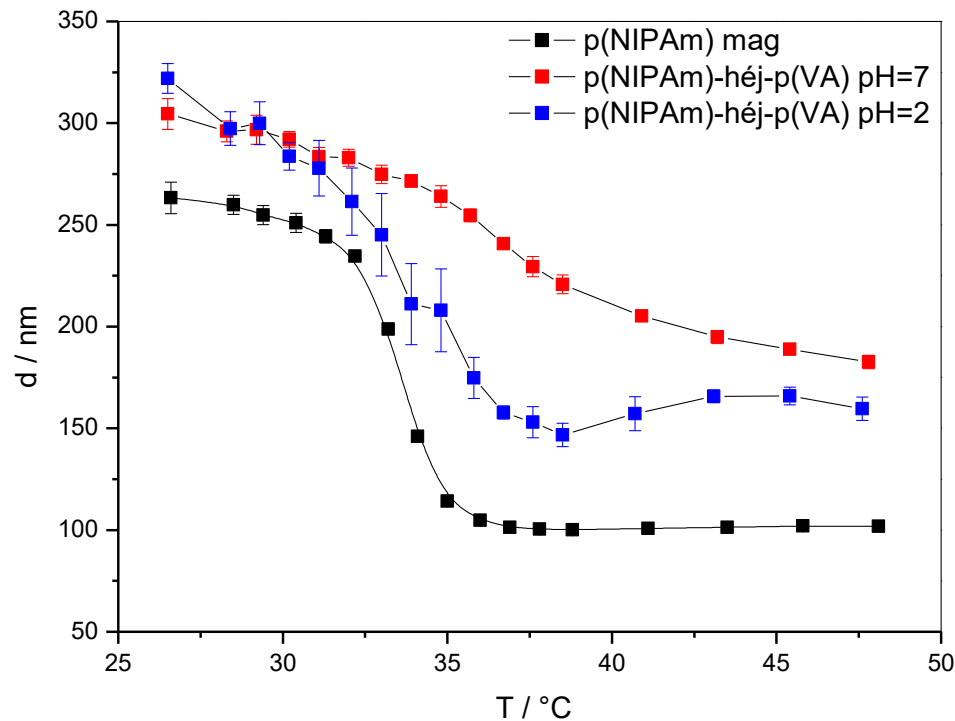


Az előállított p(NIPAm)-héj-p(VA) mikrogél részecskék vizsgálata



Az előállított p(NIPAm)-héj-p(VA) mikrogél részecskék vizsgálata

- p(NIPAm)-héj-p(VA) mikrogél részecskék méretének hőmérsékletfüggése különböző pH értékeken



Összefoglalás, további célok

- Sikeresen előállítottam p(NIPAm)-héj-p(VAc) mikrogél részecskéket egylépéses szintézissel
- A p(VAc) héj lúgos hidrolízisével sikeresen előállítottam a sztérikusan stabilizált p(NIPAm)-héj-p(VA) mikrogél részecskéket
- A p(VA) hidroxilcsoportjainak funkcionálizálása széleskörű felhasználást tesz lehetővé

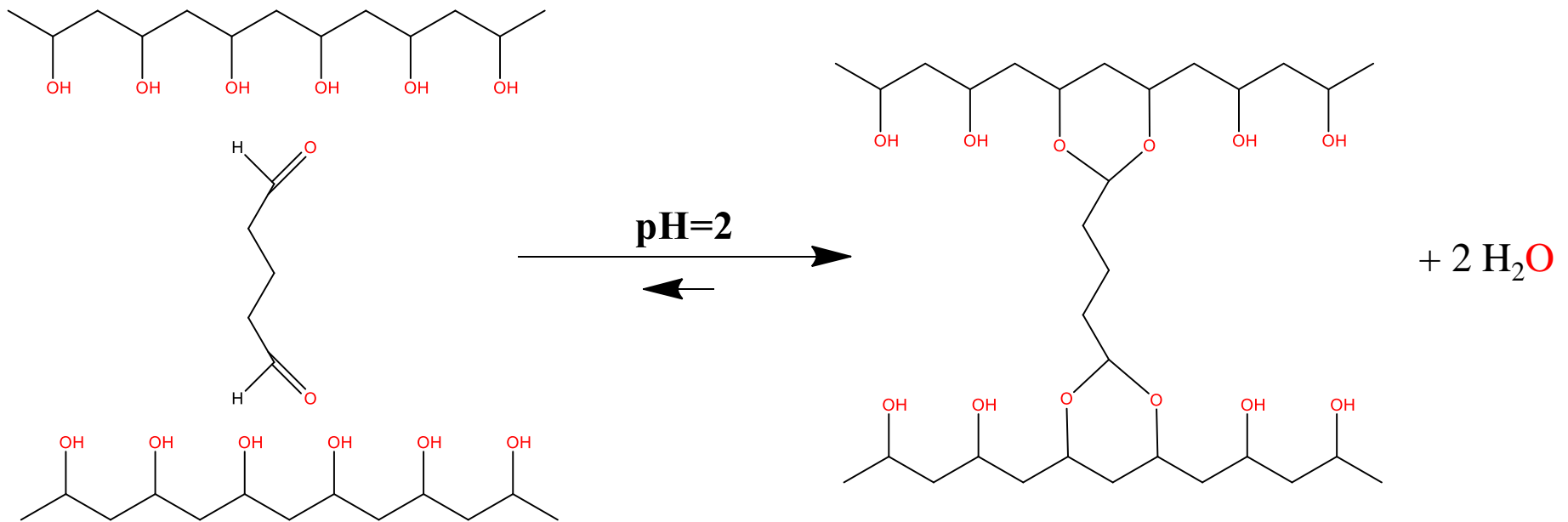
Köszönetnyilvánítás

- **Dr. Varga Imre**, egyetemi docens, témavezető
- **Kardos Attila**, PhD hallgató
- **Sebestény Kriszta**, technikus

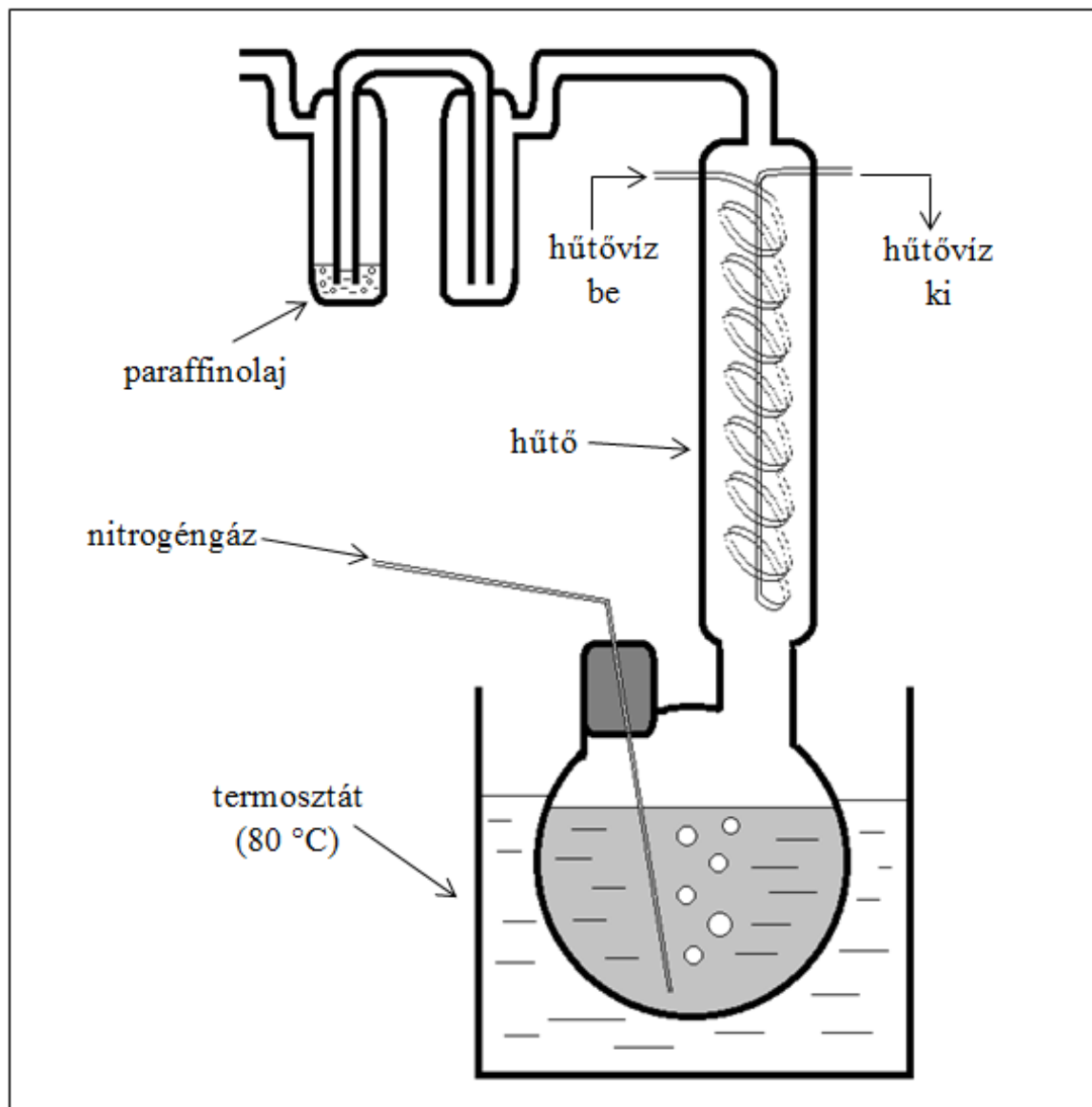
Köszönöm a figyelmet!

Felhasználás

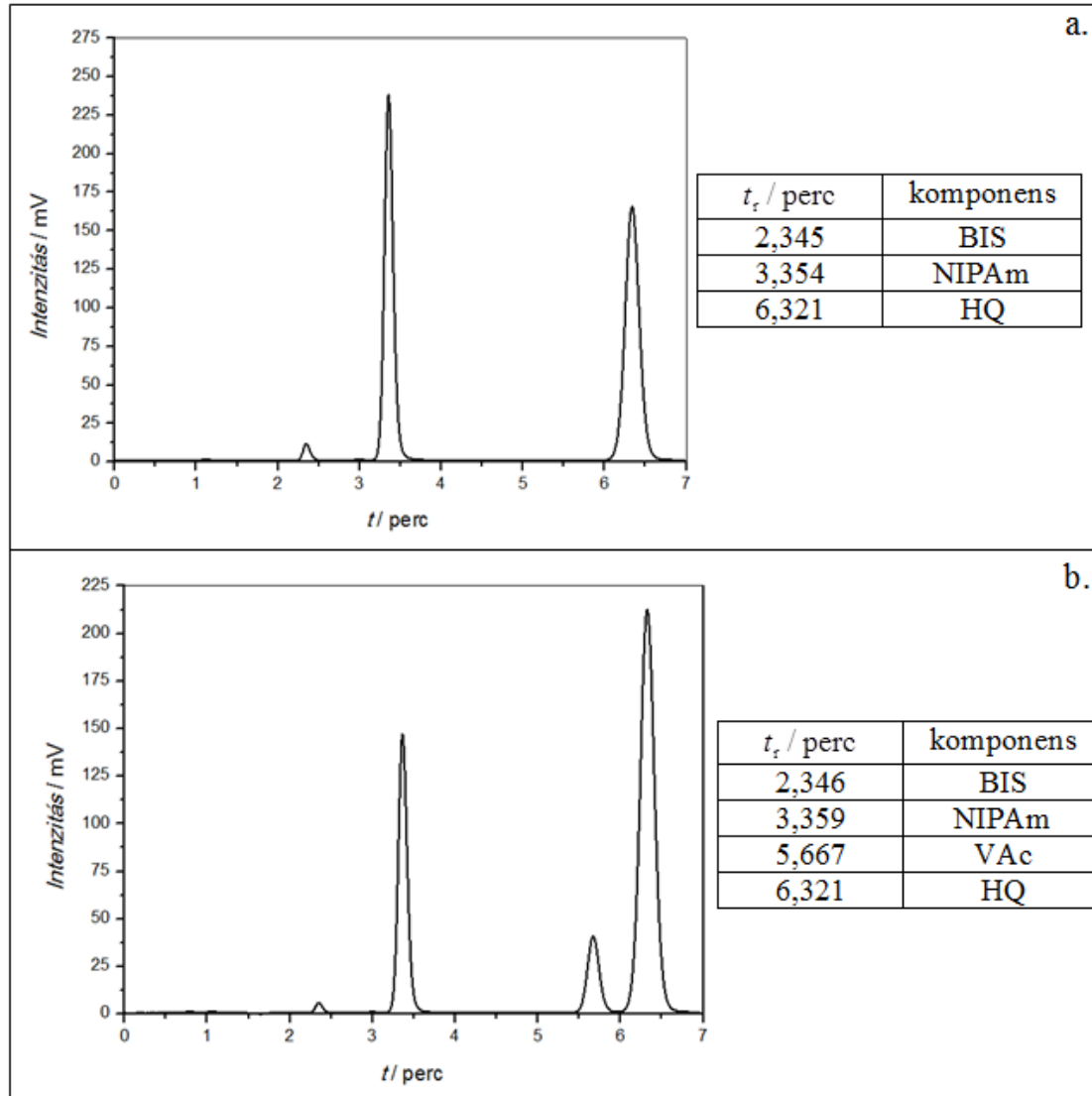
Glutárdialdehiddel keresztköthető



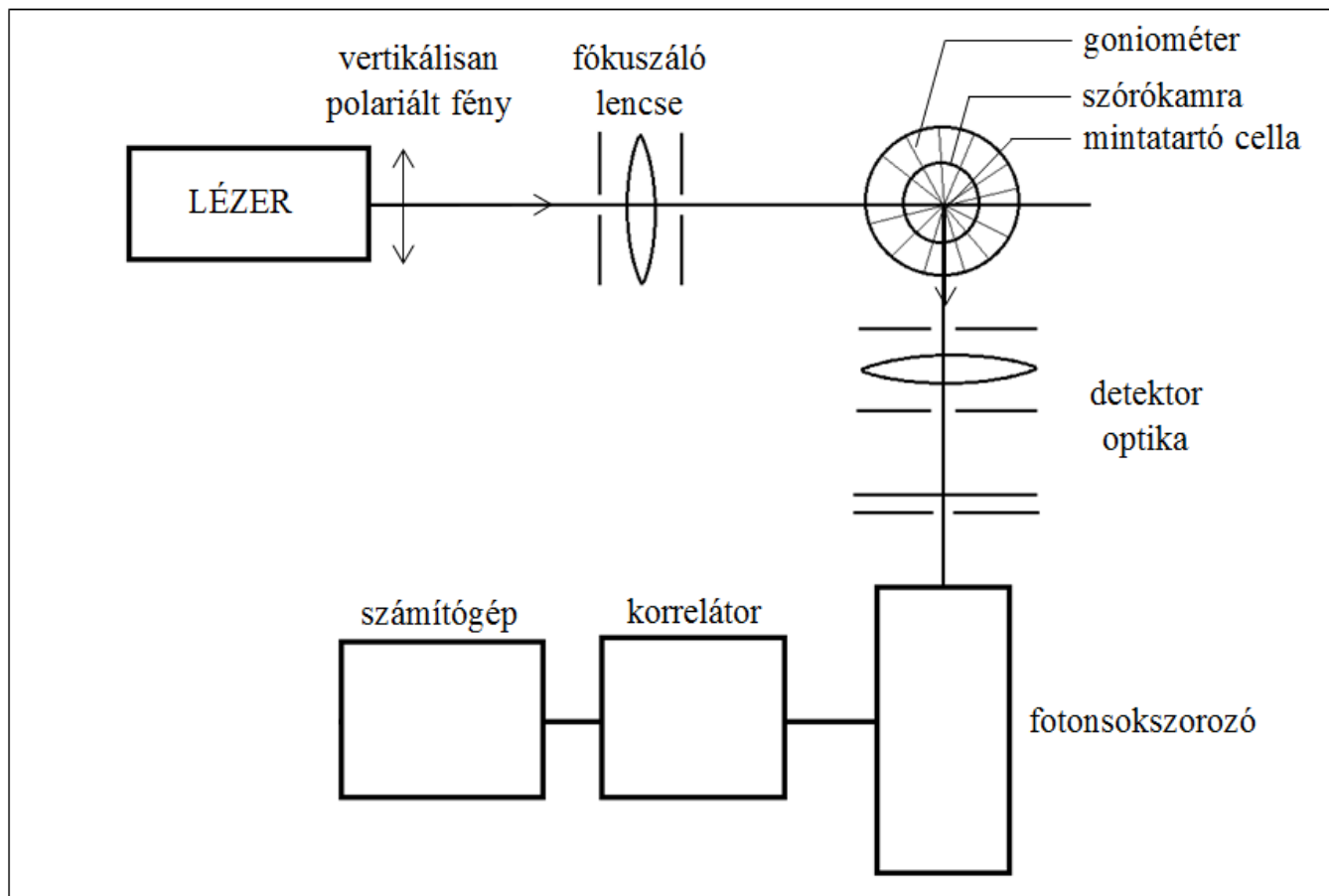
Oxigénmentesítő berendezés felépítése



Az RP-HPLC vizsgálat során nyert kromatogramok



A fényszóródás mérő berendezés elvi vázlatja



Stokes-Einstein

tétel:

$$D = \frac{kT}{3\pi\eta d_h}$$