

**CAPTACIÓN DE CO<sub>2</sub> POR MEDIO DE POLILÍQUIDOS IÓNICOS Y  
COMPOSITOS A PARTIR DE ACEITE DE RICINO MODIFICADO Y LOS  
LÍQUIDOS IÓNICOS: CLORURO DE 1-BUTIL-3-METILIMIDAZOLIO [BMIM]Cl Y  
GLICINATO DE 1-HIDROXIETIL-3-METILIMIDAZOLIO [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly]**

**ANDREA PAOLA MARTÍNEZ RAMIREZ  
KARINA MARCELA SOPHIA PRADILLA QUINTERO**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE CIENCIAS  
ESCUELA DE QUÍMICA  
BUCARAMANGA**

**2017**

**CAPTACIÓN DE CO<sub>2</sub> POR MEDIO DE POLILÍQUIDOS IÓNICOS Y  
COMPOSITOS A PARTIR DE ACEITE DE RICINO MODIFICADO Y LOS  
LÍQUIDOS IÓNICOS: CLORURO DE 1-BUTIL-3-METILIMIDAZOLIO [BMIM]Cl Y  
GLICINATO DE 1-HIDROXIETIL-3-METILIMIDAZOLIO [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly]**

**ANDREA PAOLA MARTINEZ RAMIREZ**

**KARINA MARCELA SOPHIA PRADILLA QUINTERO**

Trabajo de grado presentado como requisito para obtener el título de Químico

**Directora**

**LUZ ÁNGELA CARREÑO DÍAZ, Química,  
Esp. Qca Instrumental, M.Sc. Qca análitica, Ph.D. Qca de materiales**

**Co-Directora**

**MARISOL FERNÁNDEZ ROJAS, Química,  
M.Sc. Ing. Tec. de Materiales**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER**

**FACULTAD DE CIENCIAS**

**ESCUELA DE QUÍMICA**

**BUCARAMANGA**

**2017**

## **AGRADECIMIENTOS**

Agradecemos enormemente a la Profesora LUZ ÁNGELA CARREÑO por la orientación y apoyo en la ejecución de este proyecto.

A nuestra codirectora y compañera MARISOL FERNÁNDEZ ROJAS, por guiarnos en cada etapa de desarrollo de este proyecto y por brindarnos las mejores ideas creativas.

A nuestras compañeras del Laboratorio de Investigación en Química Sostenible por todo su apoyo durante la realización de este proyecto.

Al parque tecnológico Guatiguará por prestarnos sus servicios y equipos para la caracterización de los materiales de interés de este proyecto.

A la Pontificia Universidade Católica do Rio Grande do Sul por prestarnos sus servicios y equipos para los ensayos de captura de CO<sub>2</sub>.

## CONTENIDO

INTRODUCCIÓN .....	19
1. OBJETIVOS .....	22
1.1 OBJETIVO GENERAL.....	22
1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	22
2. MARCO REFERENCIAL .....	24
2.1 LÍQUIDOS IÓNICOS.....	24
2.2 POLIOLES Y POLIURETANOS .....	26
2.3 ACEITE DE RICINO.....	27
2.4 POLILÍQUIDOS .....	28
2.5 COMPOSITOS.....	28
2.5.1 Espumas de Poliuretano .....	29
2.5.2 Celda de permeabilidad para CO <sub>2</sub> por decaimiento de presión.. ..	30
3. ESTADO DEL ARTE .....	32
4. PARTE EXPERIMENTAL.....	34
4.1 SÍNTESIS DE LÍQUIDOS IÓNICOS .....	34
4.1.1 Síntesis del Líquido Iónico [C <sub>2</sub> OHMIM][Gly].....	34
4.1.2 Síntesis del Líquido Iónico [BMIM]Cl. ....	36
4.2 SÍNTESIS DE POLIURETANO.....	37
4.2.1 Modificación del aceite de Ricino. ....	37
4.2.2 Síntesis de poliuretano sin malear.. ....	40
4.2.3 Síntesis de poliuretano maleado.. ....	41
4.3 SÍNTESIS DE POLILÍQUIDOS IÓNICOS .....	42
4.3.1 Preparación de Polilíquido iónico relación 1:1 PU maleado-[Bmim]Cl. ....	42
4.3.2 Preparación de Polilíquido iónico mediante método directo. ....	43
4.4 SÍNTESIS DE COMPOSITOS .....	44

4.5	PREPARACIÓN DE ESPUMAS DE PU.....	46
4.5.1	Preparación de espumas PU y [C <sub>2</sub> OHMIM][Gly]. .....	48
4.5.2	Preparación de espumas PU y [BMIM]Cl. ....	49
4.5.3	Preparación de espumas de PU maleado y [BMIM]Cl. ....	50
4.6	CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL, TÉRMICA Y MORFOLÓGICA DE ESPUMAS DE [BMIM]Cl Y [C <sub>2</sub> OHMIM][Gly] .....	51
4.7	ENSAYOS PARA CAPTURA DE CO <sub>2</sub> POR MÉTODO DE DECAIMIENTO DE PRESIÓN .....	52
5.	DISCUSIÓN DE RESULTADOS .....	54
5.1	CARACTERIZACIÓN DE LÍQUIDOS IÓNICOS .....	54
5.1.1	Caracterización estructural y termogravimétrica mediante FTIR, RMN y TGA del LI [C <sub>2</sub> OHMIM][Gly].....	54
5.1.2	Caracterización estructural del [BMIM]Cl mediante espectroscopia FTIR.....	58
5.2	CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL DE LOS POLIOLES MODIFICADOS.....	59
5.2.1	Caracterización de la transesterificación del aceite de ricino mediante espectroscopia FTIR y espectrometría de masas. ....	59
5.2.2	Caracterización de la modificación del poliol con anhídrido maléico mediante espectroscopia FTIR y espectrometría de masas. ....	63
5.2.3	Cuantificación de Índice de Hidroxilo e Índice de Acidez del Poliol modificado....	65
5.3	ANÁLISIS ESTRUCTURAL DE POLILÍQUIDOS IÓNICOS A PARTIR DE PU MALEADO Y LI.....	67
5.3.1	Caracterización FTIR de Poliuretano Maleado.....	67
5.3.2	Caracterización FTIR de Polilíquidos Iónicos. ....	67
5.4	ANÁLISIS ESTRUCTURAL DE COMPOSITOS A PARTIR DE PU Y LIs.....	68
5.4.1	Caracterización FTIR de Poliuretano. ....	68
5.4.2	Caracterización FTIR de Compositos. ....	70
5.5	ANÁLISIS DE ESPUMAS MALEADAS A PARTIR DE PU MALEADO Y [BMIM]Cl..	71
5.6	CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL, TÉRMICA Y MORFOLÓGICA DE ESPUMAS A PARTIR DE PU Y LIS: [C <sub>2</sub> OHMIM][Gly] Y [BMIM]Cl.....	71
5.6.1	Análisis FTIR de espumas de PU con [C <sub>2</sub> OHMIM][Gly] y [BMIM]Cl .....	71

5.6.2	Caracterización mediante RMN <sup>1</sup> H para espumas de [C <sub>2</sub> OHMIM][Gly] y [BMIM]Cl.....	75
5.6.3	Análisis Termogravimétrico (TGA) para las espumas de [C <sub>2</sub> OHMIM][Gly] y [BMIM]Cl. ....	76
5.6.4	Análisis de Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) para las espumas de [C <sub>2</sub> OHMIM][Gly] y [BMIM]Cl.....	79
5.6.5	Análisis Morfológico mediante Microscopia Electrónica de Barrido (SEM) para las espumas de [C <sub>2</sub> OHMIM][Gly] y [BMIM]Cl. ....	81
5.6.6	Pruebas de Solubilidad para las espumas B20 y G40.. ....	84
5.6.7	Resultados del lavado con flujo de agua para las espumas de [C <sub>2</sub> OHMIM][Gly] y [BMIM]Cl.....	85
5.7	PRUEBAS DE CAPTURA CO <sub>2</sub> PARA LAS ESPUMAS DE [C <sub>2</sub> OHMIM][Gly] y [BMIM]Cl.....	88
5.7.1	Caracterización FTIR para Espumas después de los estudios de captura de CO <sub>2</sub> .....	95
6.	CONCLUSIONES.....	97
7.	RECOMENDACIONES.....	98
	BIBLIOGRAFÍA.....	99
	ANEXOS.....	109

## LISTA DE TABLAS

<b>Tabla 1.</b> Códigos de Identificación de las Espumas de PU con los LIs y el número de réplicas preparadas. ....	50
<b>Tabla 2.</b> Señales RMN <sup>13</sup> C identificadas para el [C <sub>2</sub> OHMIM][Gly].....	56
<b>Tabla 3.</b> Descomposición del [C <sub>2</sub> OHMIM][Gly] observado mediante TGA. ....	58
<b>Tabla 4.</b> Resultados obtenidos para el Índice de hidroxilo y el Índice de acidez durante la síntesis del polímero. ....	65
<b>Tabla 5.</b> Resultados análisis termogravimétrico espumas de [C <sub>2</sub> OHMIM][Gly]. ....	78
<b>Tabla 6.</b> Temperatura de transición vítrea de las espumas PU-LIs.....	80
<b>Tabla 7.</b> Prueba de solubilidad espumas de [BMIM]Cl 20% y [C <sub>2</sub> OHMIM][Gly] 40%. .....	84
<b>Tabla 8.</b> Resultado % LI removido mediante contraflujo. ....	85
<b>Tabla 9.</b> Densidad aparente y densidad real calculada para cada espuma de PU con su respectivo LI.....	88
<b>Tabla 10.</b> Resultados de sorción obtenidos mediante los ensayos de captura de CO <sub>2</sub> empleando la celda dual con decaimiento de presión.....	93

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> Estructura del cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio [BMIM]Cl.....	25
<b>Figura 2.</b> Estructura del [C <sub>2</sub> OHMIM][Gly].....	26
<b>Figura 3.</b> Reacción de poliadición entre diisocianato y un polioliol para la formación de diferentes poliuretanos de acuerdo a su cadena ramificante.....	27
<b>Figura 4.</b> Estructura del aceite de ricino. ....	28
<b>Figura 5.</b> Celda de permeabilidad de gases por decaimiento de presión. <sup>[38]</sup> .....	30
<b>Figura 6.</b> Reacción de tres etapas para la obtención del [C <sub>2</sub> OHMIM][Gly]. ....	34
<b>Figura 7.</b> Reacción entre los precursores metilimidazol y 1-clorobutano para la obtención del [BMIM]Cl. ....	36
<b>Figura 8.</b> Montaje empleado para la transesterificación de aceite de ricino.....	38
<b>Figura 9.</b> Montaje de reflujo en baño de aceite para la maleación entre TCO y anhídrido maléico. ....	39
<b>Figura 10.</b> PU sin malear obtenido de la relación 1:1.2 polioliol-HDI y disminuir el solvente MEK del 70% al 50%. ....	41
<b>Figura 11.</b> Montajes empleados durante la preparación del polilíquido-[BMIM]Cl: a) agitación en vacío; b) calentamiento leve en baño de aceite. ....	43
<b>Figura 12.</b> Compositos obtenidos a partir de PU (1:1.2), MEK (55% v/v) y LI [BMIM]Cl al 5%, 7.5% y 10%p/p empleando adición directa. ....	46
<b>Figura 13.</b> Espumas de PU en relaciones 1:1.9, 1:1.6 y 1:1.3. ....	47
<b>Figura 14.</b> Célula de equilibrio para decaimiento de presión empleada para los ensayos de captura de CO <sub>2</sub> . En las partes: a) válvula de entrada para CO <sub>2</sub> ; 1) celda de carga; b) válvula intermedia; 2) celda de muestra; c) válvula de vacío. ...	52
<b>Figura 15.</b> Montaje para control de temperatura en baño de agua empleado para la célula de equilibrio por decaimiento de presión.....	53
<b>Figura 16.</b> Espectro IR del LI [C <sub>2</sub> OHMIM][Gly] sintetizado en el laboratorio LIQS. ....	54
<b>Figura 17.</b> Espectro <sup>13</sup> C RMN obtenido del [C <sub>2</sub> OHMIM][Gly]. ....	56

<b>Figura 18.</b> Espectro IR del LI [BMIM]Cl sintetizado en el laboratorio LIQS. ....	59
<b>Figura 19.</b> Mezclas posibles de productos provenientes de la transesterificación del aceite de ricino con TEA. <sup>[9]</sup> .....	60
<b>Figura 20.</b> Espectro IR transesterificación del aceite de ricino (TCO) en comparación con sus precursores el aceite de castor (CO) y trietanolamina (TEA). ....	61
<b>Figura 21.</b> Espectro de masas para el aceite de ricino transesterificado ilustrando los compuestos mayoritarios de la mezcla.....	62
<b>Figura 22.</b> Espectro IR maleación del polioliol maleado en comparación con polioliol sin malear. ....	63
<b>Figura 23.</b> Espectro de Masas del polioliol maleado ilustrando los compuestos mayoritarios en la mezcla. ....	64
<b>Figura 24.</b> Espectro IR de PU obtenido experimentalmente (negro) en comparación con el polioliol sin malear. ....	69
<b>Figura 25.</b> Espectros IR de las espumas GB, G20, G30 y G40 .....	73
<b>Figura 26.</b> Espectros IR de las espumas BB, B10, B15 y B20. ....	75
<b>Figura 27.</b> Curvas termogravimétricas de las espumas compositos de [C <sub>2</sub> OHMIM][Gly]. ....	76
<b>Figura 28.</b> Curvas termogravimétricas de las espumas compositos de [BMIM]Cl. ....	77
<b>Figura 29.</b> Micrografía SEM en corte X para las espumas de [C <sub>2</sub> OHMIM][Gly]: a) GB; b) G20; c) G30; d) G40. ....	82
<b>Figura 30.</b> Micrografías SEM corte Y para las espumas [C <sub>2</sub> OHMIM][Gly]: a) G20; b) G30; c) G40. ....	82
<b>Figura 31.</b> Micrografías SEM en corte X obtenidas de cada espuma composito de [BMIM]Cl: a) BB; b) B10; c) B15; d) B20. ....	83
<b>Figura 32.</b> Micrografía SEM en corte Y para las espumas composito de [BMIM]Cl: a) BB; b) B15; c) B20. ....	83
<b>Figura 33.</b> Espectro IR [C <sub>2</sub> OHMIM][Gly] + HDI .....	87
<b>Figura 34.</b> Espectro IR [BMIM]Cl + HDI .....	87

**Figura 35.** Espectros FTIR Espumas de [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] después de realizar los ensayos de captura de CO<sub>2</sub>. .....95

**Figura 36.** Espectros FTIR Espumas de [BMIM]Cl después de realizar ensayos de captura de CO<sub>2</sub>. .....96

## LISTA DE ANEXOS

<b>Anexo A.</b> Espectro infrarrojo [C <sub>2</sub> OHMIM][Gly] reportado por Bihong et al. [24] ....	109
<b>Anexo B.</b> Señales FTIR [C <sub>2</sub> OHmim][Gly], GB, G20, G30, G40 y HDI.....	109
<b>Anexo C.</b> Termograma reportado [C <sub>2</sub> OHMIM]Gly. [24] .....	111
<b>Anexo D.</b> Termograma obtenido para el [C <sub>2</sub> OHMIM]Gly mediante TGA. ....	111
<b>Anexo E.</b> Espectro IR teórico del LI [BMIM]Cl reportado por Dharaskar et al [49]. .....	112
<b>Anexo F.</b> Señales FTIR [Bmim]Cl, BB, B10, B15, B20 y HDI. ....	112
<b>Anexo G.</b> Señales FTIR CO, TEA, TCO y TCO maleado .....	114
<b>Anexo H.</b> Espectros IR Polioliol maleado versus PU maleado.....	115
<b>Anexo I.</b> Espectros IR de la síntesis directa Polilíquido al 10% [BMIM]Cl en comparación con sus precursores. ....	115
<b>Anexo J.</b> Comparación polilíquidos al 5 y al 10% [BMIM]Cl mediante espectro IR. .....	116
<b>Anexo K.</b> Comparación polioliol, [BMIM]Cl y composito al 5% mediante espectro IR. .....	116
<b>Anexo L.</b> Espectro IR entre los compositos de [Bmim]Cl al 5, 7.5 y 10% en peso, empleando método por adición directa. ....	117
<b>Anexo M.</b> Espectros RMN <sup>1</sup> H para las espumas GB, G20, G30 y G40.....	117
<b>Anexo N.</b> Espectros RMN <sup>1</sup> H para las espumas BB, B10, B15 y B20. ....	118
<b>Anexo Ñ.</b> Curvas de Tg empleando DSC para las espumas GB, G20, G30 Y G40. .....	118
<b>Anexo O.</b> Curvas de Tg a partir del análisis DSC para las espumas BB, B10, B15 Y B20.....	119
<b>Anexo P.</b> Lavado espumas G30 y G40. ....	120
<b>Anexo Q.</b> Proporcionalidad presión vs captura de CO <sub>2</sub> .....	119

## LISTA DE ESQUEMAS

<b>Esquema 1.</b> Metodología para la síntesis en tres etapas del Líquido iónico [C <sub>2</sub> OHMIM][Gly]. .....	35
<b>Esquema 2.</b> Procedimientos experimentales llevados a cabo para la preparación de compositos a partir de PU y los LIs [BMIM]Cl Y [C <sub>2</sub> OHMIM][Gly]. .....	45
<b>Esquema 3.</b> Procedimiento general para la preparación de espumas de PU variando la relación entre polioliol y HDI.....	48

## LISTA DE ABREVIATURAS

**CCS:** Captura y almacenamiento de carbón.

**[BMIM]Cl:** Cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio.

**[C<sub>2</sub>OHMIM][Gly]:** Glicinato de 1-hidroxietil-3-metilimidazolio.

**TGA:** Análisis termo gravimétrico.

**DSC:** Calorimetría Diferencial de Barrido.

**SEM:** Microscopia Electrónica de Barrido.

**RMN:** Espectroscopia de Resonancia magnética nuclear.

**FTIR:** Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier

**LI:** Líquidos Iónicos.

**PU:** Poliuretano.

**TCO:** Aceite de ricino transesterificado.

**MEK:** Metiletilcetona.

**HDI:** Disocianato de Hexametileno.

**DMSO:** Dimetil Sulfóxido.

## RESUMEN

**TITULO:** CAPTACIÓN DE CO<sub>2</sub> POR MEDIO DE POLILÍQUIDOS IÓNICOS Y COMPOSITOS A PARTIR DE ACEITE DE RICINO MODIFICADO Y LOS LÍQUIDOS IÓNICOS: CLORURO DE 1-BUTIL-3-METILIMIDAZOLIO [BMIM]Cl Y GLICINATO DE 1-HIDROXIETIL-3-METILIMIDAZOLIO [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly]. \*

**AUTORES:** Andrea Paola Martínez Ramírez y Karina Marcela Sophia Pradilla Quintero. \*\*

**Palabras clave:** Captación de CO<sub>2</sub>, Líquidos Iónicos [BMIM]Cl y [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly], Espumas de Poliuretano, Compositos, Aceite de Ricino, Transesterificación, Maleación.

El aumento significativo de las emisiones de gases de efecto invernadero, ha llevado a tomar conciencia en pro de mejorar las condiciones ambientales del planeta. El CO<sub>2</sub>, es considerado como uno de los principales gases causantes de este fenómeno climático y es el principal producto de desechos industriales proveniente en su mayoría de procesos de post-combustión. A raíz de mitigar o disminuir las altas de emisiones de este gas en la atmósfera, se han presentado nuevos estudios acerca de la implementación de nuevos materiales sostenibles que contribuyan a la captación de este gas, generando un impacto ambiental positivo. Entre estos materiales sostenibles, se encuentran los líquidos iónicos, los cuales, en solución presentan una afinidad por la captura de CO<sub>2</sub>. Sin embargo, el costo de estos solventes es elevado por lo cual es necesario soportarlos en una matriz y optimizar su aplicación.

El objetivo de este proyecto es producir nuevos materiales, con una matriz de espuma de poliuretano a partir del aceite de ricino, inmovilizando los líquidos iónicos [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] y [BMIM]Cl para luego probarlos en una celda de permeabilidad de CO<sub>2</sub>, determinando las variables y condiciones de trabajo. Se sintetizaron 6 espumas variando la concentración y el LI presente en ellas, las cuales se sometieron a pruebas de captura, evaluando las variables trabajo de presión, densidad y temperatura. La espuma que contenía 15% del LI [BMIM]Cl presentó una capacidad de captura de 444 mg CO<sub>2</sub>/g espuma, que al compararlo con las aminas líquidas comúnmente usadas (360 mg CO<sub>2</sub>/g amina), resulta ser un material con un alto potencial de aplicación para captura de CO<sub>2</sub>.

---

\* Trabajo de grado.

\*\* Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ciencias. Escuela de Química. Directora, Luz Ángela Carreño Díaz. Codirectora, Marisol Fernández Rojas.

## ABSTRACT

**TITLE:** CO<sub>2</sub> CAPTURE THROUGH POLY(IONIC LIQUID)S AND COMPOSITES BASED ON MODIFIED CASTOR OIL AND THE IONIC LIQUIDS: 1-BUTYL-3-METHYLIMIDAZOLIUM CHLORIDE [BMIM]Cl AND 1-HYDROXYETHYL-3-METHYLIMIDAZOLIUM GLYCIDATE [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly]. \*

**AUTHORS:** Andrea Paola Martínez Ramírez & Karina Marcela Sophia Pradilla Quintero. \*\*

**KEYWORDS:** CO<sub>2</sub> capture, Ionic Liquids [BMIM]Cl and [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly], Polyurethane Foams, Composites, Castor Oil, Transesterification, Maleation.

The significant increase in greenhouse gas emissions has led to awareness, in order to improve the Earth's environmental conditions. CO<sub>2</sub> is considered as one of the main gases that cause this climate phenomena, and is the main product of industrial wastes coming from post-combustion processes. As a result of mitigating or reducing emissions of this gas in the atmosphere, new studies have been presented on the implementation of new sustainable materials that contribute to the capture of this gas, generating a positive environmental impact. Among these sustainable materials are ionic liquids, which in solution, have an affinity for CO<sub>2</sub> capture. However, the cost of these solvents is high, so it is necessary to support them in a matrix and optimize their application.

The objective of this project is to produce new materials using a matrix of polyurethane foam based on castor oil, immobilizing the ionic liquids [BMIM]Cl and [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] to test them in a CO<sub>2</sub> permeability cell, determining the variables and working conditions. Six foams were synthesized by varying the concentration of LI inside them, which were subjected to capture tests, evaluating the work variables of pressure, density and temperature. The foam containing 15% of the LI [BMIM]Cl had a capture capacity of 444 mg CO<sub>2</sub>/g foam, which, compared to the commonly used liquid amines (360 mg CO<sub>2</sub>/g amine), is a material with a high application potential for CO<sub>2</sub> capture.

---

\* Degree Work.

\*\* Faculty of Science. School of Chemistry. Director, Luz Ángela Carreño Díaz. Co-director, Marisol Fernández Rojas.

## INTRODUCCIÓN

El incremento significativo en la producción de residuos y desechos industriales derivados de las diferentes actividades del ser humano y el aumento dramático en las emisiones de gases de efecto invernadero a la atmósfera, ha llevado a tomar conciencia en el uso eficiente de los recursos naturales, implementando nuevos compuestos basados en fuentes viables, renovables y amigables con el medio ambiente para el desarrollo sostenible de este. En su mayoría, estos materiales se tratan de polímeros, que se obtienen a partir de materias primas naturales, generalmente plantas; líquidos iónicos; compositos; entre otros, que han recibido una creciente atención en los últimos años <sup>1</sup>.

La captura y almacenamiento de carbono (CCS, por sus siglas en inglés: Carbon Capture and Storage), se ha propuesto como un potencial método para regular procesos industriales los cuales generan un alto contenido de compuestos de post combustión como el CO<sub>2</sub> <sup>2</sup>. Estos procesos van desde su almacenamiento en depósitos subterráneos hasta tratamientos con lavados de aminas; sin embargo, dichos procesos no presentan una ventaja significativa debido a la producción de residuos y los daños ambientales causados, por lo cual no son una solución definitiva <sup>3</sup>.

Este gas de efecto invernadero es considerado para muchos un residuo cuando en realidad es precursor en diferentes tipos de aplicaciones, como síntesis orgánica <sup>4</sup>,

---

<sup>1</sup> GHANDI, Khashayar. A Review of Ionic Liquids, Their Limits and Applications. *Green and Sustainable Chemistry*. 2014, vol. 4. nro. 1. P. 44-53. DOI: 10.4236/gsc.2014.41008.

<sup>2</sup> BOOT, Matthew, *et al.* Carbon capture and storage update. *Energy Environmental Science*. 2014, vol. 7. P. 131-189.

<sup>3</sup> TERWEL, Bart. DAAMEN, Dancker. Initial public reactions to carbon capture and storage (CCS): differentiating general and local views. *Climate Policy*. 2012, vol. 12. P. 288-300. ISSN 1469-3062.

producción de biodiesel<sup>5</sup>, síntesis de poliuretanos<sup>6</sup>, síntesis de ácido fórmico<sup>7</sup> entre otros. Por lo cual se hace necesario capturarlo de los procesos industriales de post-combustión, purificarlo mediante procedimientos adecuados y de esta forma contribuir a mitigar el efecto invernadero.

Los líquidos iónicos, han sido ampliamente estudiados como materiales para extracción y remoción selectiva de gases como el CO<sub>2</sub> debido a su afinidad por estos, especialmente aquellos con grupos amino en sus estructuras y por sus propiedades fisicoquímicas definidas como presiones de vapor despreciables, alta estabilidad térmica, capacidad de reutilización, entre otros, que podrían llegar a ser muy buenos sustitutos de las técnicas CCS utilizadas actualmente<sup>8</sup>. Estudios recientes han demostrado, la implementación de líquidos iónicos soportados en matrices ya sean de carácter sintético u orgánico como materiales poliméricos, puesto que son un tipo de material de valioso interés debido a su versatilidad ya que pueden ser utilizados en varias aplicaciones que van desde materiales de uso común, con baja exigencia en cuanto a propiedades mecánicas, hasta materiales para aplicaciones específicas en diferentes tipos de industrias como: química,

---

<sup>4</sup> MAYADEVI, Shirley. Supercritical CO<sub>2</sub> in Organic Synthesis. En: RAGHAVAN, K. REDDY, Benjaram. Industrial Catalysis and Separations: Innovations for Process Intensification. Toronto. Apple Academic Press. 2015, p. 219–246. ISBN: 978-1-4822-3426-8.

<sup>5</sup> McEWEN, Jordan. ATSUMI, Shota. Metabolic Engineering for the biobased conversión of CO<sub>2</sub> to biofuels. En: GRUNWALD, Peter. Industrial Biocatalysis. Pan Stanford. 2015, Vol. 1. p. 181-204. ISBN: 978-981-4463-89-8.

<sup>6</sup> ORGILÉ'S, Elena, *et al.* Synthesis of polyurethanes from CO<sub>2</sub>-based polyols: A challenge for sustainable adhesives. International Journal of Adhesion & Adhesives. 2016, vol. 67. p. 63–68. DOI: 10.1016/j.ijadhadh.2015.12.027

<sup>7</sup> PÉREZ, Mar, *et al.* Formic acid synthesis using CO<sub>2</sub> as raw material: Techno-economic and environmental evaluation and market potential. international journal of hydrogen energy. 2016, vol. 41. p. 16444 -16462. DOI: 10.1016/j.ijhydene.2016.05.199.

<sup>8</sup> WAPPEL, D. GRONAL, G. KALB, R. DRAXLER, J. Ionic liquids for Post-Combustion CO<sub>2</sub> Absorption. International Journal of Greenhouse Gas Control. 2010, vol. 4. p. 486-494. DOI: 10.1016/j.ijggc.2009.11.012.

construcción, automotriz, embalaje, entre otras <sup>9,10</sup>. Además, se han desarrollado una gran cantidad de estudios en el área de composites, los cuales abarcan una amplia gama de materiales con el fin de mezclar y aprovechar las propiedades de dos o más materiales y así potencializar su aplicación <sup>11-16</sup>. Como resultado de esta investigación se reporta un material tipo espuma de poliuretano que capaz de capturar 444 mg CO<sub>2</sub>/g espuma, este material se puede emplear como un filtro capaz de separarlo y reutilizarlo como reactivo en la producción de otros compuestos industriales <sup>17</sup>, disminuyendo las emisiones de este gas residuo a la atmósfera de una manera óptima, segura y a un bajo costo.

---

<sup>9</sup> DAVE, Vivek. PATEL, Hasmukh. Synthesis and characterization of interpenetrating polymer networks from transesterified castor oil based polyurethane and polystyrene. *Journal of Saudi Chemical Society*. 2017, vol. 21. p. 18-24.

<sup>10</sup> JONES, Robert. *Mechanics of Composite Materials*. 2nd Ed. Virginia. Taylor & Francis. 1998. ISBN-13: 978-1560327127.

<sup>11</sup> TAJ, S. MUNAWAR, M. KHAN, S. Natural fiber-reinforced polymer composites. *Proceedings of the Pakistan Academy of Science*. 2007, vol. 44(2). p. 129-144. ISSN 0377-2969.

<sup>12</sup> SABU, Thomas. KURUVILLA, Joseph. SANT, Malhotra. KOICHI, Goda. SADAVISAN, Sreekala. *Polymer Composite*. Vol. 3. Weinheim. India. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. 2014. ISBN: 978-3-527-65237-2.

<sup>13</sup> LEE, Jong, et al. A new approach of ionic liquid containing polymer sorbents for post-combustion CO<sub>2</sub> scrubbing. *Polymer*. 2012, Vol. 53. p. 891-894.

<sup>14</sup> FERNÁNDEZ, Marisol, *et al.* Poly(ionic liquid)s as efficient catalyst in transformation of CO<sub>2</sub> to cyclic carbonate. *Journal of Molecular Catalysis A Chemical*. 2014, Vol. 392. p.83–88

<sup>15</sup> GADDAM, Sashivinay Kumar y PALANISAMY, Aruna. Anionic waterborne polyurethane dispersions from maleated cotton seed oil polyol carrying ionisable groups. *Colloid Polym Sci*. 2016, vol. 294. p. 347–355. DOI: 10.1007/s00396-015-3787-1.

<sup>16</sup> LIANG, Lizhe. GAN, Quan. NANCARROW, Paul. Composite ionic liquid and polymer membranes for gas separation at elevated temperatures. *Journal of Membrane Science*. 2014, vol. 450. p. 407-417. DOI: 10.1016/j.memsci.2013.09.033.

<sup>17</sup> McEWEN. *Op. Cit.*, P. 181-204

## 1. OBJETIVOS

### 1.1. OBJETIVO GENERAL

Sintetizar y caracterizar polilíquidos iónicos y compositos a partir de aceite de ricino modificado y los líquidos iónicos: cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio [BMIM]Cl y glicinato de 1-hidroxietil-3-metilimidazolio [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] para estudiar la capacidad de sorción de CO<sub>2</sub>.

### 1.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Transformar polioles provenientes del aceite de ricino comercial mediante una reacción de transesterificación.
- Adicionar grupos ionizables hidroxil y carboxil a los polioles del aceite de ricino a través de la síntesis con anhídrido maléico.
- Preparar los líquidos iónicos: Glicinato de 1-hidroxietil-3-metilimidazolio [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] y 1-butil-3-metilimidazolio [BMIM]Cl.
- Sintetizar poliuretano a partir del diisocianato HDI y el poliol maleado para la preparación de polilíquidos iónicos.
- Sintetizar poliuretano a partir del diisocianato HDI y poliol sin malear para la preparación de compositos.
- Caracterizar cada uno de los materiales obtenidos mediante normas ASTM, análisis termo gravimétrico (TGA), Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC),

Microscopia Electrónica de Barrido (SEM), Espectroscopia de Resonancia magnética nuclear (RMN), Espectrometría de masas y Espectroscopia FTIR.

- Realizar pruebas de captura de CO<sub>2</sub> mediante celdas de volumen dual empleando un método por decaimiento de presión.

## 2. MARCO REFERENCIAL

### 2.1. LÍQUIDOS IÓNICOS

Los líquidos iónicos (LIs) son sales que consisten esencialmente de la combinación de un catión orgánico y un anión que puede ser orgánico o inorgánico <sup>18,19</sup>. De acuerdo a su estructura y a las interacciones de los iones presentes, los LIs exhiben propiedades especiales como: puntos de fusión menores de 100°C, lo cual es la principal característica que los diferencia de otras sales comunes; bajas presiones de vapor; baja toxicidad y flamabilidad; buena estabilidad química y electroquímica; alta densidad, viscosidad y polaridad; buena conductividad iónica; capacidad para disolver compuestos orgánicos e inorgánicos y capacidad de regeneración y reutilización <sup>20,21</sup>. La síntesis que caracteriza estas sales es vía reacciones de intercambio iónico, permitiendo generar diferentes combinaciones entre cationes y aniones de LIs alterando así sus propiedades fisicoquímicas <sup>22</sup>, conduciendo a numerosas investigaciones en campos de catálisis, química orgánica y de polímeros, separación y captación selectiva de gases como CO<sub>2</sub>, medios de extracción, química analítica, entre otros <sup>23</sup>.

---

<sup>18</sup> GHANDI. Op. Cit., P. 44-53.

<sup>19</sup> BIHONG, Lv, *et al.* A novel hydrophilic amino acid ionic liquid [C2OHmim][Gly] as aqueous sorbent for CO<sub>2</sub> capture. *International Journal of Greenhouse Gas Control*. 2016, Vol. 46. p. 1–6.

<sup>20</sup> AJAM, Mariam. Metathesis and hydroformylation reactions in ionic liquids. Johannesburgo. 2005. Trabajo de grado. [En Línea]. University of Johannesburg. (Recueperado 22 de diciembre 2016). Disponible: [www.ibrarian.net/navon/paper/in\\_ionic\\_liquids.pdf?paperid=9632747](http://www.ibrarian.net/navon/paper/in_ionic_liquids.pdf?paperid=9632747).

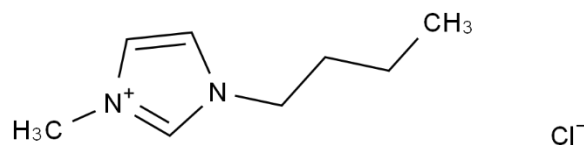
<sup>21</sup> CABILDO, María, *et al.* Procesos orgánicos de bajo impacto ambiental, Química verde. Madrid. Editorial UNED. 2006. p.262. ISBN: 978-84-362-5289-7.

<sup>22</sup> LOZANO, L, *et al.* Recent advances in supported ionic liquid membrane technology. *Journal of Membrane Science*. 2010, Vol 376. p. 1-4. DOI: 10.1016/j.memsci.2011.03.036.

<sup>23</sup> YANG, Zhen. ZHAO, Yan. HE, Liang. CO<sub>2</sub> chemistry: task-specific ionic liquids for CO<sub>2</sub> capture/activation and subsequent conversion. *RSC Advances*. 2011, Vol. 1. p. 545–567.

Entre los líquidos iónicos más comunes se encuentra el cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio [BMIM]Cl (*Figura 1*), que se caracteriza por ser una sal líquida a temperatura ambiente; es soluble en acetona, acetonitrilo, acetato de etilo, alcohol isopropílico, cloruro de metileno y agua a temperatura ambiente. Además, es inmisible en hexano y tolueno. Es un líquido iónico verde de alta eficiencia en la desulfuración de combustibles <sup>24,25</sup>.

**Figura 1.** Estructura del cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio [BMIM]Cl.



Fuente: SIGMA-ALDRICH.

Con el fin de mejorar el rendimiento de algunos LIs, se han introducido grupos funcionales para tareas específicas como la captura selectiva de gases. Hay muchos tipos de líquidos iónicos funcionalizados, especialmente aquellos con presencia de grupos amino. Una nueva tendencia de LIs con bases de aminoácidos (Aminoacid Ionic Liquis – AAILs) ha despertado un gran interés debido a su fácil uso y baja producción de residuos contaminantes al medio. El LI con base de aminoácido que se utilizó en esta investigación fue el glicinato de 1-hidroxietil-3-metilimidazolio [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] (*Figura 2*) <sup>26</sup>.

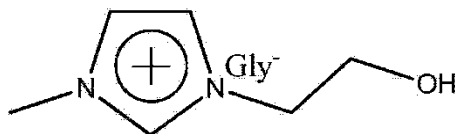
---

<sup>24</sup> SIGMA-ALDRICH. 1-Butyl-3-methylimidazolium chloride.(Recuperado el 13 de mayo, 2016). [En línea] Disponible en: <http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sial/04129?lang=en&region=CO>.

<sup>25</sup> DUPONT, Jairton, *et al.* Preparation of 1-butyl-3-methyl imidazolium-based room temperature ionic liquids. *Organic Syntheses*. 20 (02, vol. 79. p. 236. DOI: 0.1002/0471264180.os079.28.

<sup>26</sup> BIHONG; et al. Op. Cit., P. 1-6.

**Figura 2.** Estructura del [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly].



Fuente: BIHONG, Lv, et al.

## 2.2. POLIOLES Y POLIURETANOS

Los Polioles son alcoholes con más de un grupo hidroxilo. Son compuestos estables, no corrosivos con elevados puntos de ebullición. Estos compuestos son materia prima importante para muchas clases de polímeros incluyendo ésteres acrílicos, resinas alquídicas, resinas epóxicas, poliésteres, entre otros. Estos polioles pueden ser modificados mediante anhídrido maléico con el fin de introducir grupos carboxilo ionizables <sup>27</sup>.

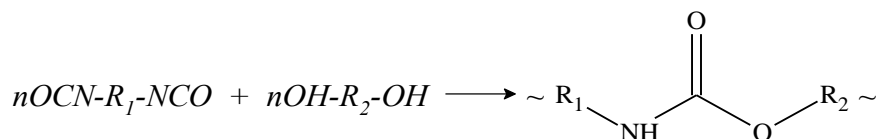
El poliuretano (PU) es un polímero cuya estructura en la cadena principal puede estar compuesta por secciones aromáticas o alifáticas unidas a través de grupos uretanos, que se obtienen mediante una reacción de poliadición entre un diisocianato y polioles con grupos hidroxilo terminales (*Figura 3*) <sup>28</sup>.

---

<sup>27</sup> SALIMON, Jumat. ABDULLAH, Bashar. Epoxidation of vegetable oils and fatty acids: catalysts, methods and advantages. *Journal of Applied Sciences*. 2010, vol. 10. P. 1545-1553. DOI: 10.3923/jas.2010.1545.1553.

<sup>28</sup> KRÓL, Piotr. Synthesis methods, chemical structures and phase structures of linear polyurethanes. Properties and applications of linear polyurethanes in polyurethane elastomers, copolymers and ionomers. *Progress in Materials Science*. 2007, vol. 52. p. 915-1015. DOI: 10.1016/j.pmatsci.2006.11.001.

**Figura 3.** Reacción de poliadición entre diisocianato y un poliol para la formación de diferentes poliuretanos de acuerdo a su cadena ramificante.



Fuente: KRÓL, Piotr.

### 2.3. ACEITE DE RICINO

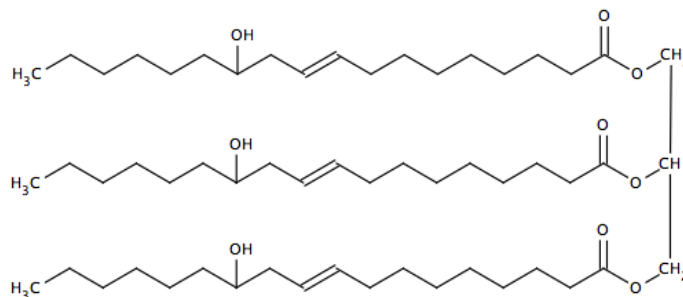
El aceite de ricino (*Figura 4*), también conocido como aceite de castor, por su denominación en inglés (Castor Oil), es un aceite vegetal que se extrae de la semilla de la planta *Ricinus communis*, la cual se puede encontrar en áreas tropicales y subtropicales. Es uno de los pocos glicéridos naturales casi puros, correspondiendo aproximadamente al 90% al ácido ricinoléico. Se encuentra presente en el aceite en un mayor porcentaje (alrededor de 70%) en forma de triglicérido y el restante en forma de diglicérido y monoglicérido <sup>29</sup>. El aceite de ricino es uno de los pocos polioles naturales que posee tres grupos hidroxilo, permitiéndole generar sistemas de uretano cruzados. Para aumentar el número de grupos hidroxilo OH y mejorar las propiedades mecánicas que éste presenta, se pueden modificar químicamente los grupos éster mediante reacciones de transesterificación con el objetivo de convertir el triglicérido en diglicérido y monoglicérido y así aumentar la reactividad de la cadena del ácido graso, logrando obtener materiales con propiedades específicas <sup>30,31</sup>.

<sup>29</sup> SALIMON; ADBULLAH. Op. Cit., P. 1545-1553.

<sup>30</sup> LEE, et al. Op. Cit., P. 891-894.

<sup>31</sup> MOSIEWICKI, Mirna. ARANGUREN, Mirta. A short review on novel biocomposites based on plant oil Precursors. European Polymer Journal. 2013, vol. 49. P. 1243–1256. DOI: 10.1016/j.eurpolymj.2013.02.034.

**Figura 4.** Estructura del aceite de ricino.



Fuente: DAVE, Vivek; PATEL. Hasmukh.

## 2.4. POLILÍQUIDOS

Los polilíquidos son materiales que poseen como soporte o matriz compuestos de tipo inorgánico u orgánico y el catión del líquido iónico. Los polímeros se han considerados como los materiales ideales para soportar estos líquidos, gracias a su bajo costo, versatilidad y funcionalidad. Los polilíquidos presentan una interacción tipo iónica entre las secciones aniónicas del polímero y el catión del LI <sup>32</sup>.

## 2.5. COMPOSITOS

Un material compuesto o "composite" es un material integrado por una combinación de dos o más micro o macro estructuras que difieren en forma y composición química y son esencialmente insolubles entre sí. Los compositos conservan, al menos parcialmente, las propiedades de sus sistemas constituyentes y se diseñan

---

<sup>32</sup> FERNÁNDEZ; et al. Op. Cit., P. 84.

para que presenten la combinación de propiedades más favorable<sup>33,34</sup>. Constan de un material débil, generalmente conocido como una matriz (ya sea orgánica o inorgánica), al cual le es incorporado un material más fuerte, confiriéndole resistencia y rigidez para tareas específicas; a este material se le conoce como refuerzo. Las matrices más comunes para la síntesis de este tipo de materiales son matrices metálicas, cerámicas, de carbón y poliméricas; mientras que los materiales de refuerzo pueden ser fibras (sintéticas o naturales) y materiales no fibrosos (particulados). A diferencia de los polilíquidos, los composites son un tipo de material heterogéneo en el cual se encuentran embebidos dos o más compuestos sin que pierdan su funcionalidad característica<sup>35,36</sup>.

**2.5.1 Espumas de Poliuretano.** La espuma de poliuretano (espuma PU) es un material plástico poroso formado por una agregación de burbujas. Se forma básicamente por la reacción química de dos compuestos, un polioliol y un isocianato<sup>37</sup> (Figura 3), aunque su formulación necesita y admite múltiples variantes y aditivos; al tratarse de precursores líquidos, se suele realizar la reacción de polimerización en el mismo instante en que se moldea.; dicha reacción libera dióxido de carbono, encargado de formar las burbujas. Es un material muy versátil ya que, según los aditivos y los sistemas de fabricación utilizados, se pueden conseguir características muy distintas y espumas destinadas a usos muy diferentes<sup>38</sup>.

---

<sup>33</sup> FERNÁNDEZ; et al. Op. Cit., P. 83-88.

<sup>34</sup> CHAWL, Krishan. Composite Materials: Science and Engineering. 3 ed. New York. Springer Science & Business Media. 2012. 542 p. ISBN: 978-0-387-74364-6

<sup>35</sup> GADDAM; PALANISAMY. Op. Cit., P. 347-355.

<sup>36</sup> LIANG; GAN; NANCARROW. Op. Cit., P. 407-417.

<sup>37</sup> GROOVER, Mikell. Fundamentos de manufactura moderna: materiales, procesos y sistemas. Traducido por Carlos de la Peña y Miguel Martínez. 1 ed. México. Pearson Educación. 1997. 1062 p.

<sup>38</sup> BESEDNJAK, Alejandro. Materiales Compuestos, proceso de fabricación de embarcaciones. 1 ed. Barcelona. Ediciones UPC. 2005. 124 p. ISBN: 84-8301-820-9.

**2.5.2 Celda de permeabilidad para CO<sub>2</sub> por decaimiento de presión.** Se trata de un equipo que mide la masa de dióxido de carbono que puede capturar una matriz/compuesto a una determinada presión y temperatura, estas condiciones varían de acuerdo a la necesidad del análisis<sup>39</sup>. La sorción de un gas en una película polimérica es usualmente detectada por medio del decaimiento de presión del gas como medio circulante dentro de una cámara cerrada junto con el polímero. El método de volumen dual – decaimiento de presión emplea dos células o celdas duales (de volumen constante), usadas frecuentemente para medir solubilidades de gases puros en muestras poliméricas.

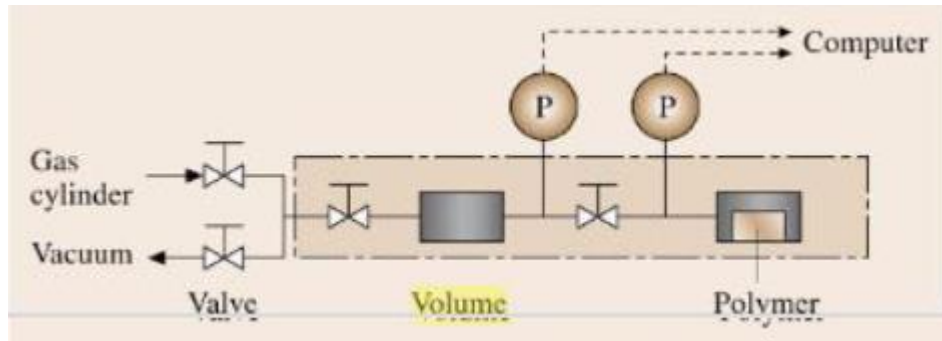
Un diagrama esquemático de dicho sistema se muestra en la *Figura 5*. El sistema consiste en una celda de muestra conteniendo la muestra polimérica y una celda de carga conectada al cilindro del gas a emplear. Durante la primera etapa, la celda muestra es evacuada y luego aislada de la celda de carga, que posteriormente es cargada con el gas a estudiar a una presión conocida. La válvula entre las dos celdas es abierta brevemente para introducir el gas a la celda de muestra; una vez alcanzado un nuevo equilibrio, se registran los valores de presión inicial y presión final. La diferencia de presiones permite calcular el número de moles del gas presente en la celda de carga y con ello, el número de moles absorbidas por la muestra polimérica, teniendo en cuenta que el número de moles absorbidas por el polímero es calculado a partir de la presión final alcanzada en el equilibrio para la celda de carga. Con la diferencia de moles totales absorbidas y moles totales en la celda, se puede obtener las moles no absorbidas por el polímero.

---

<sup>39</sup> RODRÍGUEZ, Luz; GONZÁLEZ, Edilma. Permeabilidad de los coques metalúrgicos a los gases dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>), nitrógeno (N<sub>2</sub>) y argón (Ar). [En línea] Revista de Ciencias, Universidad del Valle. 2012. p. 103-115. (Recuperado el 27 Diciembre, 2016). Disponible: [http://revistaciencias.univalle.edu.co/volumenes/vol\\_16/LRodriguez.pdf](http://revistaciencias.univalle.edu.co/volumenes/vol_16/LRodriguez.pdf).

Para una segunda etapa del método, se despresuriza la celda de muestra y se vuelve a realizar la misma medición. Dependiendo de los datos que se quieran observar, se puede variar en esta etapa la presión inicial a la que se quiera iniciar la medición <sup>40</sup>.

**Figura 5.** Celda de permeabilidad de gases por decaimiento de presión.



Fuente: CZICHOS, Horst; SAITO, Tetsuya; SMITH, Leslie.

<sup>40</sup> CZICHOS, Horst. SAITO, Tetsuya. SMITH, Leslie. Springer Handbook of Metrology and Testing. Nueva York. Springer Science & Business Media. 2011. 1232 p. ISBN: 978-3-642-16640-2.

### 3. ESTADO DEL ARTE

Los líquidos iónicos han sido estudiados, implementados y desarrollados para procesos industriales y académicos, aplicados como solventes o materiales con diversas funciones para síntesis orgánica, catálisis homogénea, hidrogenación, hidroformilación, oxidación y dimerización <sup>41</sup>. Paul Walden reportó en 1914 por primera vez la síntesis del líquido iónico nitrato de etilamonio [EtNH<sub>3</sub>][NO<sub>3</sub>], el cual no generó un interés más profundo durante la época. En 1948 se conocieron líquidos iónicos con iones cloroaluminatos por parte de Hurley y Wier como soluciones baño para electrodeposición de aluminio. Entre los años 1960 y 1979 se sintetizaron líquidos iónicos aplicados a la electroquímica y para la fabricación de pilas <sup>42</sup>.

Durante la década de los años 80 y 90, se estudió en primera instancia la implementación de líquidos iónicos cloroaluminatos en aplicaciones como solventes polares no acuosos durante la formación de complejos de metales de transición, catalizadores para síntesis orgánica, solventes para catálisis homogénea en reacciones bifásicas de metales de transición, entre otros <sup>43</sup>. Sin embargo, estos líquidos iónicos poseían cierta sensibilidad hacia el agua y oxígeno y presentaban inestabilidad con algunos solventes orgánicos, reduciendo así su uso y posteriores estudios. Debido a las limitaciones presentes en estos LIs, se implementó el estudio de los líquidos iónicos con aniones de tetrafluoroborato [BF<sub>4</sub>]<sup>-</sup> y hexafluorofosfato

---

<sup>41</sup> MOLINA, Raquel. Hacia el desarrollo sostenible: Líquidos Iónicos como catalizadores para la transposición de Beckmann y reacciones de formación de enlaces C-C. Valencia. 226 p. Tesis Doctoral (Doctora en Ciencias Químicas) [En línea]. Universidad Politécnica de Valencia. Departamento de Química. Instituto de tecnología Química. (Recuperado 10 de enero 2017) Disponible: <https://riunet.upv.es/bitstream/handle/10251/10908/tesisUPV3508.pdf?sequence=1>.

<sup>42</sup> SOUZA, Michele. Ionic Liquids and catalysis. Journal of de Brazilian chemical Society. 2014, vol. 25. DOI: 10.5935/0103-5053.20140275.

<sup>43</sup> DENT, Andrew. SEDDON, Kennet. WELTON, Thomas. The structure of halogenometallate complexes dissolved in both basic and acidic room-temperature halogenoaluminate (iii) ionic liquids, determined by EXAFS. Journal of Chemical Society. Chem. Commun. 1990.

[PF<sub>6</sub>], los cuales poseían un rango más grande de aplicaciones, una mejor estabilidad contra la hidrólisis y buena compatibilidad con gran variedad de compuestos orgánicos <sup>44,45</sup>.

Desde el año 2000, los estudios de los líquidos iónicos para captura de dióxido de carbono han generado un gran interés por parte de comunidades científicas e industriales, debido a que poseen propiedades fisicoquímicas significativas como bajas presiones de vapor, buena estabilidad térmica, baja volatilidad, buena solubilidad del CO<sub>2</sub>, fácil modificación y funcionalización gracias al número de combinaciones que pueden realizarse entre cationes y aniones, cambiando así sus propiedades fisicoquímicas de acuerdo a lo que se desee emplear.

Se han empleado líquidos iónicos en simulaciones de captura de CO<sub>2</sub> en chimeneas, flujo de gas combustible, entre otros, arrojando resultados favorables y siendo menos energéticos que las capturas con soluciones de monoetanolamina. Actualmente se están empleando líquidos iónicos funcionalizados con amina, debido a su interacción con el CO<sub>2</sub>, generándose un proceso de absorción física, evitando la formación de compuestos que posteriormente deban ser tratados <sup>46</sup>. En este trabajo se expone una visión general a cerca de la utilización de los líquidos iónicos para la captura de CO<sub>2</sub> y de las principales estrategias futuras que hay que seguir para optimizar su uso <sup>47</sup>.

---

<sup>44</sup> DÍAZ, Juan. MARTÍNEZ, Ramiro. BARRERO, Rigoberto. Líquidos iónicos: propiedades fisicoquímicas y aplicación potencial en el mejoramiento de crudos pesados. Revista ION. 2012, vol. 25. nro. 1. [En línea]. (Recuperado 12 de enero 2017). Disponible: <http://revistas.uis.edu.co/index.php/revistaion/article/view/2771/3242>.

<sup>45</sup> FRANCO, A. PALOU, E. CORONA, A. LÓPEZ M. Líquidos iónicos: una alternativa “verde” para procesos de extracción en la industria de alimentos. Temas selectos de Ingeniería de Alimentos. 2014, nro. 8-1. p. 15-26. [En línea]. (Recuperado 10 de enero 2017) Disponible: <http://web.udlap.mx/tsia/files/2015/05/TSA-81-Franco-Vega-et-al-2014.pdf>.

<sup>46</sup> M.P GIMENO. M MAYORAL. J ANDRÉS. Los líquidos iónicos como una alternativa a la captura de CO<sub>2</sub> en postcombustión. Instituto de Carboquímica. 2013, nro. 30.

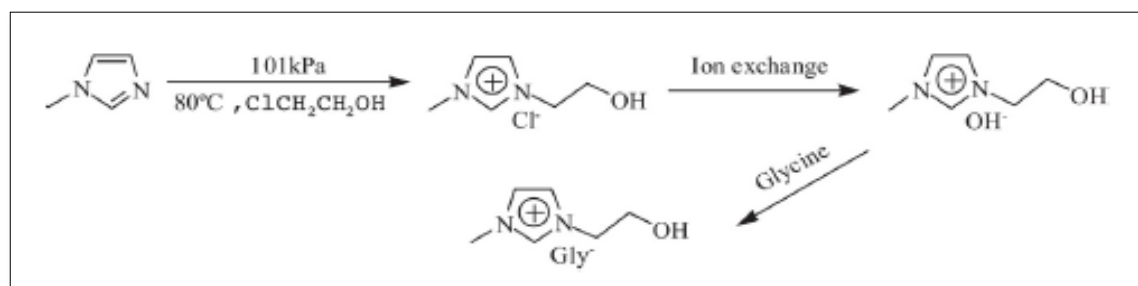
<sup>47</sup> MA, Tao. Et al. A process simulation study of CO<sub>2</sub> capture by ionic liquids. International Journal of Greenhouse gas control. 2017. Nro. 58. P 223-231. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijggc.2017.01.017>

## 4. PARTE EXPERIMENTAL

### 4.1. SÍNTESIS DE LÍQUIDOS IÓNICOS

**4.1.1 Síntesis del Líquido Iónico [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly].** La preparación del líquido iónico [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] consistió en tres etapas: la primera etapa fue la síntesis de [C<sub>2</sub>OHMIM]Cl a partir de 1-metilimidazol y 2-cloroetanol; la segunda etapa se trató de la preparación del precursor glicinato de sodio, el cual se empleó en la tercera etapa que fue la síntesis de [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] (*Figura 6*). Las reacciones en cada una de las etapas se resumieron en el *Esquema 1*<sup>48</sup>. Se realizaron análisis mediante espectroscopia IR, análisis termogravimétricos y de RMN <sup>13</sup>C que se analizaron y compararon con los reportados en la literatura. Finalmente, se realizaron pruebas de solubilidad del [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] con solventes de diferente polaridad incluyendo agua, acetona, acetato de etilo, etanol, dimetilformamida, DMSO, DCM y metiletilcetona.

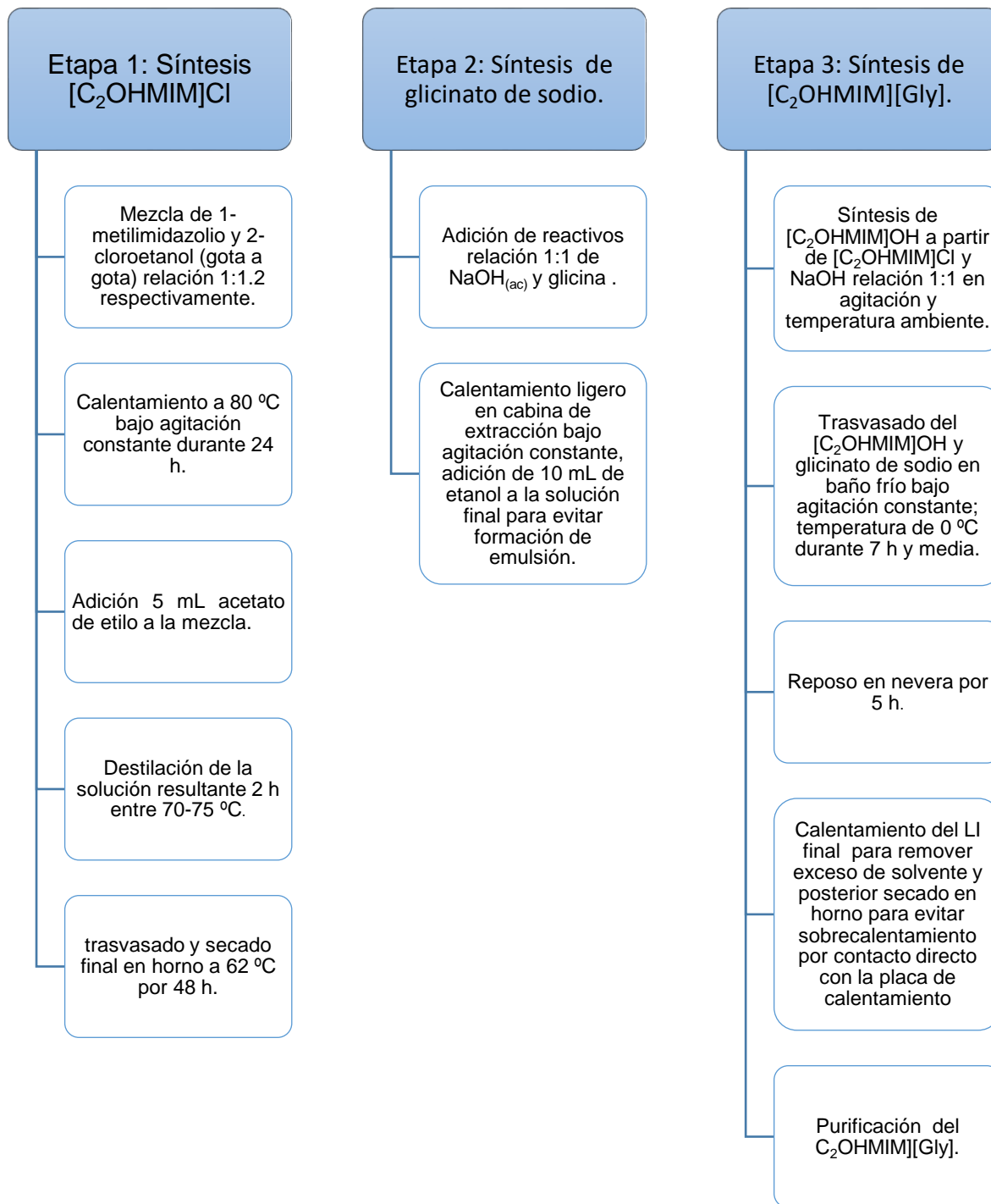
**Figura 6.** Reacción de tres etapas para la obtención del [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly].



Fuente: BIHONG, Lv, et al.

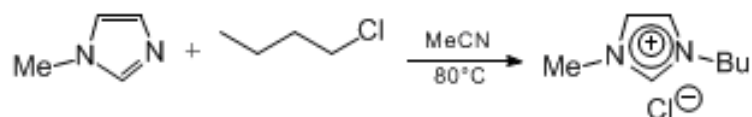
<sup>48</sup> BIHONG, Lv, et al. Op. Cit., P 1-6.

**Esquema 1.** Metodología para la síntesis en tres etapas del Líquido iónico [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly].



**4.1.2 Síntesis del Líquido Iónico [BMIM]Cl.** Los precursores empleados en la síntesis del LI fueron el 1-metilimidazol y 1-clorobutano (*Figura 7*), en relación 2:3 respectivamente; la reacción se llevó a cabo en un matraz de tres bocas equipado con baño de calentamiento de aceite y atmósfera inerte. La reacción transcurrió a un rango de temperatura de 70-75 °C durante 24 horas bajo condiciones de reflujo. El líquido iónico sintetizado se trasvasó a una caja de Petri y posteriormente se secó en cabina de extracción.

**Figura 7.** Reacción entre los precursores metilimidazol y 1-clorobutano para la obtención del [BMIM]Cl.



Fuente: Organic Syntheses.

Una vez seco, el líquido iónico obtenido presentaba una coloración muy intensa atribuida a impurezas presentes en el producto sintetizado, por lo cual fue necesario realizar tres procedimientos diferentes que permitieran eliminar las impurezas. El primero consistió en un lavado con 20 mL de acetato de etilo seguido por una destilación durante 3 horas <sup>49</sup>. El segundo proceso de limpieza aplicado consistió en un lavado, empleando 110 mL de tolueno y 20 mL de acetonitrilo generando la formación de dos fases, en donde la fase que contenía el LI fue separada y posteriormente rotoevaporada. Por último, el tercer procedimiento consistió en una

<sup>49</sup> ORGANIC SYNTHESSES. preparation of 1-butyl-3-methyl imidazolium-based room temperature ionic liquids. [En línea]. (Recuperado el 14 de mayo 2016). Disponible en: <http://www.orgsyn.org/demo.aspx?prep=v79p0236>.

decoloración a través de una columna de carbón activado <sup>50</sup>; para ello, se preparó una mezcla de 20 mL de [BMIM]Cl y 20 mL de diclorometano (DCM), la cual se calentó a 30°C con el fin de solubilizar los compuestos. A continuación, se purgó la columna de carbón activado con DCM para luego adicionar la mezcla preparada de [BMIM]Cl-DCM. La solución decolorada obtenida fue trasvasada y llevada a calentamiento ligero en cabina de extracción para evaporar el DCM remanente. El LI resultante fue analizado mediante espectroscopia IR.

## 4.2. SÍNTESIS DE POLIURETANO

Los poliuretanos se sintetizaron a partir del diisocianato de hexametileno (HDI) y el aceite de ricino. Se sintetizaron dos tipos de poliuretano, variando el polioli precursor. El primer poliuretano proveniente de la transesterificación del aceite de ricino y el segundo poliuretano maleado proveniente de una modificación al polioli transesterificado mediante anhídrido maléico.

### 4.2.1 Modificación del aceite de Ricino.

**4.2.1.1 Transesterificación del aceite de ricino.** La reacción de transesterificación se realizó a partir de aceite de ricino comercial y trietanolamina en una relación 2:1 respectivamente, teniendo como catalizador PbO al 0.2% p/p. Se adicionó inicialmente el aceite de ricino y luego el catalizador en un balón de cinco bocas equipado con agitador mecánico, condensador, termómetro y atmósfera inerte; posteriormente se adicionó la trietanolamina bajo agitación constante hasta

---

<sup>50</sup> EARLE, Martyn, *et al.* Decolorization of Ionic Liquids for Spectroscopy. *Analytical Chemistry*. 2007, vol. 79. p. 758-764. DOI: 10.1021/ac061481t.

homogeneizar los compuestos. Acto seguido, se llevó el contenido a una manta de calentamiento a una temperatura promedio de 150°C durante dos horas (*Figura 8*)<sup>51,52</sup>.

El aceite de ricino transesterificado (TCO) fue caracterizado mediante espectroscopia infrarroja (FTIR); el espectro obtenido fue analizado y comparado con el espectro IR de sus precursores. Además, se realizó un análisis por espectrometría de masas para determinar todos los compuestos obtenidos de la transesterificación.

**Figura 8.** Montaje empleado para la transesterificación de aceite de ricino.



---

<sup>51</sup> FERNANDEZ; et al. Op. Cit., P. 83-88.

<sup>52</sup> RAJA, Maisara. DEVI, Cecilia. ZIYADA, AboBakr. CO<sub>2</sub> capture by task specific ionic liquids (TSILs) and polymerized ionic liquids (PILs and AAPILs). *Journal of Molecular Liquids*. 2016, Vol. 219. p. 306–312. DOI: 10.1016/j.molliq.2016.02.046.

**4.2.1.2 Modificación del poliol transesterificado con anhídrido maléico.** La modificación se realizó a partir de anhídrido maléico con el fin de introducir grupos carboxilo ionizables al poliol. La relación empleada de poliol transesterificado y anhídrido maléico fue 2:1 respectivamente, utilizando como catalizador el cloruro de estaño (II) al 2% en peso del poliol. Se agregaron los gramos pesados de los precursores junto con el catalizador a un balón de tres bocas. Se adicionaron 15 mL de MEK como solvente; esta mezcla se sometió a agitación constante hasta homogenización, luego de lo cual se calentó a 80°C sobre un baño de aceite en atmósfera inerte durante cuatro horas (Figura 9) <sup>53</sup>. Una vez finalizada la reacción, se observó un precipitado el cual fue removido mediante filtración. Posteriormente se llevó a cabo una segunda maleación variando únicamente el solvente, que en este caso, no se adicionó. La caracterización del poliol maleado se hizo mediante espectroscopia IR y espectrometría de Masas.

**Figura 9.** Montaje de reflujo en baño de aceite para la maleación entre TCO y anhídrido maléico.



---

<sup>53</sup> GADDAM; PALANISAMY. Op. Cit., P. 347-355.

**4.2.1.3 Índice de acidez y contenido de grupos OH en los poliol transesterificado y maleado.** Una vez finalizada la transesterificación junto con la maleación, se realizaron ensayos de índice de acidez y determinación del contenido de grupos hidroxilo presentes en las modificaciones. Los procedimientos se realizaron como lo indica la norma ASTM D1957-86 <sup>54</sup>.

**4.2.2 Síntesis de poliuretano sin malear.** Para la síntesis del poliuretano sin malear se tomaron como precursores el poliol transesterificado y el HDI en una relación 1:1.2. La mezcla de poliol, catalizador y MEK se homogenizó mediante agitación, luego se agregó gota a gota el HDI manteniendo la agitación en un sistema cerrado bajo atmósfera inerte a una temperatura de 50 °C durante 3 horas. El poliuretano resultante se trasvasó a un frasco y se dejó en reposo. Se realizó una segunda síntesis de poliuretano sin malear manteniendo la misma relación de poliol y HDI pero disminuyendo la cantidad de solvente en la solución (50% v/v solvente). A esta última solución se le adicionó gota a gota y bajo agitación constante 2.4 mL de HDI. La disminución del solvente dejó ver una formación gelatinosa de poliuretano en menos de 3 minutos (*Figura 10*) <sup>55</sup>.

---

<sup>54</sup> ASTM. Standard Test Method for hidroxil value of fatty oils and acids. Designation: D 1957-86. 2001.

<sup>55</sup> LIANG; GAN; NANCARROW. Op. Cit., P. 407-417.

**Figura 10.** PU sin malear obtenido de la relación 1:1.2 polioliol-HDI y disminuir el solvente MEK del 70% al 50%.



**4.2.3 Síntesis de poliuretano maleado.** La síntesis del poliuretano se llevó a cabo a partir del polioliol maleado en una relación 1:1.1 con diisocianato de hexametileno (HDI), teniendo como catalizador DBTDL al 0.1%p/p. Se colocaron las cantidades pesadas de los reactantes y el catalizador en un balón de tres bocas; adicionalmente, se agregó metiletilcetona (87% v/v) agitando vigorosamente con el fin de evitar la solidificación del compuesto. Luego, el balón fue acoplado a un sistema de reflujo en un baño de aceite donde se insertó un embudo de adición en una de las bocas del balón el cual contenía el HDI, que se adicionó gota a gota, bajo agitación constante. Una vez adicionado todo el HDI, se llevó a cabo la reacción en atmósfera inerte durante dos horas a 50-60 °C <sup>56</sup>.

---

<sup>56</sup> FERNANDEZ; et al. Op. Cit., P. 83-88.

Finalizada la reacción, se procedió a realizar una prueba de porcentaje de sólidos para determinar el porcentaje de poliuretano formado. La solución de PU maleado en solución fue trasvasada a una caja de Petri, y se secó al vacío durante dos horas, finalmente fue llevada al horno por 24 horas a una temperatura de 80 °C. Por último, se realizó una prueba de acidez para determinar los grupos isocianato presentes en materiales prepoliméricos siguiendo el protocolo de la norma ASTM D2572-97.

### **4.3. SÍNTESIS DE POLILÍQUIDOS IÓNICOS**

Los polilíquidos iónicos se sintetizan a partir del PU maleado y [BMIM]Cl, pues trabajos realizados previamente en el grupo de investigación mostraron que es posible realizar el intercambio iónico y obtener HCl fácilmente removible por lo cual no fue necesario emplear el [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly]<sup>57</sup>. Los polilíquidos preparados se caracterizaron mediante espectroscopia FTIR con celda ATR, los espectros se analizaron y compararon con las bandas características de sus respectivos precursores.

#### **4.3.1 Preparación de Polilíquido iónico relación 1:1 PU maleado-[Bmim]Cl.**

Antes de iniciar la preparación del polilíquido, se tomó de nuevo el porcentaje de sólidos para el PU maleado considerando que el solvente MEK es volátil, lo que cambia así el porcentaje de PU maleado en solución. A partir de una relación 1:1 polioliol maleado-LI, conociendo el índice de acidez del polioliol y el porcentaje de sólidos, se procedió a pesar el PU maleado y el [BMIM]Cl manteniendo la relación establecida, adicionando primero el PU maleado; la mezcla se mantuvo bajo agitación, al vacío, a temperatura ambiente (*Figura 11a*) durante 5 horas. Se observó la formación de dos fases, por lo que se decidió exponer el recipiente a un calentamiento leve de 50 °C en baño de aceite para homogeneizar la mezcla (*Figura*

---

<sup>57</sup> FERNANDEZ; et al. Op. Cit., P. 83-88.

11b). El polilíquido final fue trasvasado a una caja Petri previamente encerada y se llevó al horno para terminar de curar la muestra <sup>58</sup>.

**Figura 11.** Montajes empleados durante la preparación del polilíquido-[BMIM]Cl: a) agitación en vacío; b) calentamiento leve en baño de aceite.



**4.3.2. Preparación de Polilíquido iónico mediante método directo.** La preparación de estos dos polilíquidos iónicos se diferenció por la preparación directa de PU maleado a partir de sus precursores polirol maleado y HDI en relación 1:1.2. Para la preparación de los polilíquidos al 5% y 10%p/p de [BMIM]Cl, se inició pesando, midiendo y adicionando los reactivos bajo agitación constante en baño de aceite a una temperatura de 40 °C hasta lograr homogenizar; luego se adicionó el HDI. Al cabo de 2 minutos de agitación para la síntesis directa de PU maleado, se depositaron las cantidades de [BMIM]Cl con pipeta Pasteur.

<sup>58</sup> FERNANDEZ; et al. Op. Cit., P. 83-88.

La preparación de los polilíquidos terminó con vacío y posterior trasvasado a cajas Petri enceradas y llevadas al horno a 100 °C para su curado. Una vez pasadas 27 horas en el horno para ambos polilíquidos, se procedió a desmoldarlos.

#### **4.4. SÍNTESIS DE COMPOSITOS**

A diferencia de los polilíquidos, los compositos provienen de poliuretano sin malear y los líquidos iónicos [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] y [BMIM]Cl. Son un tipo de material heterogéneo en el cual se encuentran embebidos dos o más compuestos sin que pierdan su funcionalidad característica. Durante los diferentes experimentos y ensayos, la preparación de los compositos se puede clasificar en dos métodos: método normal y método directo, los cuales se explican en detalle en el *Esquema 2*. Independientemente del método, las relaciones de reactivos empleadas permitieron producir 2 g de composito <sup>59</sup>. Los compositos preparados fueron caracterizados por FTIR y los espectros analizados y comparados con los espectros de sus precursores.

---

<sup>59</sup> LIANG; GAN; NANCARROW. Op. Cit., P. 407-417.

**Esquema 2.** Procedimientos experimentales llevados a cabo para la preparación de compositos a partir de PU y los LIs [BMIM]Cl Y [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly].

## Método normal\*

Pesaje y adición equivalente a 4.78% p/p [BMIM]Cl al PU.

Adición de 0.2 mL dimetilformamida para solubilizar el LI y evitar formación de dos fases.

Reflujo por 4 h a 52 °C.

trasvasado de la mezcla resultante a caja de petri encerada.

remoción del solvente mediante vacío.

## Método directo\*\*

### **Relación PU 1:1.15 y MEK 55% v/v.**

- Adición del polioli sin mear, MEK y catalizador en recipiente acoplado a baño de aceite a 42 °C y agitación.
- Adición gota a gota de HDI sin descuidar agitación.
- Adición [BMIM]Cl pasado un minuto de haber agregado completamente el HDI.
- Trasvasado a caja petri en vacío y posterior calentamiento a 80 °C en horno.

Para el caso del [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly], se empleó mezcla 70-30 de MEK-DMSO como solvente.

### **Relación PU 1:1.2 y MEK 55% v/v \*\*\* (Figura 12)**

- Procedimiento empleado en preparación de compositos de igual manera que en la relación 1:1.15, cambiando unicamente la relación estequiométrica.

\*Procedimiento empleado únicamente para el [BMIM]Cl, replicado 5 veces más sin obtener mejoría alguna y presentando dificultades a la hora de desmoldar; incluso reportando pérdida total de la muestra por no curar efectivamente.

\*\* El método directo se diferenció del normal porque en éste, se adicionaron de manera consecutiva todos los reactivos involucrados tanto en la formación de PU como el LI para la preparación del composito.

\*\*\* El composito de [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] no tomó una consistencia sólida debido a la mezcla de solvente MEK-DMSO 70-30 que le confirió una textura aceitosa; se decidió no incluirlo en los ensayos de esta relación estequiométrica.

**Figura 12.** Compositos obtenidos a partir de PU (1:1.2), MEK (55% v/v) y LI [BMIM]Cl al 5%, 7.5% y 10%p/p empleando adición directa.



#### 4.5. PREPARACIÓN DE ESPUMAS DE PU

Con el propósito de generar una mayor área de adsorción y captación para CO<sub>2</sub>, se llevó a cabo un cambio en la preparación de los compositos; en vez de preparar una membrana polimérica, se decidió implementar un material polimérico con mayor

porosidad que siguiera manteniendo al poliuretano como materia prima; por lo cual se decidió preparar espumas de poliuretano.

Se llevaron a cabo tres preparaciones a diferente relación estequiométrica de 1:1.3, 1:1.6 y 1:1.9 entre el polioliol sin malear (TCO) y el HDI respectivamente para la preparación de espumas como blanco, es decir, sin la adición de LI (*Figura 13*); además, se implementó el uso de agua y una silicona comercial como estabilizante. Se inició pesando el TCO de acuerdo a las relaciones estequiométricas establecidas tratando de formar compositos de un total de peso de 2 g. La metodología empleada para la preparación de espumas de PU en relación 1:1.3 se muestra en el *Esquema 3*. Finalmente, y para posteriores resultados incorporando los LIs, se decidió implementar la relación de polioliol-HDI de 1:1.6 <sup>60</sup>.

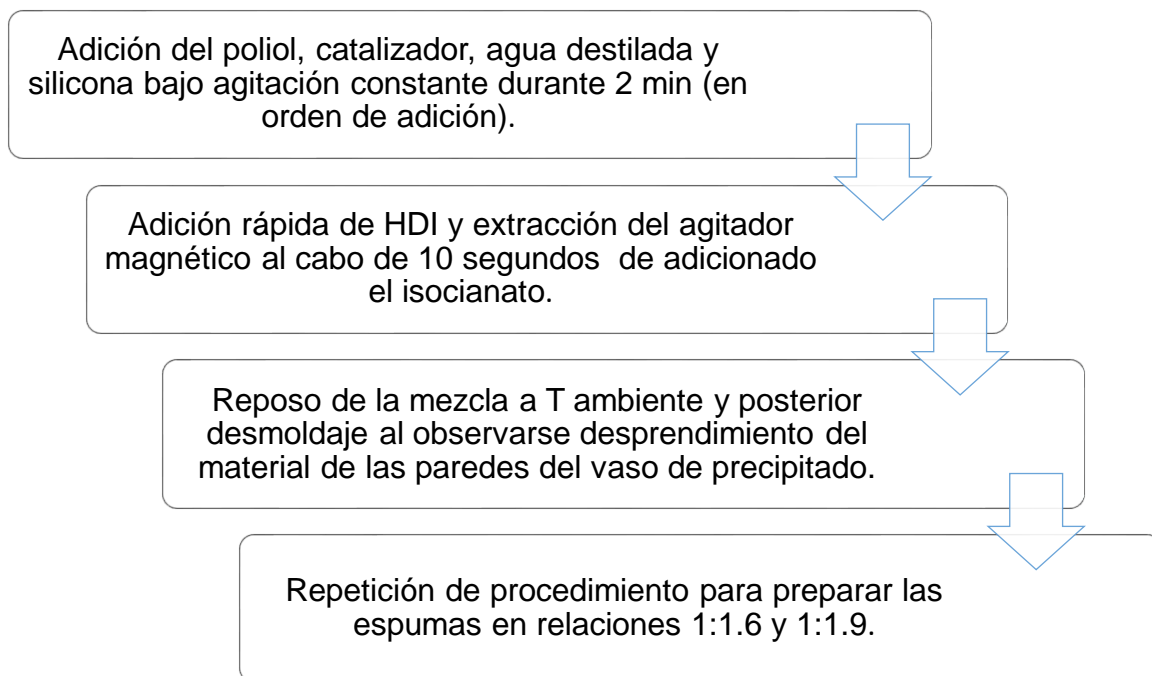
**Figura 13.** Espumas de PU en relaciones 1:1.9, 1:1.6 y 1:1.3.



---

<sup>60</sup> LAFDI, K. MESALHY, O. SHAIKH, S. Experimental study on the influence of foam porosity and pore size on the melting of phase change materials. *Journal of Applied Physics*. 2007, vol. 102. p 083549- (1-6). DOI: 10.1063/1.2802183

**Esquema 3.** Procedimiento general para la preparación de espumas de PU variando la relación entre polioliol y HDI.



**4.5.1 Preparación de espumas PU y [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly].** Inicialmente la síntesis de las espumas de polioliol con el LI [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly], fueron las más complejas, debido a que el LI no era soluble en diclorometano, generándose un precipitado, es decir, un material no homogéneo. Por lo cual se consultó y encontró que el agua funcionaba como solvente para algunas espumas <sup>61</sup>. Se realizaron ensayos de prueba y error, hasta obtener las proporciones adecuadas para obtener un material homogéneo. Para la preparación de las espumas de PU con una relación de 1:1.6 de polioliol-HDI se adicionaron los precursores en sus respectivas proporciones; toda la preparación se llevó a cabo en un vaso de precipitado de 25 mL para obtener una espuma con dimensiones pequeñas necesarias para la celda

<sup>61</sup> LAFDI; MESALHY; SHAIKH. Op. Cit., P. 1-6.

de captura de CO<sub>2</sub> con un peso de aproximadamente 2 g. El orden de adición fue el siguiente: TCO, catalizador, agua, silicona y proporción de [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly]. La mezcla heterogénea fue puesta bajo agitación constante durante 2 minutos siguiendo el procedimiento del *Esquema 3*. El material resultante fue dejado en reposo a temperatura ambiente y desmoldado una vez se observó el desprendimiento del material de las paredes del vaso empleando para ello una espátula pequeña. De acuerdo con la proporción empleada de LI se implementó un código de identificación para las diferentes espumas tal y como se muestra en la *Tabla 1*, preparando 3 réplicas más un blanco para cada espuma.

**4.5.2 Preparación de espumas PU y [BMIM]Cl.** La relación de TCO y HDI fue de 1:1.6; sin embargo, luego de varias preparaciones e intentos por curar las espumas con [BMIM]Cl, se obtuvieron espumas viscosas y pegajosas. Por tal motivo, se decidió aumentar la cantidad de agente estabilizante al 5% p/p y reemplazar el agua por diclorometano (DCM). El orden de adición para la preparación de la espuma fue el siguiente: polioli, silicona, [BMIM]Cl y catalizador. El modo de preparación se ilustra en el *Esquema 3*. Las proporciones empleadas para la producción de cada espuma PU con [BMIM]Cl fueron del 10%, 15% y 20%, para cada proporción de LI se llevaron a cabo 3 réplicas más un blanco como se reporta en la *Tabla 1*.

Adicionalmente, se realizó una prueba de solubilidad para las espumas de PU y LIs, la cual consistió en tomar una pequeña porción de espuma que contenía el mayor porcentaje de LI, el cual se depositó en un vial de vidrio incoloro; se adicionó un volumen de solvente (isooctano, heptano y agua); el vial se selló para evitar la volatilización del solvente; y se dejó en reposo, a temperatura ambiente durante 3 días.

**Tabla 1.** Códigos de Identificación de las Espumas de PU con los LIs y el número de réplicas preparadas.

<b>NOMBRE DE LA MUESTRA</b>	<b>REFERENCIA</b>	<b># DE RÉPLICAS</b>
Espuma BMIM blanco	BB	3
Espuma BMIM 10%	B10	3
Espuma BMIM 15%	B15	3
Espuma BMIM 20%	B20	4
Espuma C <sub>2</sub> OHMIM blanco	GB	3
Espuma C <sub>2</sub> OHMIM 20%	G20	3
Espuma C <sub>2</sub> OHMIM 30%	G30	3
Espuma C <sub>2</sub> OHMIM 40%	G40	3

**4.5.3 Preparación de espumas de PU maleado y [BMIM]Cl.** Con base en los resultados obtenidos a partir de la preparación de espumas de PU sin malear con los LIs, se planteó preparar polilíquidos en forma de espuma, es decir, la preparación de espumas con PU maleado y [BMIM]Cl. Para ello, se prepararon 3 espumas de PU maleado teniendo una proporción de [BMIM]Cl al 10%, 20% y 30%. Se inició adicionando polioli maleado, catalizador (DBTDL 0,1%), silicona (5%), agua destilada (0,5%), [BMIM]Cl al respectivo porcentaje y 2 mL de MEK para solubilizar el LI. Esta mezcla se mantuvo con agitación constante durante 1 hora; transcurrido el tiempo, se llevó a vacío durante 15 minutos. La mezcla se volvió a colocar bajo agitación mientras se iba adicionando el HDI. Al cabo de 1 hora, se volvió a llevar a vacío durante 15 minutos para luego ser dejado en reposo a temperatura ambiente, en cámara de vacío. Los polilíquidos preparados siguiendo esta metodología se descartaron; los motivos se explican en la discusión de resultados.

#### **4.6. CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL, TÉRMICA Y MORFOLÓGICA DE ESPUMAS DE [BMIM]Cl Y [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly]**

El análisis estructural del TCO (transesterified Castor Oil) y la matriz de PU se llevó a cabo mediante Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR) en un espectrómetro Perkin-Elmer Spectrum 100 en modo ATR. Los análisis de Resonancia magnética nuclear tanto para las espumas como para los LIs se llevaron a cabo en un espectrómetro Bruker Avance III 400 MHz. El peso molecular del TCO y TCO maleado fue determinada en un espectrómetro de masas con ionización/desorción láser asistida por la matriz y analizador de tiempo de vuelo (MALDI – TOF) Ultra extreme (Bruker Daltonics) empleando un voltaje de aceleración de 25 kV analizado en un Intervalo de 100-1500 m/z. Los iones positivos fueron detectados en modo reflectron (20 kV). El láser de nitrógeno fue operado a 4 Hz.

La morfología de los materiales se determinó por Microscopía Electrónica de Barrido de Emisión de Campo (FESEM) con un equipo Inspect F50 (FEI Instruments) en modo de electrones secundarios. La estabilidad térmica de los materiales se evaluó a través de análisis termogravimétricos TGA, empleando el sistema SDT-Q600 (TA Instruments) desde 40 hasta 600°C, con una razón de calentamiento de 20°C/min en atmósfera de nitrógeno. La temperatura de transición vítrea determinada en DSC fue determinada usando un DSC-Q20 (TA Instruments) en el rango entre -90 y 200°C, con una razón de calentamiento/enfriamiento de 10°C/min, usando el método heat/cool/heat.

Adicionalmente para corroborar el tipo de interacción presente entre la matriz de poliuretano y los LIs, se realizaron ensayos a contraflujo de agua, realizando dos réplicas del lavado de cada espuma. Por último, se analizó la interacción entre el HDI y el LI, simulando la síntesis de espumas, y tomando el LI como el polioli. Este tipo de interacción fue analizado mediante FTIR.

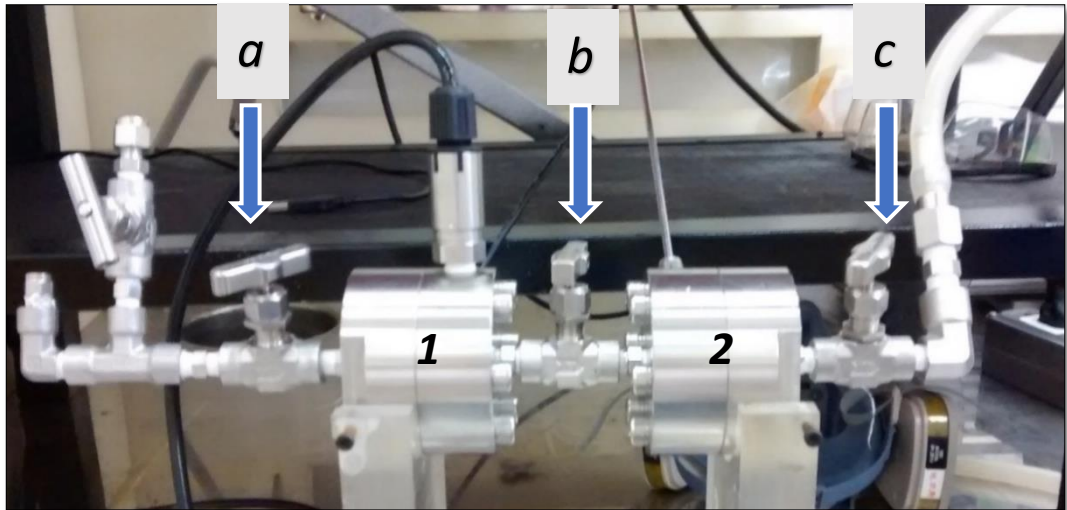
#### 4.7. ENSAYOS PARA CAPTURA DE CO<sub>2</sub> POR MÉTODO DE DECAIMIENTO DE PRESIÓN

La técnica de decaimiento de presión fue usada para determinar la capacidad de sorción de CO<sub>2</sub> de las espumas de PU y la influencia de la cantidad y tipo de líquido iónico presente en el material. Los ensayos se realizaron en una célula de equilibrio de dos compartimientos a una temperatura constante de 25 °C (*Figura 14*). Inicialmente, se cargó el primer compartimiento con CO<sub>2</sub> inyectándolo desde la válvula de apertura o inicial a una presión de 25 bares; análogamente, se presurizó el compartimiento número 2 llevándolo a vacío. Una vez estabilizado el sistema, este fue desmontado y llevado a un baño de agua para regular su temperatura a 25 °C (*Figura 15*). Acto seguido, se abrió la válvula intermedia para permitir el paso de CO<sub>2</sub> hacia el segundo compartimiento donde se encontraba la espuma muestra. Posteriormente, se dejó estabilizar el sistema durante 1 hora registrando así la presión final. Con el fin de evaluar la influencia de la presión en la sorción, se realizaron ensayos variando ésta desde 4 hasta 30 bares. Cabe resaltar que los volúmenes de ambas celdas son constantes y definidos por el equipo. Una vez terminado el ensayo de sorción, la celda fue ubicada de nuevo en el montaje de la *Figura 14*, en donde fue despresurizada para extraer la muestra <sup>62</sup>.

---

<sup>62</sup> CZICHOS; SAITO; SMITH. Op. Cit., 1232 P.

**Figura 14.** Célula de equilibrio para decaimiento de presión empleada para los ensayos de captura de CO<sub>2</sub>. En las partes: a) válvula de entrada para CO<sub>2</sub>; 1) celda de carga; b) válvula intermedia; 2) celda de muestra; c) válvula de vacío.



**Figura 15.** Montaje para control de temperatura en baño de agua empleado para la célula de equilibrio por decaimiento de presión.



## 5. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

### 5.1. CARACTERIZACIÓN DE LÍQUIDOS IÓNICOS

**5.1.1 Caracterización estructural y termogravimétrica mediante FTIR, RMN y TGA del LI [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly].** El [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] es un líquido iónico reportado recientemente, y que se ha aplicado en la captura de CO<sub>2</sub>, por lo cual aparece reportado en pocos artículos <sup>63</sup>, lo que hace complejo sintetizar este producto. El espectro IR para el [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] se muestra en la *Figura 16*, el cual se comparó con el reportado por Bihong et al. <sup>64</sup> (*Anexo A*). Se observan señales representativas de los grupos hidroxilo y la formación de la sal de amina cuaternaria superpuestas en una banda ancha en 3361 cm<sup>-1</sup>; adicionalmente, se evidencian las señales entre 1635, 1560 y 1400 cm<sup>-1</sup> correspondientes a las vibraciones C=N, C=C del anillo del imidazol y vibración del enlace O-H <sup>65</sup>. Las señales del espectro presentadas en el *Anexo B* permiten corroborar la presencia de grupos característicos del LI, indicando que el compuesto sintetizado corresponde al [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly].

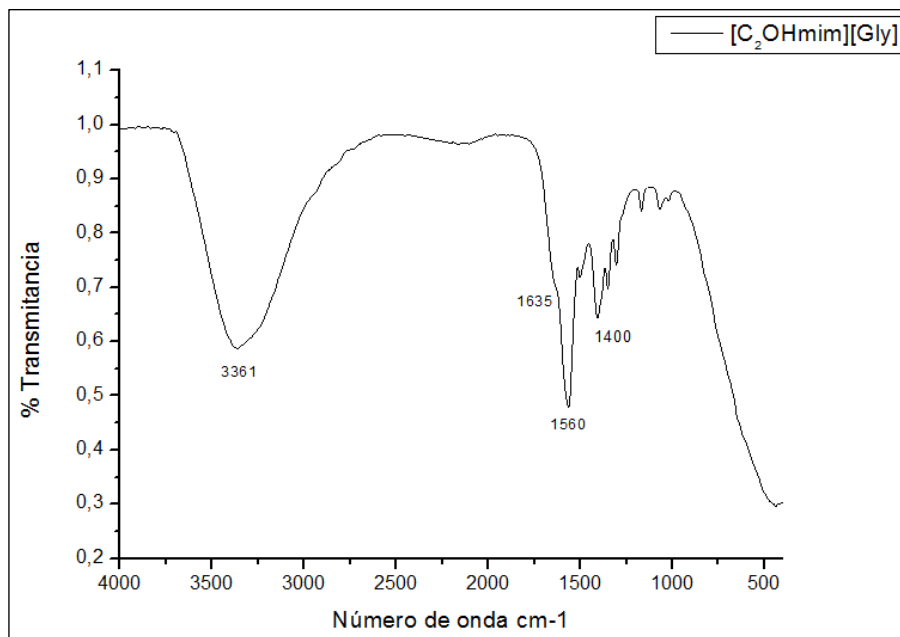
---

<sup>63</sup> BIHONG, Lv, et al. Op. Cit., P 1-6.

<sup>64</sup> *Ibíd.*, p. 3.

<sup>65</sup> CABILDO, et al. Op. Cit., P 262.

**Figura 16.** Espectro IR del LI [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] sintetizado en el laboratorio LIQS.



El [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] sintetizado se analizó por RMN de carbono 13, la *Figura 17* muestra el espectro obtenido el cual presentó 11 señales (*Tabla 2*) que fueron identificadas y comparadas con tablas teóricas <sup>66</sup>. Se analizaron las interacciones de los diferentes carbonos presentes en el anión y catión del LI (*Figura 2*), confirmando que la estructura del LI obtenido concuerda con la reportada por Bihong et al <sup>67</sup>.

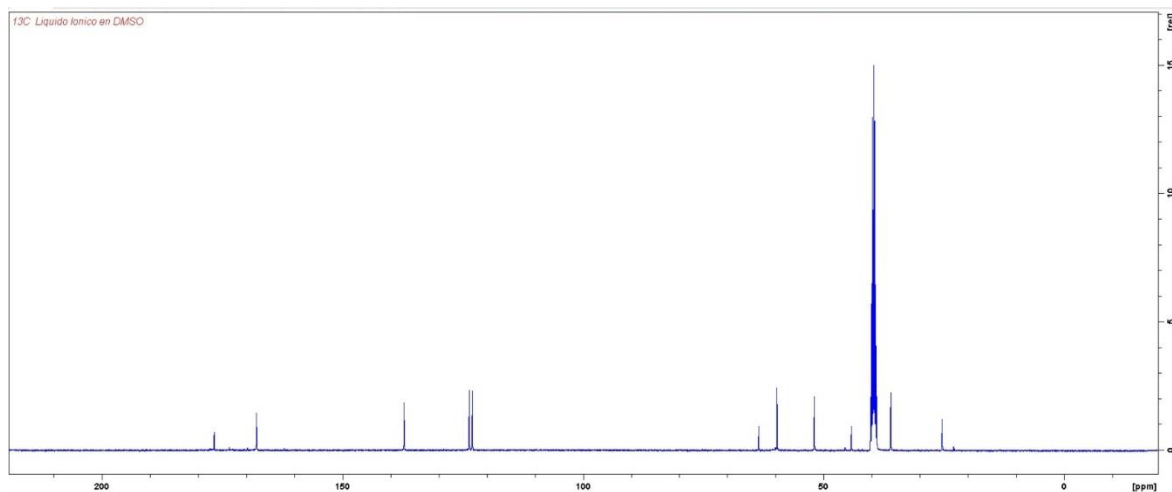
<sup>66</sup> PRETSCH, et al. Op. Cit., 485 p.

<sup>67</sup> BIHONG, Lv, et al. Op. Cit., P 1-6.

**Tabla 2.** Señales RMN  $^{13}\text{C}$  identificadas para el  $[\text{C}_2\text{OHMIM}][\text{Gly}]$ .

Señal	Rango [ppm]	Descripción
1	20-30	R-CH <sub>3</sub> (primario) // R-CH <sub>2</sub> -R
2	30-38	(secundario)
3	40	CH <sub>3</sub> -N-
4	40-50	CH <sub>2</sub> -N-
5	52	
6	60	CH-N-
7	63	
8	120-130 (doble)	-C=C- Heteroaromáticos
9	130-140	
10	168	R-COO-R
11	178	

**Figura 17.** Espectro  $^{13}\text{C}$  RMN obtenido del  $[\text{C}_2\text{OHMIM}][\text{Gly}]$ .



Se llevó a cabo un análisis termogravimétrico para el [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] que permitió obtener información sobre la descomposición y estabilidad térmica de este LI. El *Anexo C* muestra el termograma reportado por Bihong et al.<sup>68</sup> mientras que la *Tabla 3* muestra las temperaturas y etapas de degradación obtenidas experimentalmente del [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly], indicando una descomposición en multietapas, en la que los productos intermedios no son estables (*Anexo D*). Además, el termograma experimental del LI muestra que el compuesto se descompone en su mayoría en un rango de 98°C a 148°C, atribuidos a la pérdida de agua, pues para fines prácticos se disolvió en este solvente. Se evidenció una segunda y tercera etapa de 148 °C a 271°C y de 271°C a 468°C respectivamente, correspondientes a la degradación del catión imidazol e impurezas presentes<sup>69</sup>; a partir de los 468°C el líquido no se descompone más, este residuo se atribuye al anión glicinato, el cual posee un alto punto de ebullición, perdiendo en total el 72,35% de peso. El termograma reportado por Bihong et al.<sup>70</sup> para este LI no permite una comparación directa ya que el análisis se hizo a diferentes condiciones experimentales; sin embargo, el porcentaje de pérdida final reportado para este compuesto fue del 70%, concordando con lo hallado en nuestro caso y atribuido a la presencia del anión glicinato.

Finalmente, se realizaron pruebas de solubilidad las cuales dieron como resultado al agua como el mejor disolvente para este LI, debido a que los demás compuestos no lo solubilizan del todo.

---

<sup>68</sup> BIHONG, Lv, et al. Op. Cit., P 3.

<sup>69</sup> FERNANDEZ, et al. Op. Cit., P 83-88.

<sup>70</sup> BIHONG, Lv, et al. Op. Cit., P 2.

**Tabla 3.** Descomposición del [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] observado mediante TGA.

<b>[C<sub>2</sub>OHMIM][Gly]</b>	
Primera etapa [°C]	98,06 – 148,86
% de pérdida	55,7
Segunda etapa [°C]	148,86 – 271,28
% de pérdida	7,75
Tercera etapa [°C]	271,28 – 468,76
% de pérdida	8,9

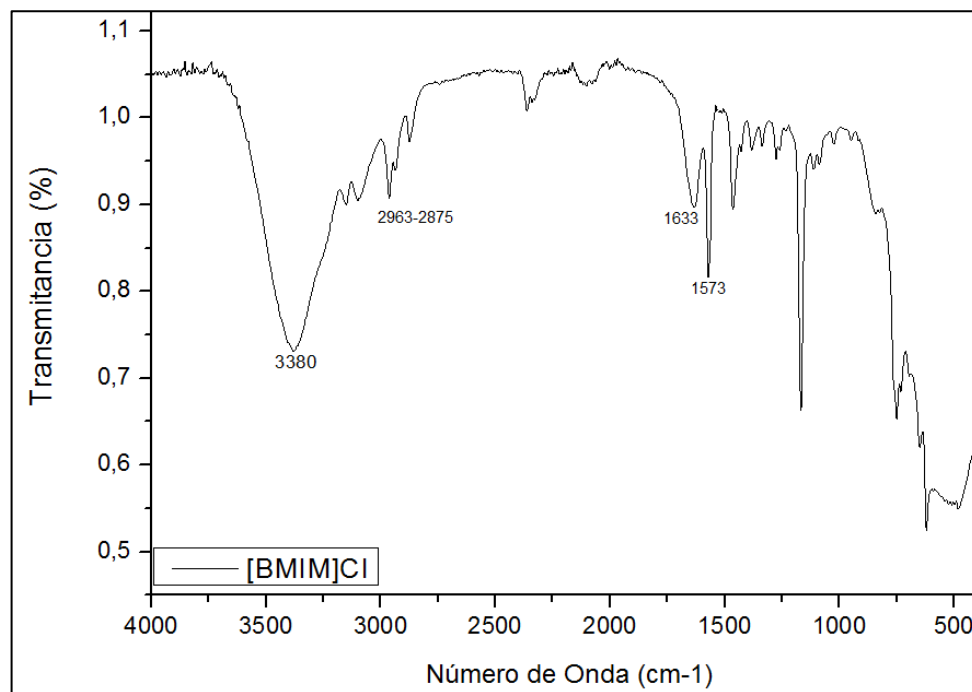
### 5.1.2 Caracterización estructural del [BMIM]Cl mediante espectroscopia FTIR.

El [BMIM]Cl sintetizado se caracterizó por espectroscopia infrarroja (*Figura 18*) y se comparó posteriormente con el reportado por Dharaskar et al. (*Anexo E*)<sup>71</sup>, donde se evidenciaron bandas representativas del grupo imidazol. La señal correspondiente al 3380 cm<sup>-1</sup> se debe a la formación de sal de amina cuaternaria con cloro<sup>72</sup>. Las bandas asociadas a los números de onda de 2963 cm<sup>-1</sup>, 2936 cm<sup>-1</sup> y 2875 cm<sup>-1</sup> corresponden a la vibración asimétrica y simétrica del enlace C-H de los metilenos y metilos, mientras que las señales 1633 cm<sup>-1</sup> y 1573 cm<sup>-1</sup> se originan por los estiramientos C=C y C=N del anillo imidazol. Las señales obtenidas corresponden a los grupos pertenecientes al [BMIM]Cl (*Anexo F*) indicando que el compuesto fue sintetizado.

<sup>71</sup> DHARASKAR, et al. Op. Cit., 9 p.

<sup>72</sup> *Ibíd.*, 9 p.

**Figura 18.** Espectro IR del LI [BMIM]Cl sintetizado en el laboratorio LIQS.



Debido a la coloración oscura del LI, se utilizó al proceso de purificación descrito en la metodología el cual atenuó la coloración del compuesto; la columna empleada en el tercer proceso de purificación permitió remover color; sin embargo, este método no modificó la estructura del LI <sup>73</sup>.

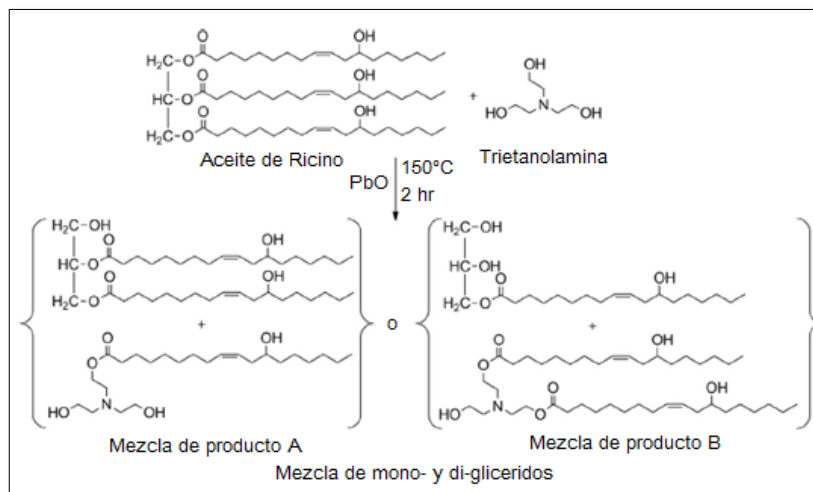
## **5.2. CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL DE LOS POLIOLES MODIFICADOS**

**5.2.1 Caracterización de la transesterificación del aceite de ricino mediante espectroscopia FTIR y espectrometría de masas.** Para aumentar el número de grupos hidroxilo del aceite de ricino, se modificaron químicamente los grupos éster que convierte el triglicérido en monoglicéridos y diglicéridos, mediante una

<sup>73</sup> EARLE, et al. Op. Cit. P 758-764.

reacción de transesterificación con moléculas de trietanolamina. Las posibles mezclas de productos obtenidos se ilustran en la *Figura 19*.

**Figura 19.** Mezclas posibles de productos provenientes de la transesterificación del aceite de ricino con TEA.



Fuente: DAVE, Vivek. PATEL, Hasmukh.

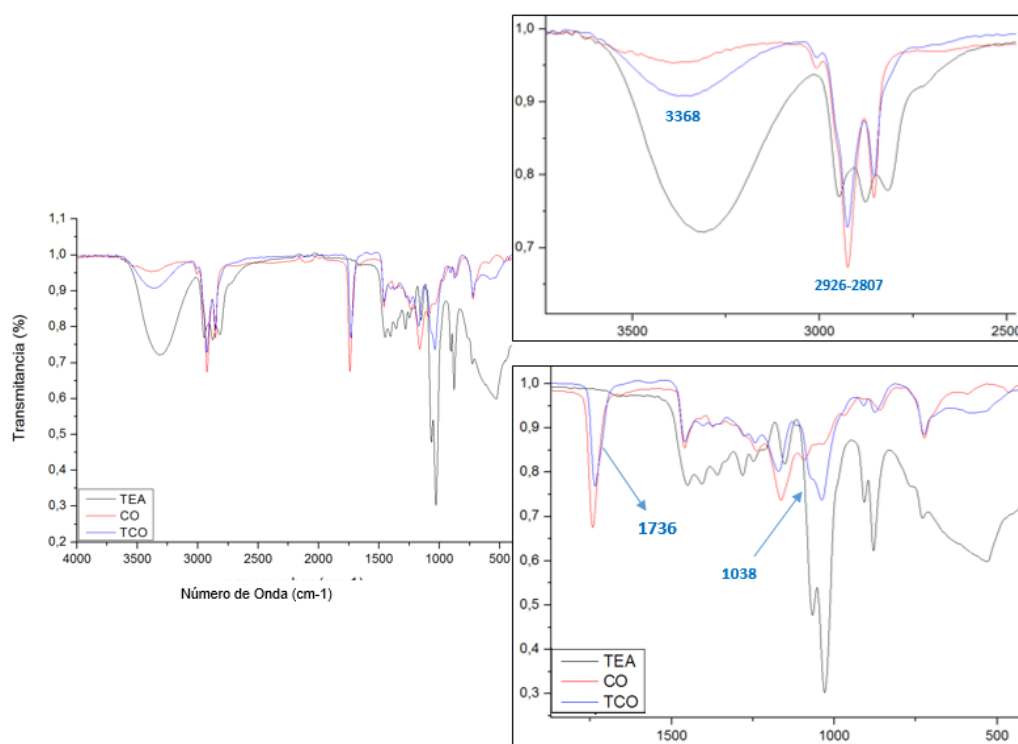
La espectroscopia infrarroja permitió monitorear cualitativamente el proceso de transesterificación. Los espectros FTIR (*Figura 20*) correspondientes al CO, TEA y TCO, evidencian la presencia de los grupos químicos representativos <sup>74,75</sup>. La transesterificación (TCO) modifica el triglicérido rompiendo su cadena y adicionando grupos hidroxilo y amino 3°, aumentando su reactividad. El espectro de TCO arrojó un aumento en la intensidad de la señal en 3368 cm<sup>-1</sup> correspondiente a los estiramientos de grupos hidroxilo tanto de los alcoholes del TEA, como los pertinentes al di y monoglicérido. Las señales presentes en el rango de 2926 a 2807

<sup>74</sup> DANG, Luong; et al. Synthesis and characterization of castor oil-segmented thermoplastic polyurethane with controlled mechanical properties. *European Polymer Journal*. 2016, vol. 81. p. 129-137. DOI: 10.1016/j.eurpolymj.2016.05.024.

<sup>75</sup> STANDARD REFERENCE DATA NIST. Triethanolamine. En línea: <https://www.nist.gov/srd>.

$\text{cm}^{-1}$ , se refieren a los estiramiento asimétricos y simétricos de la cadena carbonada; también se evidencia la presencia de grupos carbonilo en  $1736 \text{ cm}^{-1}$ , mientras que las bandas entre el rango de  $1100$  a  $900 \text{ cm}^{-1}$  corresponden a las vibraciones C-N de aminas terciarias y C-O proveniente de grupos ésteres <sup>76</sup>. La asignación de las demás bandas de TCO, comparadas con las de sus precursores, se encuentra registrada en el Anexo G.

**Figura 20.** Espectro IR transesterificación del aceite de ricino (TCO) en comparación con sus precursores el aceite de castor (CO) y trietanolamina (TEA).

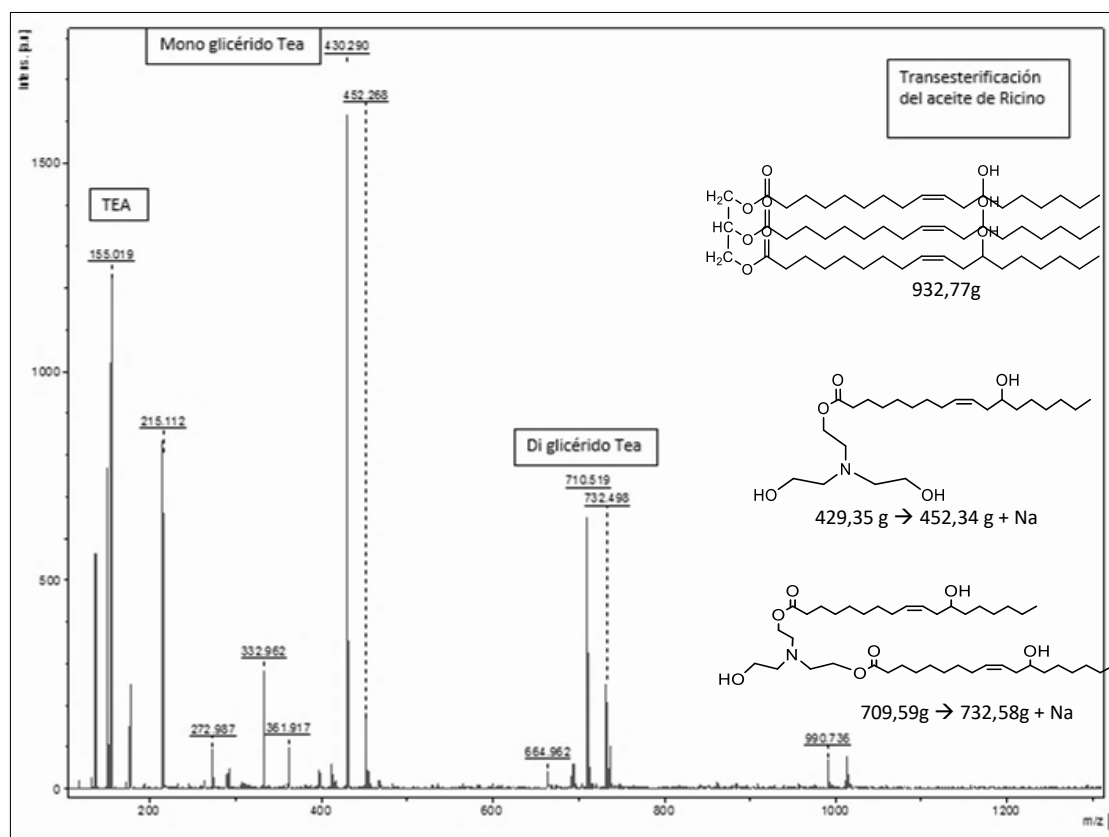


Para complementar los resultados obtenidos por Espectroscopia Infrarroja se realizó un análisis por Espectrometría de Masas, el cual permitió identificar los

<sup>76</sup> KUMAR, Sunnil; et al. Production and Characterization of Biodiesel Using Nonedible Castor Oil by Immobilized Lipase from *Bacillus aerius*. *BioMed Research International*. 2015, vol. 2015. DOI: 10.1155/2015/281934

compuestos presentes en la mezcla. Se observa la mayor abundancia para los compuestos monoglicérido y diglicérido (*Figura 21*). Se evidencia que el producto de la transesterificación posee en mayor proporción monoglicéridos unidos al grupo amino de la TEA <sup>77</sup>.

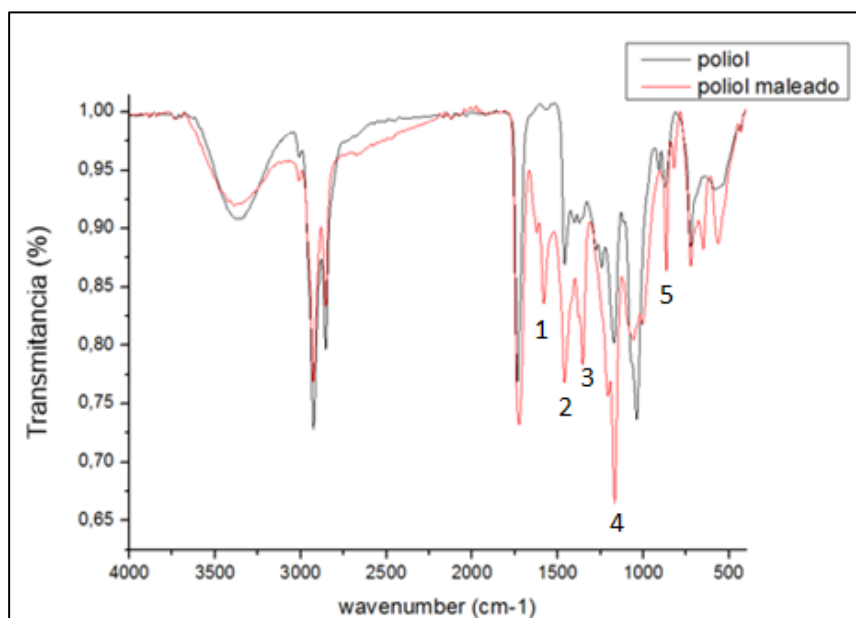
**Figura 21.** Espectro de masas para el aceite de ricino transesterificado ilustrando los compuestos mayoritarios de la mezcla.



<sup>77</sup> NIEMAN T. HOLLER F. SKOOG D. Principios de Análisis Instrumental. 5 ed. Madrid. McGraw Hill. 2001. 1070 p. ISBN: 84-481-2775-7

**5.2.2 Caracterización de la modificación del polioliol con anhídrido maléico mediante espectroscopia FTIR y espectrometría de masas.** Se realizó una segunda modificación al polioliol transesterificado con la finalidad de aumentar la acidez en la cadena; para ello se utilizaron como precursores polioliol (TCO) y anhídrido maléico. En la *figura 22* se presenta el espectro FTIR obtenido en donde se observa una señal intensa alrededor de  $1675\text{ cm}^{-1}$ , lo cual se atribuye a una mayor cantidad de grupos carbonilo y una leve disminución en la señal a  $3450\text{ cm}^{-1}$  correspondiente a la señal del grupo hidroxilo, debido a que la adición de grupos carbonilo como resultado de la escisión del anillo del anhídrido maléico <sup>78</sup>, se presenta en los grupos OH. Adicionalmente, se evidencia un aumento en intensidad de las señales atribuidas al grupo carbonilo (señales 1, 3, 4 y 5), indicando que el producto obtenido de la maleación es el esperado.

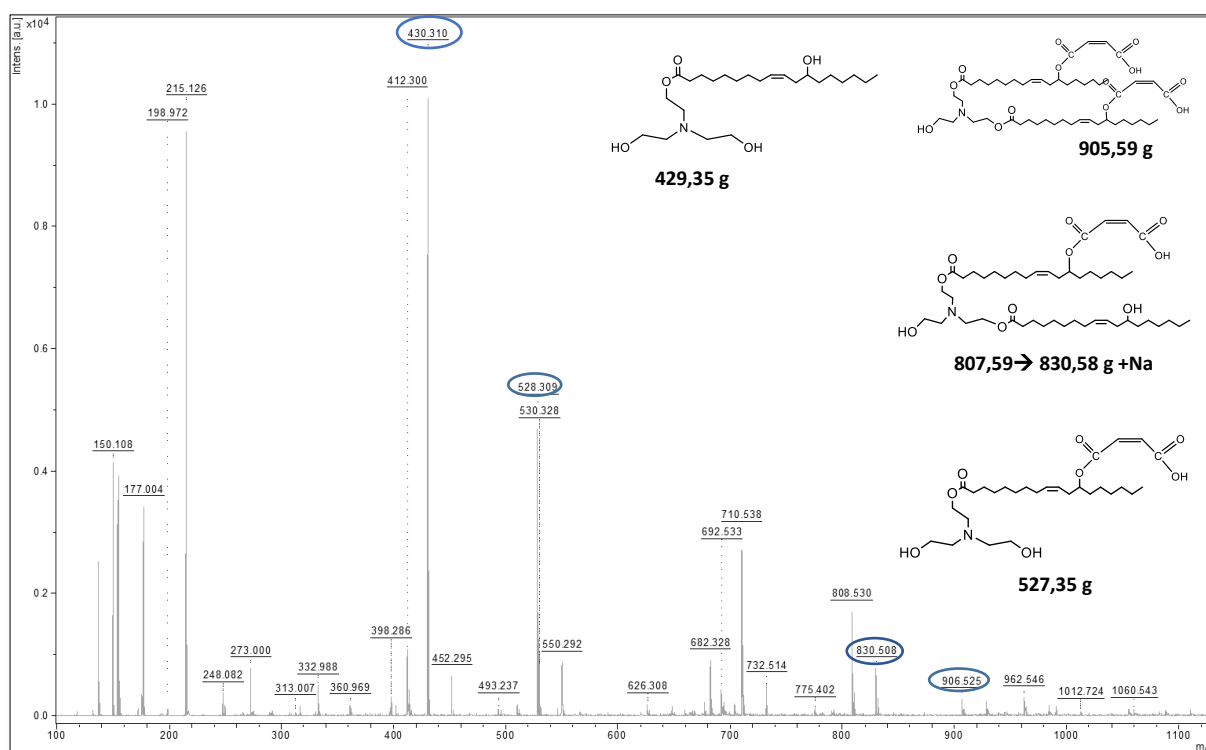
**Figura 22.** Espectro IR maleación del polioliol maleado en comparación con polioliol sin malear.



<sup>78</sup> KUMAR, Sashivinay. PALANISAMY, Aruna. Anionic waterborne polyurethane dispersions from maleated cotton seed oil polyol carrying ionisable groups. *Colloid and Polymer Science*. 2016, vol. 294. p. 347-355. DOI: 10.1007/s00396-015-3787-1.

El polioli maleado se analizó mediante espectrometría de masas en el que se evidenciaron las abundancias de los productos resultantes. El polioli final resultó ser una mezcla de monoglicéridos y diglicéridos maleados <sup>79</sup>; sin embargo, el compuesto de mayor abundancia continuó siendo el monoglicérido transesterificado (Figura 23).

**Figura 23.** Espectro de Masas del polioli maleado ilustrando los compuestos mayoritarios en la mezcla.



<sup>79</sup> MAZO, Paula; et al. Kinetics of the Transesterification of Castor Oil with Maleic Anhydride Using Conventional and Microwave Heating. *Journal of the American Oil Chemists' Society*. 2012, vol. 89. p. 1355–1361. DOI: 10.1007/s11746-012-2020-3

**5.2.3 Cuantificación de Índice de Hidroxilo e Índice de Acidez del Polioli modificado.** Se determinó el índice de grupos hidroxilo en el aceite de ricino y el índice de grupos hidroxilo y el índice de acidez en el polioli (después de la transesterificación del aceite de ricino) y en el polioli maleado; los resultados obtenidos se presentan en la *Tabla 4*.

**Tabla 4.** Resultados obtenidos para el Índice de hidroxilo y el Índice de acidez durante la síntesis del polímero.

	Índice de hidroxilo (mg KOH/g)	Índice de Acidez ( mg KOH/g)
Aceite de Ricino	160.02	1,5
Polioli	281.60	3,47
Polioli Maleado	153.90	114.4

Estos resultados muestran claramente un aumento en la cantidad de grupos OH y con ello, en la reactividad de la cadena polimérica, luego del proceso de transesterificación; este valor, posterior de la maleación, disminuye indicando que las escisiones del aceite de ricino y del anhídrido maléico se llevaron a cabo satisfactoriamente. Luego de la maleación se presenta un aumento significativo en la acidez indicando que se cumplió con el objetivo de modificar y aumentar la reactividad de la cadena <sup>80</sup>.

Para la segunda maleación (sin solvente) se determinó el índice de hidroxilo: 133,77 mg KOH/g maleado y el índice de acidez: 73,16 mg KOH/g maleado, los cuales disminuyeron considerablemente cuando se compara con los resultados

<sup>80</sup> NIEMAN; HOLLER; SKOOG. Op. Cit., P. 409.

obtenidos en la primera maleación, indicando que probablemente el solvente contribuye en una mejor homogenización de los reactantes y por tanto se obtiene un mejor resultado <sup>81</sup>.

La cantidad de grupos hidroxilo en el polioliol maleado es baja respecto al polioliol transesterificado, afectando la interacción de estos grupos hidroxilo con el HDI, generando menor cantidad de uniones tipo uretano <sup>82,83</sup> respecto al polioliol transesterificado, repercutiendo en la rigidez y curado de los materiales <sup>84</sup>.; razón por la cual los polilíquidos obtenidos presentaban una textura flexible y poco rígida, caso contrario a los compositos, los cuales son materiales más rígidos. Sin embargo, los compositos obtenidos no eran viables para capturar CO<sub>2</sub>; ya que la morfología obtenida no permite el flujo de gas. Por tanto, con el objetivo de mejorar la textura, estabilidad del material y obtener un material poroso, se decidió sintetizar espumas de poliuretano <sup>85</sup>.

---

<sup>81</sup> NIEMAN; HOLLER; SKOOG. Op. Cit., P. 435.

<sup>82</sup> I.R. CLEMITSON. CASTABLE. Polyurethane Elastomers. Second Edition. CRC. 2015. ISBN 9781498726375. P. 13-49

<sup>83</sup> CARRIÇO, Camilo. FRAGA, Thaís. PASA, Vanya. Production and characterization of polyurethane foams from a simple mixture of castor oil, crude glycerol and untreated lignin as bio-based polyols. European Polymer Journal. 2016, vol. 85. p. 53-61. DOI: 10.1016/j.eurpolymj.2016.10.012.

<sup>84</sup> DANG; et al. Op. Cit., P. 129-137.

<sup>85</sup> DEFONSEKA. Chris. Practical Guide to Flexible Polyurethane Foams. Shrewsbury: Smithers Rapra, 2013. eBook Collection (EBSCOhost), EBSCOhost (accessed February 14, 2017). ISBN-13: 978-1847359742

### 5.3. ANÁLISIS ESTRUCTURAL DE POLILÍQUIDOS IÓNICOS A PARTIR DE PU MALEADO Y LI

**5.3.1 Caracterización FTIR de Poliuretano Maleado.** El poliuretano maleado se obtuvo a partir del poliol maleado y HDI. Este compuesto se caracterizó mediante la norma ASTM D2572-97 para la determinación de grupos isocianatos. Se obtuvo un índice de acidez de 87,63 mg KOH/g, indicando la formación del polímero, ya que el valor del índice de acidez disminuyó respecto a su precursor (índice del poliol maleado= 111,4 mg KOH/g poliol).

Al comparar el espectro IR del poliol maleado y del poliuretano maleado (*Anexo H*) se evidenció un leve corrimiento en la señal del grupo carbonilo y un aumento en su intensidad a  $1680\text{ cm}^{-1}$ ; el corrimiento es hacia un menor número de onda comparado con la del PU maleado, indicando que la reacción originó uniones de enlace tipo uretano con interacciones tipo puente de hidrógeno; también se observan señales correspondientes a la tijereta del metileno en  $2940\text{ cm}^{-1}$  <sup>86</sup>. El PU maleado obtenido curó adecuadamente, pero posee una estructura poco rígida, atribuida a la baja cantidad de grupos hidroxilo, ya que la función de estos grupos en el polímero es permitir la unión de las cadenas mediante enlaces de tipo uretano, los cuales le confieren mayor rigidez a la cadena polimérica <sup>87</sup>.

**5.3.2 Caracterización FTIR de Polilíquidos Iónicos.** Para la síntesis de polilíquidos iónicos se consideró una relación molar 1:1 entre sus precursores el PU maleado y el [BMIM]Cl con base en el índice de acidez determinado. El compuesto obtenido presentó una coloración oscura y textura pegajosa sin curar completamente. Debido a estos resultados obtenidos, se decidió variar la síntesis

---

<sup>86</sup> I. R. CLEMITSON. CASTABLE. Op. Cit., P.13-49.

<sup>87</sup> SABU, Thomas. Physical Chemistry of Macromolecules. Macro to Nanoscales. Apple Academic press. 2014. p. 367–384. ISBN: 978-1-926895-64-2

del polilíquido; mediante el método directo descrito en la metodología, es decir, agregando simultáneamente polioliol maleado, HDI, líquido iónico y sus respectivos catalizadores. Se sintetizó el polilíquido al 5 y 10% en peso del [BMIM]Cl, obteniéndose una membrana sólida, curada y endeble.

Los polilíquidos se caracterizaron mediante espectroscopia IR (*Anexo I*) en los que se observó una banda ancha característica de la sal de amina cuaternaria a  $3330\text{ cm}^{-1}$  del LI <sup>88</sup>; las bandas más intensas de los metilenos en  $2925\text{ cm}^{-1}$  y  $2857\text{ cm}^{-1}$  debido a que tanto el LI como el PU maleado poseen metilenos en sus estructuras y el grupo carbonilo de los uretanos en  $1680\text{ cm}^{-1}$  que indica la formación de puentes de hidrógeno <sup>89</sup> entre el PU y el líquido iónico. El espectro IR para el Polilíquido al 5% [BMIM]Cl mostró las mismas bandas características y se comparó con respecto al Polilíquido al 10% [BMIM]Cl, variando únicamente en la intensidad de las bandas (*Anexo J*).

#### **5.4. ANÁLISIS ESTRUCTURAL DE COMPOSITOS A PARTIR DE PU Y LIs.**

**5.4.1 Caracterización FTIR de Poliuretano.** Esta síntesis se realizó dos veces disminuyendo la cantidad de solvente MEK, ya que inicialmente se obtuvo un PU muy líquido, mientras que en la segunda síntesis se obtuvo un compuesto gelatinoso sólido. El PU sin malear se caracterizó mediante espectroscopia IR comparándose con el polioliol, evidenciándose el aumento en la intensidad de la señal del carbonilo de los grupos uretano en  $1740\text{ cm}^{-1}$ , una señal de baja intensidad en

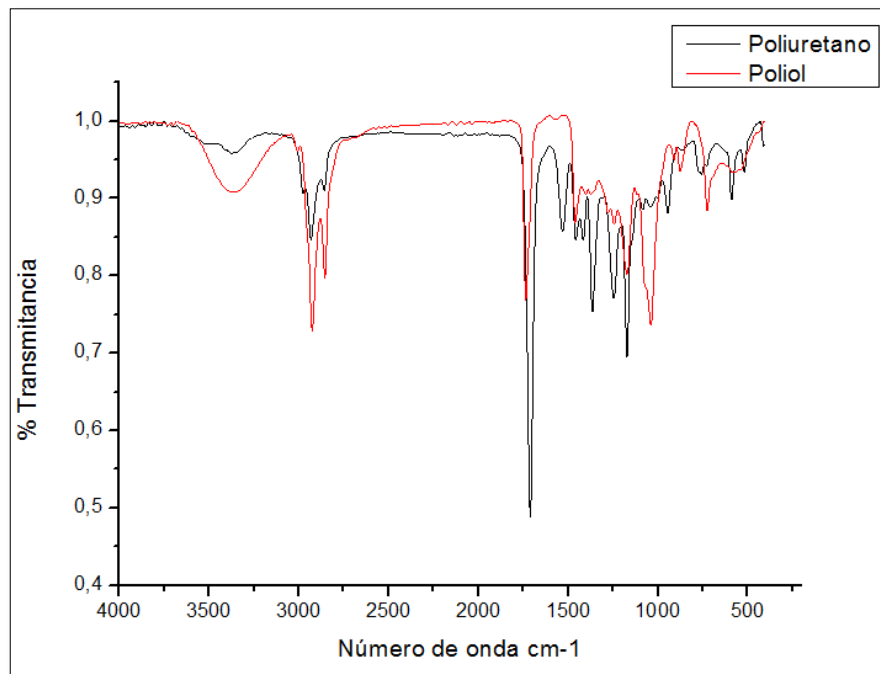
---

<sup>88</sup> DHARASKAR; et al. Op. Cit., P. 9.

<sup>89</sup> I. R. CLEMITSON. CASTABLE. Op. Cit., P. 13-49

3310  $\text{cm}^{-1}$  correspondiente a la vibración N-H de los grupos uretano y una disminución en la señal de grupos hidroxilo que se superpone con la señal de vibración N-H (Figura 24)<sup>90,91</sup>. Además, se mantienen todas las señales correspondientes a la cadena carbonada principal, variando en sus intensidades; indicando que se generó un polímero enlazado mediante grupos uretano.

**Figura 24.** Espectro IR de PU obtenido experimentalmente (negro) en comparación con el polioli sin malear.



<sup>90</sup> KUMAR, Sashivinay. PALANISAMY. Op. Cit., P. 347-355.

<sup>91</sup> SABU. Op. Cit. P. 367-384

**5.4.2 Caracterización FTIR de Compositos.** Inicialmente, el composito se sintetizó de manera convencional y como estaba reportado por Liang et al. obteniéndose como producto un material sin curar y heterogéneo, observándose la formación de dos fases, una sólida y una líquida. Con base en estos resultados, se decidió realizar la síntesis mediante el método directo, similar al descrito para los polilíquidos; en donde se varió la relación entre el polioliol y el HDI y cada LI [BMIM]Cl y [C<sub>2</sub>OHMIM]Gly. Los compositos obtenidos presentaron una textura pegajosa; además el composito del [C<sub>2</sub>OHMIM]Gly no presentó homogeneidad y se obtuvo un precipitado marrón, atribuido al LI. Se descartó este material debido a su textura pegajosa y la presencia de dos fases. Se realizaron más pruebas con el [C<sub>2</sub>OHMIM]Gly variando las relaciones entre el polioliol, HDI y la cantidad del LI, generándose en todos los casos un material que mostraba dos fases y textura pegajosa.

Para mejorar la textura pegajosa de los compositos se decidió ensayar nuevamente con la relación 1:1.2 mediante el método directo, variando la cantidad del [BMIM]Cl en peso. Produciéndose un compuesto con una textura menos pegajosa y una buena curación. Estos compuestos se caracterizaron por espectroscopia infrarroja (*Anexo K*) y se observó que el composito al 5% [BMIM]Cl presentaba bandas definidas correspondientes a los grupos uretano como la señal del carbonilo de los en  $1740\text{ cm}^{-1}$  y la señal en  $3310\text{ cm}^{-1}$  correspondiente a la vibración N-H<sup>92</sup>. También se encontró una señal en  $800\text{ cm}^{-1}$  correspondiente a la vibración N-H del [BMIM]Cl, y las señales de la tijereta del metileno alrededor de  $2900\text{ cm}^{-1}$  proveniente del LI y de su matriz<sup>93</sup>. Los espectros de los compositos obtenidos son similares variando levemente en las intensidades de señales (*Anexo L*), debido a la cantidad de LI presente.

---

<sup>92</sup> I. R. CLEMITSON. CASTABLE. Op. Cit., P. 13-49

<sup>93</sup> UNAM. Tabla señales Espectroscopia Infrarroja. (2011). [En Línea] (recuperado 12 octubre 2016) Disponible en: [.http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/TablasIR\\_15437.pdf](http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/TablasIR_15437.pdf)

## **5.5. ANÁLISIS DE ESPUMAS MALEADAS A PARTIR DE PU MALEADO Y [BMIM]Cl**

Se realizaron múltiples ensayos a prueba y error, variando todos los reactantes de la síntesis, obteniéndose siempre resultados negativos en la textura de las espumas. Adicionalmente cuando se realizaba cada réplica de los ensayos el producto final variaba, indicando resultados aleatorios y no controlados. Sólo una síntesis produjo una espuma estable en su textura, pero este procedimiento no pudo reproducirse, pues, al replicar la síntesis el producto final no era el mismo; razón por la cual se descartó esta espuma de polilíquido, ya que sus resultados varían conforme a patrones no controlados. Se deduce que la cantidad de grupos hidroxilo presentes en el polioliol contribuyen a la rigidez y estabilidad de la espuma formada, como se había discutido anteriormente, el polioliol maleado posee una menor cantidad de grupos hidroxilo, disminuyendo la formación de enlaces tipo uretano, produciendo poca rigidez al producto <sup>94,95</sup>.

## **5.6. CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL, TÉRMICA Y MORFOLÓGICA DE ESPUMAS A PARTIR DE PU Y LIS: [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] Y [BMIM]Cl**

**5.6.1 Análisis FTIR de espumas de PU con [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] y [BMIM]Cl.** Los materiales tipo espuma permiten que un gas pase a través de ella, posibilitando el proceso de sorción, como consecuencia de las interacciones entre los grupos amino de la espuma y el CO<sub>2</sub>. Estas espumas se encuentran en la clasificación de compositos; si bien su textura es diferente a las membranas predecesoras,

---

<sup>94</sup> FERNANDEZ; et al. Op. Cit., P. 83-88

<sup>95</sup> SABU. Op. Cit., P. 367-384

químicamente hablando corresponden al mismo compuesto y además, con esta nueva morfología, se potencializan sus propiedades fisicoquímicas <sup>96</sup>.

En la *Figura 25*, se observan los espectros IR de GB, G20, G30 y G40; en el cual se evidencia la presencia de señales correspondientes al grupo carbonilo en  $1735\text{ cm}^{-1}$ , enlace uretano no libre (formación de puente de hidrógeno con N-H) en  $1693\text{ cm}^{-1}$  <sup>97</sup>, correspondientes a la matriz de poliuretano, las cuales disminuyen a medida que aumenta la cantidad de LI, debido a que interfiere en la formación de los puentes de hidrógeno. Adicionalmente, un aumento en las señales en  $1637$  y  $1566\text{ cm}^{-1}$  pertenecientes al catión imidazol y vibración  $-\text{COO}^-$  del  $[\text{C}_2\text{OHMIM}][\text{Gly}]$  <sup>98</sup>, debido al aumento en la cantidad de LI; indicando que la espuma obtenida está compuesta por un polímero entrecruzado por enlaces uretano y en su interior embebido el LI <sup>99</sup>. En el Anexo B se muestran las señales asignadas de cada espuma donde se corrobora la presencia de grupos imidazol, aminas, carbonilo, metilos, metilenos y uretanos.

---

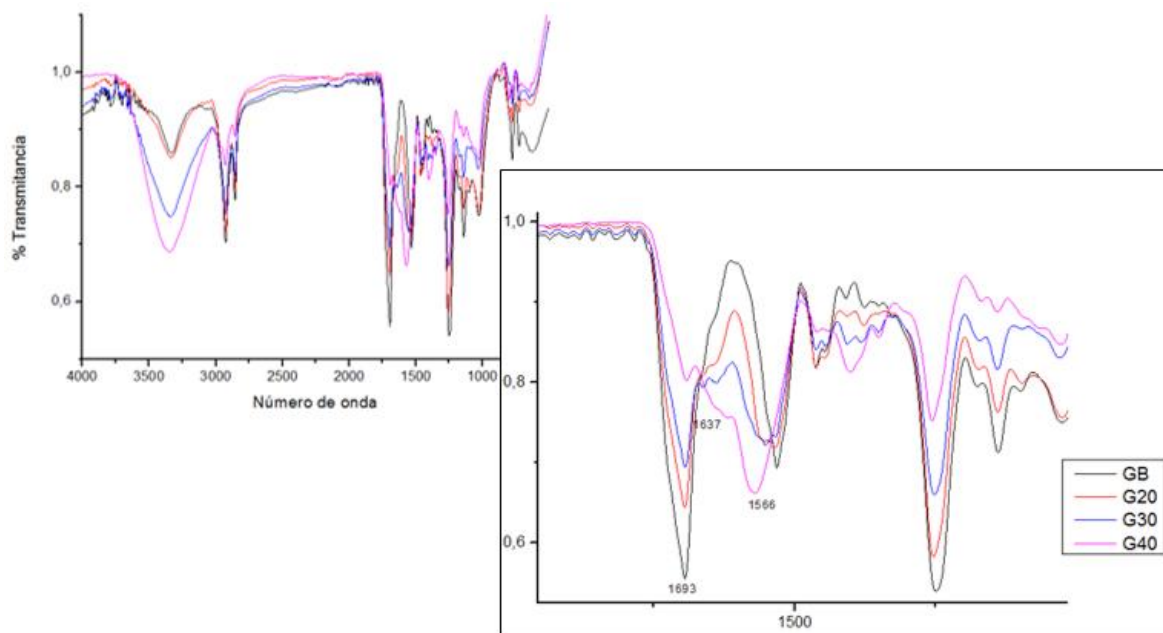
<sup>96</sup> SABU. Op. Cit., P. 367-384.

<sup>97</sup> I. R. CLEMITSON. CASTABLE. Op. Cit.,

<sup>98</sup> BIHONG, Lv; et al. Op. Cit., P. 1-6.

<sup>99</sup> CARRIÇO; FRAGA; PASA. Op. Cit., P. 53-61.

**Figura 25.** Espectros IR de las espumas GB, G20, G30 y G40.



La *Figura 26* muestra los espectros IR de las espumas con [BMIM]Cl, junto con la espuma blanco, donde se evidencian bandas características tanto del poliuretano como del LI. La primera señal reconocida aparece a  $3335\text{ cm}^{-1}$ , atribuida a los estiramientos O-H y N-H provenientes de los grupos hidroxilo y los grupos uretano de la cadena polimérica, junto con las vibraciones pertenecientes a la formación de la amina cuaternaria reportada por Dharaskar et al.<sup>100</sup>, la cual se intensifica a medida que hay una mayor presencia de LI embebido en la espuma. Posteriormente, se encuentra una señal en  $2963\text{ cm}^{-1}$  atribuida a la formación de sales de grupos amino<sup>101</sup>, junto con los estiramientos simétricos y asimétricos de

<sup>100</sup> DHARASKAR. Op. Cit., 9 P.

<sup>101</sup> Spectroscopy Tools. [En línea]. [Recuperado el 22 de Marzo, 2017]. Disponible en: <http://www.science-and-fun.de/tools/>.

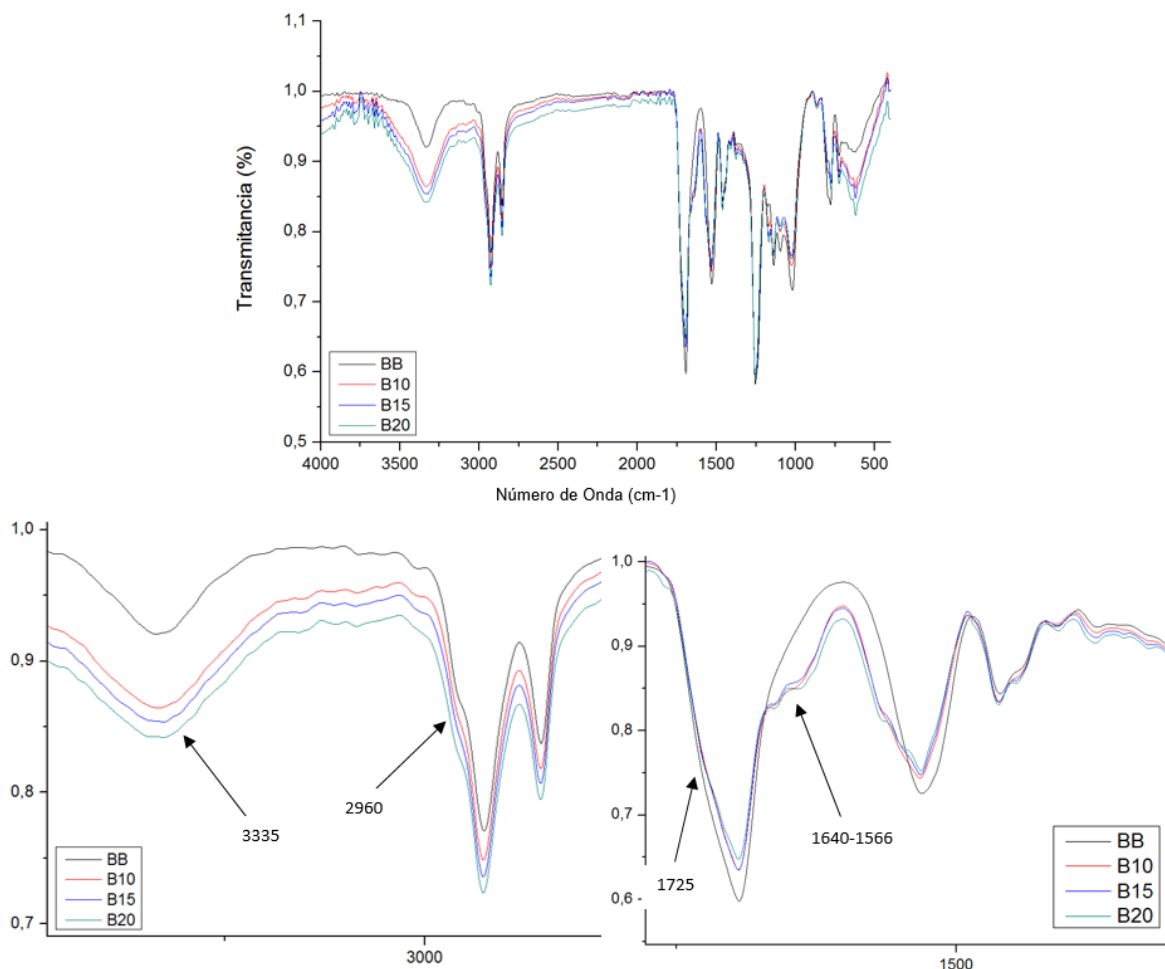
grupos metilenos <sup>102</sup>. Adicionalmente, se encuentran cuatro señales importantes en la región de 1750 a 1400  $\text{cm}^{-1}$ ; la primera señal en este rango es en 1725  $\text{cm}^{-1}$ , referente a los grupos uretano libres presentes en la cadena carbonada. Esta banda se superpone con la banda en 1695  $\text{cm}^{-1}$ , correspondiente también a los grupos carbonilo de uretano, con la peculiaridad de que estos se encuentran formando puentes de hidrógeno alrededor de toda la cadena carbonada <sup>103</sup>; la intensidad relativa de esta banda, indica una significativa presencia de este tipo de interacción, con lo cual se podría esbozar una posible estructura de red para los compositos de PU. Se comprueba la presencia de LI en las espumas mediante las señales de 1639 y 1566  $\text{cm}^{-1}$  que corresponden a las vibraciones C=C y C=N del anillo del imidazol, las cuales, aparecen únicamente para el B10, B15 y B20; la espuma BB al no haberse preparado con LI, evidentemente, carece de estas dos bandas representativas. La asignación completa de las bandas para las espumas estudiadas fue registrada en el *Anexo F*.

---

<sup>102</sup> DHARASKAR. Op. Cit., 9 P.

<sup>103</sup> I. R. CLEMITSON. CASTABLE. Op. Cit., P. 13-49.

**Figura 26.** Espectros IR de las espumas BB, B10, B15 y B20.

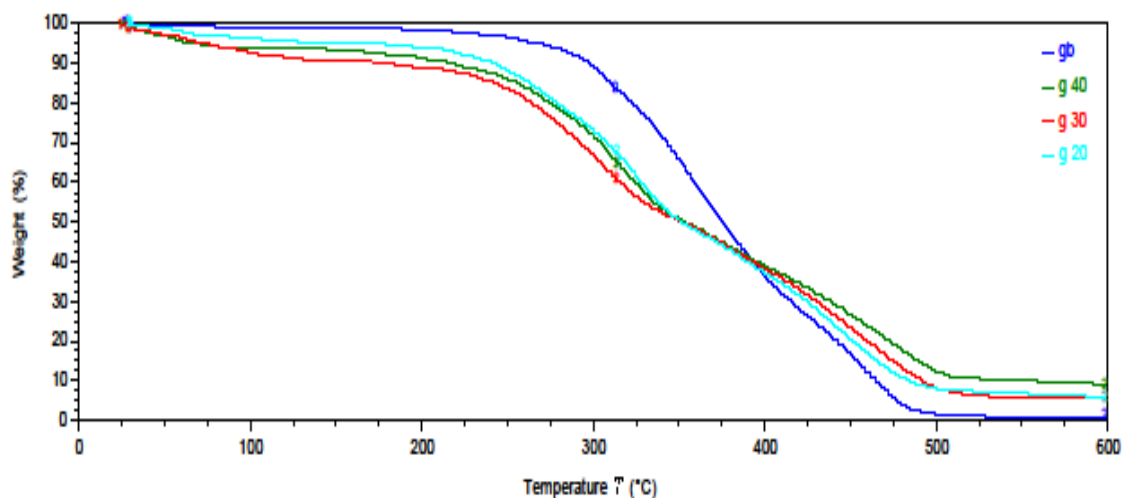


**5.6.2 Caracterización mediante RMN <sup>1</sup>H para espumas de [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] y [BMIM]Cl.** Los espectros de RMN de protones para las espumas con los líquidos iónicos [BMIM]Cl y [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] se realizaron con la finalidad de observar las posibles interacciones presentes entre el LI y la matriz polimérica; para la mayoría de las espumas, exceptuando el G30, se obtuvo una única señal en el rango de 2-3 ppm (*Anexos M y N*); independiente de esto, todas las señales observadas se

atribuyen principalmente a los protones presentes en la cadena carbonada de la matriz polimérica <sup>104</sup>. No se encontró relación alguna con señales para protones del LI por lo que no fue posible determinar el tipo de interacción entre la matriz y los LIs. Entre las posibles causas que evitaron observar el tipo de interacción se consideran la poca solubilidad de la espuma en el solvente y la relación entre la cantidad de PU y LI con respecto al peso total de muestra tomada para el estudio.

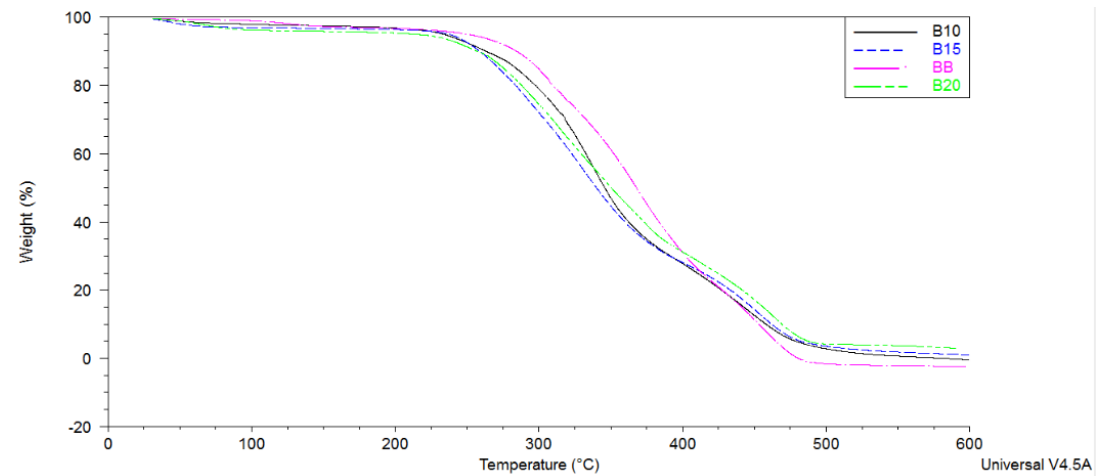
**5.6.3 Análisis Termogravimétrico (TGA) para las espumas de [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] y [BMIM]Cl.** El análisis termogravimétrico de las muestras se realizó bajo las siguientes condiciones: temperatura ambiente como la inicial, 600°C para la temperatura final, una rampa de 20°C/min, un flujo de nitrógeno y sin isoterma; en la *Figuras 27 y 28* se presentan los termogramas de las espumas con el LI [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] y [BMIM]Cl respectivamente.

**Figura 27.** Curvas termogravimétricas de las espumas compositas de [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly].



<sup>104</sup> PRETSCH; et al. Op. Cit., 485 P.

**Figura 28.** Curvas termogravimétricas de las espumas compuestas de [BMIM]Cl.



Las espumas con el LI [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] poseen cuatro etapas de descomposición y las espumas con el LI [BMIM]Cl presentan tres etapas de descomposición. En la *Tabla 5*, se observan las diferentes etapas de descomposición; para las espumas G20, G30 y G40, la 1° etapa corresponde a la pérdida de agua; la 2° etapa a la ruptura de enlaces tipo uretano para las espumas y para el LI la descomposición del catión imidazol; la 3° etapa se atribuye a la descomposición del catión imidazol. La espuma GB no posee LI, por lo cual se considera que en la 3° etapa se terminan de descomponer los enlaces uretano, finalmente la 4° etapa corresponde a la descomposición del polioliol. Estas etapas concuerdan con lo reportado por Fernández et al. <sup>105</sup>. A medida que aumenta la cantidad de LI disminuye el % de pérdida de muestra y disminuye la temperatura de degradación de la primera etapa, ya que el LI no se degrada completamente a una temperatura de 468°C, quedando un 28% de masa sin degradarse, comprobando que las espumas efectivamente poseen el LI en diferentes concentraciones <sup>106</sup>.

<sup>105</sup> FERNÁNDEZ; et al. Op. Cit., P. 83-88.

<sup>106</sup> LOTHENBACH, Barbara; et al. A Practical Guide to Microstructural Analysis of Cementitious Materials. Boca Raton: CRC Press, Taylor & Francis Group. 2016, p. 177-211. ISBN: 9781498738651

En las espumas de [BMIM]Cl la primera etapa de descomposición corresponde a la degradación de los enlaces tipo uretano ocurrida en un rango de temperatura de 205°C y 400°C; la segunda etapa corresponde a la descomposición del catión imidazol correspondiente a un rango de 200 °C a 350 °C <sup>107</sup>; la última etapa se atribuye a la descomposición del poliol a partir de los 400 °C <sup>108,109</sup>. Se observa que a mayor cantidad de LI menor es la cantidad de producto descompuesto y mayor es la temperatura de descomposición inicial.

**Tabla 5.** Resultados análisis termogravimétrico espumas de [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly].

	1°E [°C]	% pérdida	2°E [°C]	% pérdida	3°E [°C]	% pérdida	4°E [°C]	% pérdida
GB	104,98 – 214,57	1,98	214,57- 317,35	15,76	317,35- 426,25	54,89	426,25- 498,97	27,34
G20	81,14 – 201,10	5,97	201,10– 310,53	25,11	310,53- 351,17	18,77	351,17- 485,34	40,38
G30	66,20 - 152,56	9,37	152,56- 301,97	23,84	301,97- 337,46	13,95	337,46- 514,55	52,8
G40	65,74 – 176,58	7,43	176,58- 301,68	21,41	301,68- 346,98	22,67	346,98- 511,26	40,69
BB	230,05- 341,65	34	341,65- 419,30	43,12	419,30 - 503,43	22,46	-	-
B10	205,26- 316,70	28,83	316,70- 389,47	40,64	389,47- 492,82	27,16	-	-

<sup>107</sup> DHARASKAR; et al. Op. Cit., 9 P.

<sup>108</sup> FERNÁNDEZ; et al. Op. Cit., P. 83-88.

<sup>109</sup> MACÍAS, Mario. Estudio de las transformaciones en estado sólido de las arcillas de San José de Cúcuta utilizadas en la fabricación de baldosas mediante caracterización mineralógica por difracción de rayos x de muestras policristalinas 2006. 93 p. [En línea]. Tesis de pregrado. Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, Colombia. (recuperado 10 enero 2017) Disponible: <http://repositorio.uis.edu.co/jspui/bitstream/123456789/530/2/122003.pdf>

	1°E [°C]	% pérdida	2°E [°C]	% pérdida	3°E [°C]	% pérdida	4°E [°C]	% pérdida
B15	217,89- 360,96	60,56	360,96- 436,71	20,54	436,71- 494,96	15,02	-	-
B20	228,25- 318,78	35,22	318,78- 388,29	30,49	388,29- 480,65	27,92	-	-

Las espumas de [BMIM]Cl son más estables a bajas temperaturas en comparación con las espumas de [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly], pues estas inician su descomposición alrededor de 200°C, aumentando conforme aumenta el contenido de LI, caso contrario ocurre con las espumas de [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly], debido a que el LI es higroscópico, a mayor cantidad de éste, menor es la temperatura de descomposición. En comparación con los líquidos iónicos, el [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] es más estable que el [BMIM]Cl, si bien es cierto que comparten el mismo catión, al anión glicinato es más termoestable que el cloro, evidenciándose en los residuos obtenidos.

**5.6.4 Análisis de Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) para las espumas de [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] y [BMIM]Cl.** Las curvas DSC para las espumas se encuentran en el Anexo Ñ y O. En estas es posible observar la temperatura de transición vítrea (T<sub>g</sub>) las cuales se encuentran registradas en la Tabla 6. Las transiciones vítreas corresponden a la temperatura intermedia entre el estado fundido y el estado rígido del polímero, y están asociados a la rigidez o flexibilidad del compuesto. De acuerdo con los resultados obtenidos de DSC, se puede observar que las muestras presentan un rango amplio de T<sub>g</sub> aproximadamente entre -13 a -33 °C; De manera general, las espumas de [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] muestran un comportamiento lineal o definido con respecto al porcentaje de LI, a mayor cantidad de LI mayor es la temperatura de transición vítrea; Por eso al aumentar el LI la espuma es más compacta y posee un tamaño de poro más pequeño.

Sin embargo, la espuma GB presenta una mayor temperatura de transición vítrea con respecto a la G20 y G30 y un poco similar a la G40. Para las espumas de [BMIM]Cl no se presenta un comportamiento lineal o definido con respecto al porcentaje de LI presentes en ellas <sup>110,111</sup>. Sin embargo, presentan valores de T<sub>g</sub> bajos <sup>112-115</sup>, pues al aumentar la cantidad de LI, la espuma se veía menos compacta y con un tamaño de poro mayor, aportando el [BMIM]Cl una menor rigidez en las espumas. Este análisis permite corroborar que el material obtenido contiene los LIs, pues la T<sub>g</sub> se ve afectada con la presencia y proporción de estos.

**Tabla 6.** Temperatura de transición vítrea de las espumas PU-LIs.

<i>Muestra</i>	<i>T<sub>g</sub> [°C]</i>	<i>Muestra</i>	<i>T<sub>g</sub> [°C]</i>
<i>GB</i>	<i>-15.72</i>	<i>BB</i>	<i>-13.22</i>
<i>G20</i>	<i>-31.49</i>	<i>B10</i>	<i>-30.05</i>
<i>G30</i>	<i>-30.48</i>	<i>B15</i>	<i>-33.11</i>
<i>G40</i>	<i>-19.64</i>	<i>B20</i>	<i>-31.73</i>

<sup>110</sup> HERNÁNDEZ J. Differential Scanning Calorimetry: Polymers Characterization. Universidad Nacional de Colombia. 2004. p. 136, 149-152.

<sup>111</sup> UNIVERSIDAD DE BARCELONA. [En línea]. MATERIALS. Poliuretano. (Recuperado el 8 de octubre, 2016) Disponible en: <http://www.ub.edu/cmematerials/es/content/poliuretano>.

<sup>112</sup> NIEMAN; HOLLER; SKOOG. Op. Cit., P 435.

<sup>113</sup> RODRIGUEZ, M. SAJA, J. Dynamic mechanical analysis applied to the characterization of closed cell polyolefin foams. Polymer Testing. 2000. Volume 19. Pages 831-848. DOI: 10.1016/s0142-9418(99)00054-9.

<sup>114</sup> DEAN, John. The Analytical Chemistry Handbook. En: John DEAN. The Analytical Chemistry Handbook. 1ed. Nueva York: McGraw Hill. 1995, p. 15.1-15.5. ISBN: 0070161976.

<sup>115</sup> SEMSARZADEH, Mohammad. SADEGHI, Morteza. BARIKANI, Mehdi. Effect of chain extender length on gas permeation properties of polyurethane membranes. Iranian Polymer Journal. 2008. Volume 17, p. 431-440.

**5.6.5 Análisis Morfológico mediante Microscopia Electrónica de Barrido (SEM) para las espumas de [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] y [BMIM]Cl.** Las espumas fueron analizadas mediante SEM, el cual permitió reconocer el diámetro de los poros referentes a cada espuma y por ende su homogeneidad para cortes seccionados en los ejes X e Y <sup>116</sup>. Se observa en la *Figura 29* que a medida que aumenta la concentración de LI disminuye el diámetro del poro. De acuerdo al corte en X se evidencia que para G20 el diámetro del poro está entre 370 y 780 μm; en G30 el diámetro de poro está entre 245 y 432 μm, y para G40 entre 187 y 502 μm por último se observa que la espuma GB es la que posee un mayor tamaño de diámetro. La espuma G30 mostró una mejor uniformidad en el tamaño de sus poros, ya que el rango de variación es menor rango respecto a las demás espumas; adicionalmente se observa una distribución más uniforme de sus poros.

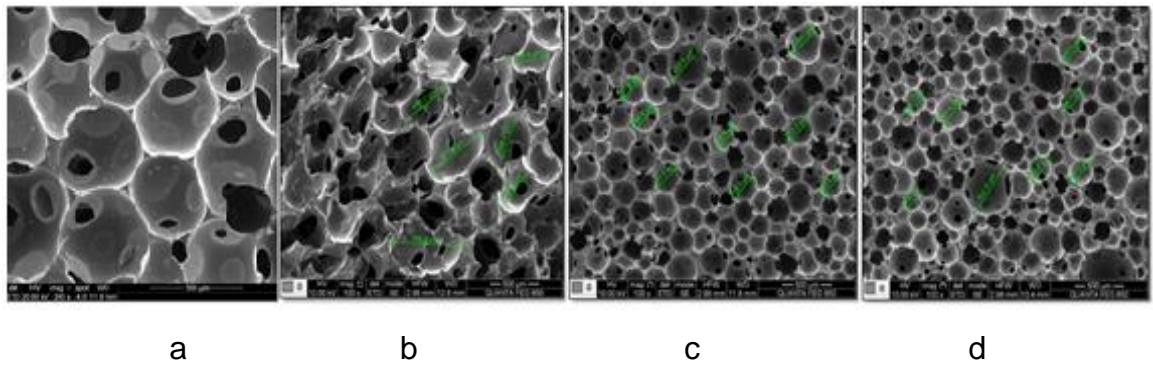
Para los cortes en Y (*Figura 30*), se observa que en la espuma G20 el tamaño del poro no es uniforme, éste disminuye desde la base hasta la capa superficial (*Figura 30a* parte superior de la micrografía). La espuma G40 posee una dispersión aleatoria a lo largo del eje Y, evidenciándose que en la base el tamaño de poro es mayor. Finalmente, la espuma G30 presenta una mejor uniformidad respecto a las demás, resaltando que en la base el tamaño de poro es mayor, pero se mantiene homogénea a lo largo del eje.

Al tratarse de nuevos materiales, no se encuentran imágenes SEM reportadas en la literatura, por lo cual, mediante el análisis SEM solo es posible discutir las variaciones en morfología conforme varía la cantidad de LI.

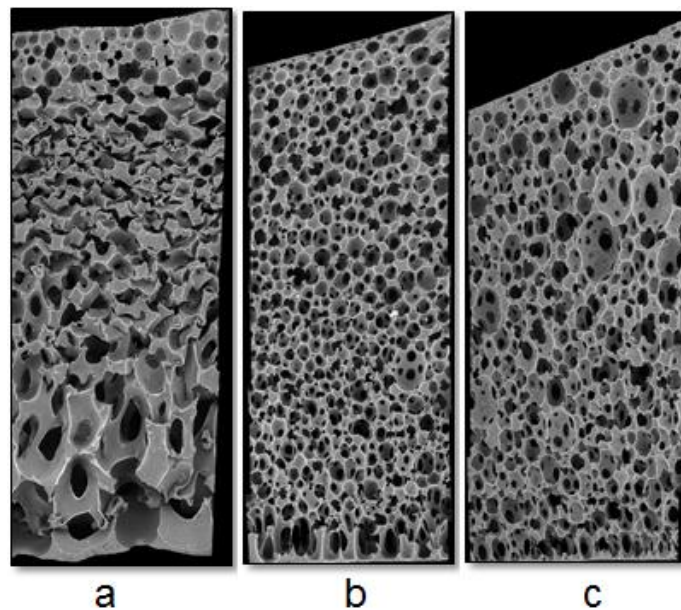
---

<sup>116</sup> RODRIGUEZ; SAJA. Op. Cit., P. 831-848.

**Figura 29.** Micrografía SEM en corte X para las espumas de  $[C_2OHMIM][Gly]$ : a) GB; b) G20; c) G30; d) G40.



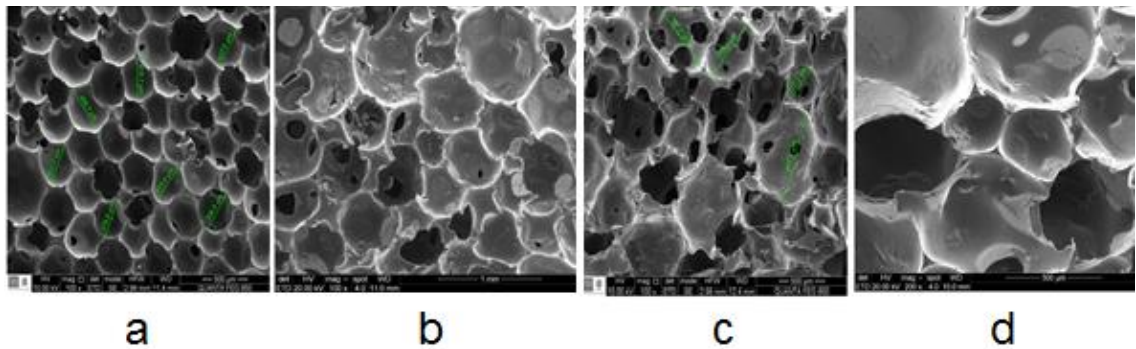
**Figura 30.** Micrográficas SEM corte Y para las espumas  $[C_2OHMIM][Gly]$ : a) G20; b) G30; c) G40.



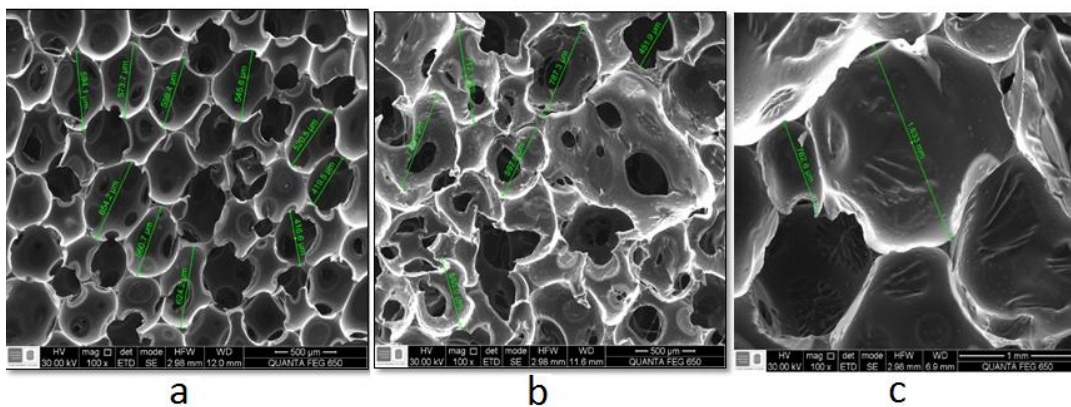
Para los cortes en X (*Figura 31*) se observa que la espuma BB presenta una mejor homogeneidad en el tamaño de sus poros; de igual manera el diámetro de sus poros

va de 378 a 499  $\mu\text{m}$ . El rango de diámetro para B15 va de 377 a 865  $\mu\text{m}$ , teniendo poros con una gran diferencia de tamaños. En el corte en Y (*Figura 32*) se pueden observar las espumas BB, B15 y B20 y se evidencia que la espuma B20 presenta tamaños de poro alrededor de 1000  $\mu\text{m}$ . En estas espumas se observa que al aumentar la cantidad de LI presente en la muestra, disminuye la uniformidad de la espuma, contrario a lo que sucede con las espumas de  $[\text{C}_2\text{OHMIM}][\text{Gly}]$ .

**Figura 31.** Micrografías SEM en corte X obtenidas de cada espuma compuesto de  $[\text{BMIM}]\text{Cl}$ : a) BB; b) B10; c) B15; d) B20.



**Figura 32.** Micrografía SEM en corte Y para las espumas compuesto de  $[\text{BMIM}]\text{Cl}$ : a) BB; b) B15; c) B20.



**5.6.6 Pruebas de Solubilidad para las espumas B20 y G40.** Se practicaron pruebas de solubilidad únicamente para las espumas con mayor porcentaje de LI presente, siendo probados en solventes con diferente polaridad; los datos recopilados de estas pruebas se evidencian en la *Tabla 7*.

Al realizar las pruebas de solubilidad con solventes polares y apolares más empleados, se puede evidenciar que el poliuretano es un compuesto cuya estructura es muy resistente ante solvatación durante su inmersión en medios líquidos sin importar la polaridad que presenten estos compuestos. De igual manera, los LIs embebidos dentro de las espumas, presentan baja solubilidad ante su interacción con dichos solventes (con excepción del agua). Por lo anterior, se puede afirmar que los compositos a base de PU como material de soporte y LIs como material funcional, son materiales que presentan poca solubilidad cuando son sumergidos en compuestos orgánicos; esta característica podría ser empleada en otras aplicaciones distintas de las propuestas en esta investigación. Adicionalmente al ser poco solubles en DMSO, se podría sugerir cierto carácter polar en la cadena polimérica.

**Tabla 7.** Prueba de solubilidad espumas de [BMIM]Cl 20% y [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] 40%.

<b>SOLVENTE</b>	<b>ESPUMA [BMIM]Cl 20%</b>	<b>ESPUMA [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] 40%</b>
Agua	Insoluble	Espuma insoluble pero el LI es muy soluble generando una coloración en el agua.
DMSO	Poco soluble	Poco soluble
Acetona	Insoluble	Insoluble
Heptano	Insoluble	Insoluble
Isoctano	Insoluble	Insoluble

**5.6.7 Resultados del lavado con flujo de agua para las espumas de [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] y [BMIM]Cl.** Este análisis consistió en pasar un flujo de agua constante a las espumas a fin de validar el tipo de enlace presente entre la matriz de poliuretano y cada líquido iónico. En la *Tabla 8* se presenta el porcentaje de LI perdido bajo flujo de agua, donde se evidencia una pérdida significativa de éste por parte de la fuerza de arrastre, indicando que el LI se encuentra embebido en la espuma de PU, mediante interacciones electrostáticas, como puentes de hidrógeno entre las cadenas del PU y los LIs.

**Tabla 8.** Resultado % LI removido mediante contraflujo.

<b>Muestra</b>	<b>%LI perdido</b>	<b><math>\sigma</math></b>
G40	68%	0,106
G30	73%	0,280
G20	75%	0,193
B10	60%	0,350
B15	73%	0,467
B20	80%	0,210

Existiría otra posible interacción atribuida a una relación electrostática entre el LI y su matriz <sup>117</sup>. Esta interacción se comprobó mediante la reacción entre los LIs y el HDI, donde el producto resultante fue analizado mediante FTIR. En el espectro de la reacción entre el [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] y el HDI (*Figura 33*), se evidenciaron señales en 1447 cm<sup>-1</sup> de metilos y metilenos, 1460 cm<sup>-1</sup> de enlaces C-H, C-N de urea, 2931-2850 cm<sup>-1</sup> tijereta del metileno, 3330 cm<sup>-1</sup> correspondientes a la polimerización de

<sup>117</sup> TORRALBA, Elena. SKINNER, James. GUTIÉRREZ, David. CO<sub>2</sub> capture in ionic liquids: a review of solubilities and experimental methods. Carbon capture and storage. CO<sub>2</sub> Management Technologies. Edited by Amitava Bandyopadhyay Apple Academic Press. 2014. Pages 325–361 ISBN: 978-1-77188-021-3

HDI <sup>118,119</sup>, y señales características del [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] en 1569 cm<sup>-1</sup> del anillo de imidazol, 1307 cm<sup>-1</sup> vibración del OH de catión y 1252 cm<sup>-1</sup> del enlace -COO<sup>-</sup> del anión <sup>120</sup>. Por otra parte, el espectro de dicha interacción entre el [BMIM]Cl y HDI (*Figura 34*), se evidencian señales en 1614 cm<sup>-1</sup> de la vibración C=N junto con las señales de 1460 y 2931-2850 cm<sup>-1</sup> mencionadas anteriormente y para el LI, señales en 3324 cm<sup>-1</sup> y 1569 cm<sup>-1</sup> correspondientes al catión imidazol <sup>121</sup>.

Los análisis arrojaron que el HDI no genera ningún tipo de interacción química con el LI; por lo cual se atribuye únicamente a interacciones físicas más fuertes como los puentes de hidrógeno que se forman en la matriz de poliuretano con señal en 1695 cm<sup>-1</sup> <sup>122</sup>, que impide que el LI sea arrastrado completamente por el agua a temperatura ambiente, permaneciendo un remanente. En los *Anexos B y F* se presentan las señales asignadas correspondientes al esqueleto carbónico del HDI y cada LI; la intensidad de estas señales es mayor para el HDI+[BMIM]Cl; esto atribuido al impedimento estérico que generan los LIs embebidos en la polimerización.

---

<sup>118</sup> FERNANDEZ; et al. Op. Cit., P. 83-88.

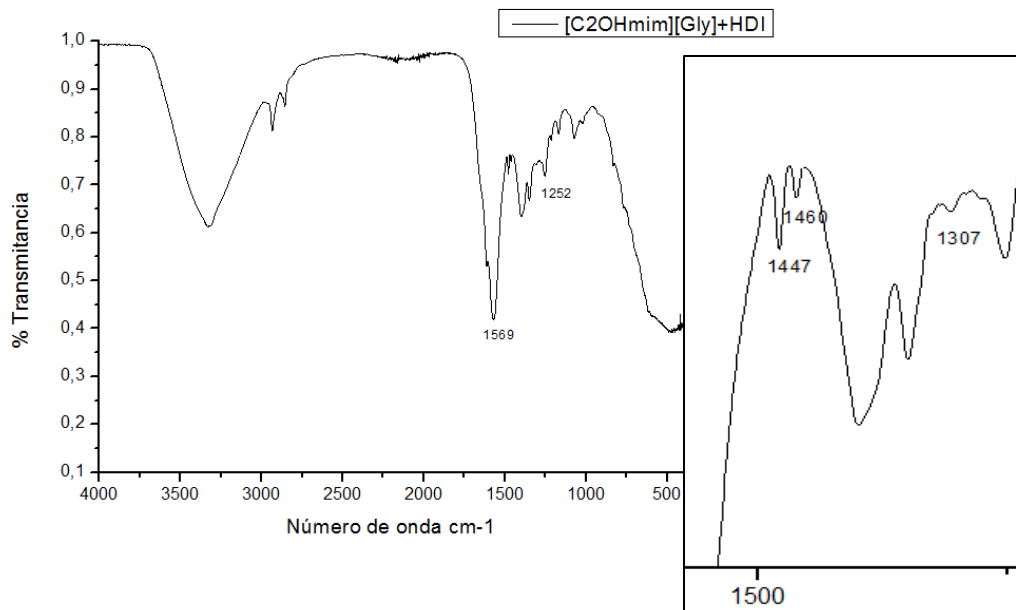
<sup>119</sup> I. R. CLEMITSON. CASTABLE. Op. Cit.,

<sup>120</sup> BIHONG, Lv; et al. Op. Cit., P. 1-6.

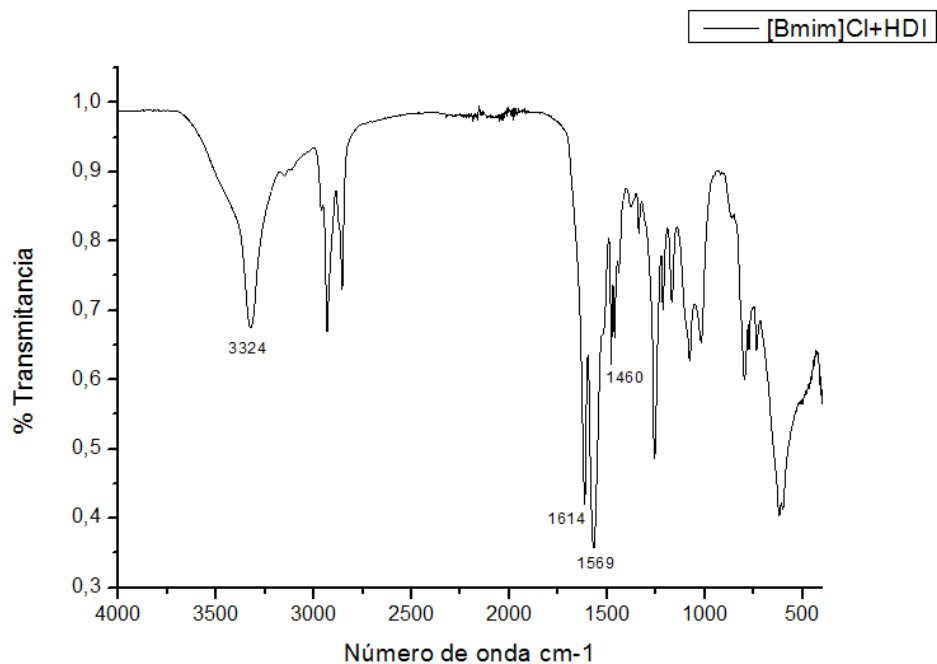
<sup>121</sup> DHARASKAR; et al. Op. Cit., 9 P.

<sup>122</sup> I. R. CLEMITSON. CASTABLE. Op. Cit., P. 13-49

**Figura 33.** Espectro IR [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] + HDI



**Figura 34.** Espectro IR [BMIM]Cl + HDI



La solución proveniente del lavado de las espumas de [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] tomó una coloración amarilla, indicando que posiblemente se estaba removiendo LI; para las de [BMIM]Cl no se observó cambio de coloración. Adicionalmente, se tomó un espectro infrarrojo de la solución obtenida al pasar agua a través de la espuma de G40 en el primer ciclo (*Anexo P*) este espectro corresponde al del [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly], lo cual ratifica que se removió el LI. Para las espumas de [BMIM]Cl debido a la poca cantidad de LI removido, no fue posible observar las señales características de éste en el espectro IR.

### 5.7. PRUEBAS DE CAPTURA CO<sub>2</sub> PARA LAS ESPUMAS DE [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] y [BMIM]Cl

Al realizar las pruebas de captura de CO<sub>2</sub>, fue necesario conocer la densidad de las espumas; para ello, se determinó la densidad aparente de acuerdo a norma ASTM D3574-11 y la densidad real empleando un picnómetro de gas inerte (nitrógeno); a continuación, la *Tabla 9* presenta las densidades calculadas con su respectiva desviación estándar.

**Tabla 9.** Densidad aparente y densidad real calculada para cada espuma de PU con su respectivo LI.

Muestra	Densidad aparente [g/mL]	$\sigma$ Densidad aparente	Densidad real [g/mL]	$\sigma$ Densidad real
GB	0,056	$9,5 \times 10^{-3}$	-	-
G20	0,12	$6,1 \times 10^{-2}$	1,58	$4,5 \times 10^{-3}$
G30	0,15	$6,7 \times 10^{-2}$	1,24	$6,2 \times 10^{-2}$
G40	0,17	$8,5 \times 10^{-3}$	0,87	$6,1 \times 10^{-3}$
BB	0,095	$4,8 \times 10^{-4}$	1,52	$6,2 \times 10^{-3}$

Muestra	Densidad aparente [g/mL]	$\sigma$ Densidad aparente	Densidad real [g/mL]	$\sigma$ Densidad real
B10	0,065	$9,5 \times 10^{-3}$	1,47	$3,6 \times 10^{-2}$
B15	0,062	$8,7 \times 10^{-3}$	1,04	$6,5 \times 10^{-2}$
B20	0,077	$7,3 \times 10^{-4}$	1,45	$5,6 \times 10^{-3}$

Como se evidenció mediante el análisis de SEM las espumas de [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] disminuyen su tamaño de poro al aumentar el LI; por ende, al aumentar el LI aumenta su densidad aparente <sup>123,124</sup>. Caso contrario ocurre con la densidad calculada mediante el picnómetro de gas inerte, en el cual esta disminuye al aumentar la cantidad de LI en las espumas de [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly]; no estando acorde a lo reportado con Navacerrada et al <sup>125</sup>. Las espumas de [BMIM]Cl no presentan una homogeneidad definida en el tamaño del poro, por lo cual no se puede predecir con exactitud la variación de la densidad aparente de acuerdo a la cantidad de LI presente.

Con respecto a los cálculos de captura, se optó por la densidad aparente puesto que la densidad real considera únicamente el material de la espuma, es decir, solo las paredes que estructuran la espuma de PU mas no las cavidades entre ellas o interespacios; mientras que la densidad aparente considera las cavidades entre poros junto con las paredes de la espuma, que es lo ideal para considerar la cantidad de CO<sub>2</sub> capturado y CO<sub>2</sub> sin absorber dentro de la celda de muestra.

<sup>123</sup> SMITH D. SIMS B. O'NEIL D. En: Food and Agriculture Organization of the United Nations. Principios y prácticas de prueba y evaluación de máquinas y equipos agrícolas. Volume 110. 1994. Pages 272. ISBN: 9253034580.

<sup>124</sup> GONZÁLEZ, Omar; et al. Efecto de la humedad y la presión sobre el suelo en la porosidad total de un Rhodic Ferralsol. Revista Ciencias Técnicas Agropecuarias.2008. Vol. 17. Núm. 2. Pages. 50-54.

<sup>125</sup> NAVACERRADA, M; et al. Acoustic absorption of aluminium foams. Mater Construcc. 2008. Vol 58. Pages 85–98. DOI: 10.3989/mc.2008.v58.i291.109

Un parámetro importante a considerar fue el factor de compresibilidad Z, el cual tiende a la unidad cuando la presión tiende a cero a una temperatura constante <sup>126</sup>. Este valor es un coeficiente corrector, para emplear la ecuación de gases ideales a gases reales <sup>127</sup>. Este parámetro permite calcular la cantidad de CO<sub>2</sub> captado de manera más precisa y disminuyendo la incertidumbre. Se calcula mediante la fórmula:

$$Z = \frac{P * V}{n * R * T} = \frac{P * \nabla^*}{R * T} = \frac{P * m_{CO_2}}{n * \rho * R * T} \quad (2)$$

\*  $\nabla^*$ : Volumen molar del CO<sub>2</sub>

El proceso de captura de CO<sub>2</sub> se realiza mediante mecanismos de sorción física, en el cual se retiene este gas a unas condiciones específicas <sup>128</sup>. El cálculo de captura de CO<sub>2</sub> se realiza de manera indirecta, teniendo en cuenta la densidad aparente de cada espuma, el factor de compresibilidad del CO<sub>2</sub>, la masa de muestra introducida en la celda, la presión inicial de la celda de carga y la presión final del nuevo sistema en equilibrio, pues se evidenció que existe una relación proporcional entre la presión y la captura de CO<sub>2</sub> (*Anexo Q*).

Las fórmulas empleadas para calcular el CO<sub>2</sub> capturado son:

---

<sup>126</sup> MORAN, Michael. SHAPIRO, Howard. Fundamentos de termodinámica técnica. 2 ed. Barcelona, España: Editorial reverté. 2004. 888p. ISBN: 8429143130.

<sup>127</sup> RAJADELL Fernando. MOVILLA José. Termodinámica Química. Volume 7. Publicaciones de la Universitat Jaume I. 2005. 336 p. ISBN: 8480215240.

<sup>128</sup> TORRALBA; SKINNER; GUTIÉRREZ. Op. Cit., P. 325-361.

$$n_1 = \frac{P_1 V_{c1}}{Z_1 RT} \quad (3)$$

Donde  $n_1$  corresponde al número de moles de  $\text{CO}_2$  totales presentes en la celda de carga únicamente,  $P_1$  la presión inicial en la celda de carga antes de la apertura de la válvula intermedia,  $V_{c1}$  el volumen de la celda de carga, el cual es un valor predeterminado por el equipo,  $Z_1$  el factor de compresibilidad para el  $\text{CO}_2$  a T y P establecidas, R la constante universal de los gases y T la temperatura de la celda que siempre se mantuvo constante (298 K) <sup>129</sup>. Una vez obtenido el número de moles iniciales a partir de la ecuación 3, se procede a calcular el número de moles para el nuevo equilibrio de las dos celdas:

$$n_{1+2} = \frac{P_2(V_{c1} + V_{c2} - V_s)}{Z_2 RT} \quad (4)$$

$n_{1+2}$ : Número de moles en el equilibrio

$P_2$ : Presión final del sistema en equilibrio

$V_{c1}$ : Volumen de la celda de carga

$V_{c2}$ : Volumen de la celda de muestra

$V_s$ : Volumen de la espuma calculada a partir de la densidad aparente y el peso de ésta.

$Z_2$ : Factor de compresibilidad calculado para el nuevo equilibrio.

Finalmente se calculan las moles absorbidas por la espuma mediante la fórmula:

---

<sup>129</sup> RICHARDS Esther. Design of an Apparatus to Measure Gas Solubilities in Polymers [En línea].2001. 175 p. A thesis for the Degree of Master of Applied Science. University of Toronto. (Recuperado el 13 de enero 2017). Disponible: <https://tspace.library.utoronto.ca/bitstream/1807/16610/1/MQ63122.pdf>

$$n_{CO_2 \text{ espuma}} = n_1 - n_{1+2} \quad (5)$$

Con el resultado entre la diferencia entre las moles iniciales y las moles del nuevo equilibrio se determina el número de moles capturadas por la espuma polimérica y su respectivo LI.

Los resultados de captura de CO<sub>2</sub> se presentan en la *Tabla 10* con sus respectivas desviaciones estándar, de las tres réplicas realizadas. En términos generales es posible afirmar que las espumas que contienen [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] capturan una menor cantidad de CO<sub>2</sub>, aun cuando se esperaba que al contener más grupos amino deberían capturar más CO<sub>2</sub> que el [BMIM][Cl]. Esto es atribuido a la disminución del poro por parte de las espumas de [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] de mayor porcentaje, debido a que hay menor espacio de interacción entre el gas y la estructura interna de la espuma ocurriendo la sorción principalmente en la superficie. De acuerdo a lo reportado por Lozano et al.<sup>130</sup>, el LI en solución captura 0,575 molCO<sub>2</sub>/mol absorbente y de acuerdo a los análisis este LI está embebido en las espumas, por lo cual debería capturar mayor cantidad de CO<sub>2</sub>.

Los resultados muestran que la espuma GB es la que posee una mayor captura de CO<sub>2</sub>. Probablemente se deba a los enlaces N-H de los grupos uretanos presentes en la cadena polimérica, que al no poseer LI están disponibles para interactuar con el CO<sub>2</sub><sup>131</sup>, los cuales presentan cierta afinidad hacia grupos amino. Adicionalmente, esta espuma presenta un tamaño de poro superior a las demás, aumentando así la interacción gas-espuma.

---

<sup>130</sup> LOZANO. Op. Cit., P. 1-4.

<sup>131</sup> NARKU-TETTEH, Jessica; et al. Selection of components for formulation of amine blends for post combustion CO<sub>2</sub> capture based on the side chain structure of primary, secondary and tertiary Amines. Chemical Engineering science. 2017. DOI: 10.1016/j.ces.2017.02.036

Con respecto a las espumas de [BMIM][Cl] ocurre lo contrario. Al poseer varios tamaños de poro, esta captura conforme a la cantidad de LI, siendo la espuma B15 la que captura una mayor cantidad de gas; lo cual podría indicar que efectivamente el tamaño de poro interfiere en la cantidad de captura, y es un parámetro que se deberá controlar junto con el rango de tolerancia de la espuma y la cantidad embebida del LI, con el fin de mantener un comportamiento lineal y óptimo. En este caso, la espuma de B20 captura una menor proporción de CO<sub>2</sub>, siendo la espuma B15 el material más eficiente, reduciendo significativamente costos y derivados tóxicos, generándose un producto amigable con el medio ambiente.

Es importante resaltar que no se puede hacer una comparación sólida de captura de CO<sub>2</sub> entre los líquidos iónicos, pues inicialmente no se conocía que el tamaño de poro afectaba significativamente la interacción, limitando los resultados obtenidos. Inicialmente se esperaba que el LI [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] capturara una mayor cantidad de gas, gracias a que presenta una mayor cantidad de grupos amino en su estructura, respecto al [BMIM][Cl]. Sin embargo, durante los diferentes análisis realizados a los compositos se puede resaltar que no solo el tamaño del poro afecta en la captura de CO<sub>2</sub>; existen otras variables como las interacciones entre puentes de hidrógeno entre las cadenas de PU y los LIs, el límite de tolerancia por parte de la espuma para soportar el LI e incluso los impedimentos estéricos por parte de los aniones de cada LI que pueden favorecer o disminuir la sorción de este gas con la espuma.

**Tabla 10.** Resultados de sorción obtenidos mediante los ensayos de captura de CO<sub>2</sub> empleando la celda dual con decaimiento de presión.

<b>Muestra</b>	<b>Presión inicial (bar)</b>	<b>mg CO<sub>2</sub>/g espuma</b>	<b>σ mg CO<sub>2</sub>/g espuma</b>
GB	25,63	480,27	0,992
G20	25,75	235,18	1,23

<b>Muestra</b>	<b>Presión inicial (bar)</b>	<b>mg CO<sub>2</sub>/g espuma</b>	<b>σ mg CO<sub>2</sub>/g espuma</b>
G30	25,81	184,09	0,874
G40	25,80	160,88	1,02
BB	25,34	227,50	1,17
B10	25,88	416,99	0,781
B15	26,12	444,03	0,586
B20	25,74	347,72	0,984

En la literatura se reportan diversidad de materiales que capturan CO<sub>2</sub>, cada uno con sus desventajas y ventajas en cuanto a eficiencia, efectividad y toxicidad, como es el caso de materiales funcionalizados con aminas y sílice para la captura de CO<sub>2</sub>, cuyo rango de sorción se encuentra entre 43 y 164 mg CO<sub>2</sub>/g del material <sup>132</sup>; se encuentra también el caso de materiales como aerogeles con aminas, los cuales tienen una capacidad de captura de hasta 6,66 mg CO<sub>2</sub>/g material <sup>133</sup> y finalmente la monoetanolamina MEA captura 360 mg CO<sub>2</sub>/g, siendo este el compuesto industrialmente más empleado <sup>134</sup>. Sin embargo, comparados con los resultados de sorción obtenidos a partir de las espumas, se evidencia que el material B15 (444 mgCO<sub>2</sub>/g) captura mayor cantidad de gas, respecto a los materiales reportados. Adicionalmente, la matriz del polímero en las cuales se embeben los LI, es amigable con el medio ambiente, su síntesis no genera productos tóxicos, siendo un material promisorio para reemplazar los materiales empleados actualmente.

<sup>132</sup> JIAO, Jian; et al. Improvement of adsorbent materials for CO<sub>2</sub> capture by amine functionalized mesoporous silica with worm-hole framework structure. *Chemical Engineering Journal*. 2016. p. 9–16 DOI: 10.1016/j.cej.2016.07.041.

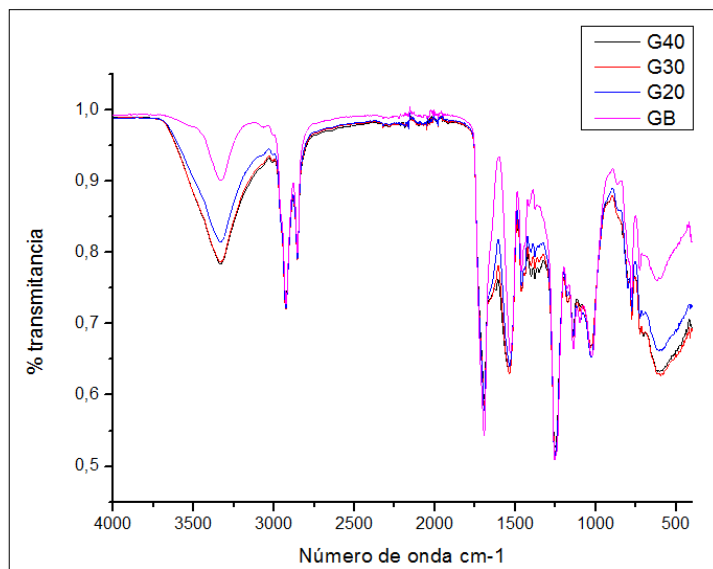
<sup>133</sup> KONG, Yong; et al. Amine hybrid aerogel for high-efficiency CO<sub>2</sub> capture: Effect of amine loading and CO<sub>2</sub> concentration. *Chemical Engineering Journal*. 2016. p. 362–36. DOI: 10.1016/j.cej.2016.07.092.

<sup>134</sup> YANG, Hongqun; et al. Progress in carbon dioxide separation and capture: A review. *Journal of Environmental Sciences*. 2008, vol. 20. p. 14–27. ISSN: 100-0742

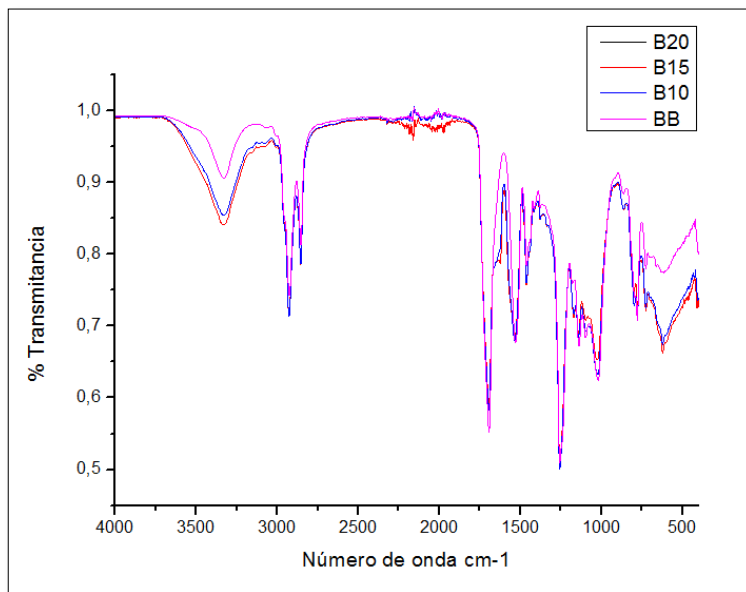
A pesar de que las espumas de [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] presentaron una buena homogeneidad en su estructura porosa, estas características no mejoraron el proceso de captura de CO<sub>2</sub>, claramente se observa que las espumas de [BMIM][Cl] capturaron mayor cantidad del gas, esto atribuido al mayor tamaño de poro.

**5.7.1 Caracterización FTIR para Espumas después de los estudios de captura de CO<sub>2</sub>.** Para corroborar que la interacción entre la espuma y el CO<sub>2</sub>, es de tipo física, se tomaron espectros infrarrojos (*Figuras 35 y 36*), en donde se observa que la espuma después de su desorción no presenta cambios en sus señales características; de manera que los espectros son iguales a los presentados en las *Figuras 16 y 18*.

**Figura 35.** Espectros FTIR Espumas de [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] después de realizar los ensayos de captura de CO<sub>2</sub>.



**Figura 36.** Espectros FTIR Espumas de [BMIM]Cl después de realizar ensayos de captura de CO<sub>2</sub>.



## 6. CONCLUSIONES

Se sintetizaron los líquidos iónicos [BMIM][Cl] y [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly], y se caracterizaron empleando las técnicas espectroscopia infrarroja, análisis termogravimétrico y resonancia magnética nuclear.

Se prepararon poli(líquidos iónicos), composites de PU con los LIs [BMIM][Cl] y [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly], los cuales se caracterizaron por FTIR.

La disminución del índice de hidroxilo del polioliol durante el proceso de maleación generó poli(líquidos iónicos) de baja rigidez, mientras que los composites sintetizados a partir de polioliol sin malear fueron más rígidos y homogéneos.

Se obtuvieron espumas de PU las cuales fueron caracterizadas morfológica y estructuralmente mediante Espectroscopia FTIR, TGA, DSC y SEM. Los análisis TGA y SEM evidencian la presencia de los líquidos iónicos [BMIM][Cl] y [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] en las espumas, modificando el comportamiento de estos materiales de acuerdo a la proporción de líquido iónico presentes en ellas.

Las espumas de PU se pueden aplicar para captura de CO<sub>2</sub> presentando una sorción máxima de 444 mg CO<sub>2</sub>/g espuma (B15). La porosidad es un parámetro a considerar durante la sorción de este gas; a mayor porosidad de la espuma, mayor área de interacción tendrá entre los grupos amino del LI y el CO<sub>2</sub>.

La espuma GB captura una mayor cantidad de CO<sub>2</sub> cuando este se encuentra puro, esto atribuido a la porosidad uniforme que le permite tener una mejor interacción gas-espuma, permitiendo que interaccione con el grupo amino presente en el enlace uretano de la estructura de PU.

Se verificó que existe interacciones de tipo física (electroestática y puentes de hidrógeno) entre los LIs y las cargas parciales de algunos grupos presentes en la cadena polimérica (grupos carbonilo, amida, amino).

## 7. RECOMENDACIONES

Para captura de CO<sub>2</sub>, se recomiendan materiales de tipo poroso y no membranas, pues la textura de las membranas no es apropiada para esta aplicación. Por el contrario, las espumas poseen mejor textura y estabilidad gracias a la formación de enlaces tipo urea y uretanos entre los LIs y la matriz del polímero permitiendo una mejor interacción y sorción de este gas.

Se considera evaluar la selectividad de los compositos en mezclas de gases industriales (CO<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub>) con el fin de conocer el efecto del LI adicionado.

Se considera el estudio y la preparación de compositos con diferentes LIs que presentan afinidad al CO<sub>2</sub>, como el [BMIM][TfO], [BMIM][GLY] entre otros.

## BIBLIOGRAFÍA

AJAM, Mariam. Metathesis and hydroformylation reactions in ionic liquids. Johannesburgo. 2005. Trabajo de grado. [En Línea]. University of Johannesburg. (Recueperado 22 de diciembre 2016). Disponible: [www.ibrarian.net/navon/paper/in\\_ionic\\_liquids.pdf?paperid=9632747](http://www.ibrarian.net/navon/paper/in_ionic_liquids.pdf?paperid=9632747).

ASTM. Standard Test Method for hidroxil value of fatty oils and acids. Designation: D 1957-86. 2001.

BESEDNJAK, Alejandro. Materiales Compuestos, proceso de fabricación de embarcaciones. 1 ed. Barcelona. Ediciones UPC. 2005. 124 p. ISBN: 84-8301-820-9.

BIHONG, Lv. YINFENG, Xia. YUN, Shi. NAN, Liu. WEI, Li. SUJING, Li. A novel hydrophilic amino acid ionic liquid [C<sub>2</sub>OHmim][Gly] as aqueous sorbent for CO<sub>2</sub> capture. International Journal of Greenhouse Gas Control. 2016, Vol. 46. p. 1–6. DOI: 10.1016/j.ijggc.2015.12.029.

BOOT, Matthew. ABANADES, Juan. ANTHONY, Edward. BLUNT, Martin. BRANDANI, Stefano. MAC-DOWELL, Niall. FERNÁNDEZ, José. FERRARI, Maria. GROSS, Robert. and HALLETT, Jason. Carbon capture and storage update. Energy Environmental Science. 2014, vol. 7. P. 131-189.

CABILDO, María. CORNAGO, Pilar. ESCOLÁSTICO, Consuelo. ESTEBAN, Soledad. FARRÁN, Ángeles. PÉREZ, Marta. SANZ, Dionisia. Procesos orgánicos de bajo impacto ambiental, Química verde. Madrid. Editorial UNED. 2006. p.262. ISBN: 978-84-362-5289-7.

CARRIÇO, Camilo. FRAGA, Thaís. PASA, Vanya. Production and characterization of polyurethane foams from a simple mixture of castor oil, crude glycerol and untreated lignin as bio-based polyols. European Polymer Journal. 2016, vol. 85. p. 53-61. DOI: 10.1016/j.eurpolymj.2016.10.012.

CHAWL, Krishan. Composite Materials: Science and Engineering. 3 ed. New York. Springer Science & Business Media. 2012. 542 p. ISBN: 978-0-387-74364-6.

CZICHOS, Horst. SAITO, Tetsuya. SMITH, Leslie. Springer Handbook of Metrology and Testing. Nueva York. Springer Science & Business Media. 2011. 1232 p. ISBN: 978-3-642-16640-2.

DANG, Luong. HOANG, Sinh. MALIN, Mina. WEISSER, Jürgen, W. TORSTEN, Walter. SCHNABELRAUCH, Matthias. SEPPALA, Jukka. Synthesis and characterization of castor oil-segmented thermoplastic polyurethane with controlled mechanical properties. European Polymer Journal. 2016, vol. 81. p. 129-137. DOI: 10.1016/j.eurpolymj.2016.05.024.

DAVE, Vivek. PATEL, Hasmukh. Synthesis and characterization of interpenetrating polymer networks from transesterified castor oil based polyurethane and polystyrene. Journal of Saudi Chemical Society. 2017, vol. 21. p. 18-24. DOI: 10.1016/j.jscs.2013.08.001.

DEAN, John. The Analytical Chemistry Handbook. En: John DEAN. The Analytical Chemistry Handbook. 1ed. Nueva York: McGraw Hill. 1995, p. 15.1-15.5. ISBN: 0070161976.

DEFONSEKA. Chris. Practical Guide to Flexible Polyurethane Foams. Shrewsbury: Smithers Rapra, 2013. eBook Collection (EBSCOhost), EBSCOhost (accessed February 14, 2017). ISBN-13: 978-1847359742.

DENT, Andrew. SEDDON, Kennet. WELTON, Thomas. The structure of halogenometallate complexes dissolved in both basic and acidic room-temperature halogenoaluminate (iii) ionic liquids, determined by EXAFS. Journal of Chemical Society. Chem. Commun. 1990.

DHARASKAR, Swapnil. VARMA, Mahesh. SHENDE, Diwakar. CHANG, Kyoo. WASEWAR, Kailas. Synthesis, Characterization and Application of 1-Butyl-3 Methylimidazolium Chloride as Green Material for Extractive Desulfurization of Liquid Fuel. The Scientific World Journal. 2013, vol. 2013. 9 p. DOI: 10.1155/2013/395274.

DÍAZ, Juan. MARTÍNEZ, Ramiro. BARRERO, Rigoberto. Líquidos iónicos: propiedades fisicoquímicas y aplicación potencial en el mejoramiento de crudos pesados. *Revista ION*. 2012, vol. 25. nro. 1. [En línea]. (Recuperado 12 de enero 2017). Disponible: <http://revistas.uis.edu.co/index.php/revistaion/article/view/2771/3242>.

DUPONT, Jairton. CONSORTI, Crestina. SUAREZ, Paulo. SOUZA, Roberto. Preparation of 1-butyl-3-methyl imidazolium-based room temperature ionic liquids. *Organic Syntheses*. 2002, vol. 79. p. 236. DOI: 0.1002/0471264180.os079.28.

EARLE, Martyn. GORDON, Charles. PLECHKOVA, Natalia. SEDDON, Kennet. WELTON, Thomas.. Decolorization of Ionic Liquids for Spectroscopy. *Analytical Chemistry*. 2007, vol. 79. p. 758-764. DOI: 10.1021/ac061481t.

FERNÁNDEZ, Marisol. LONGARAY, Franciele. AQUINO, Aline. BORGES, Jessica. DALLA, Felipe. MENEZES, Sonia. LIGABUE, Rosane. EINLOFT, Sandra. Poly(ionic liquid)s as efficient catalyst in transformation of CO<sub>2</sub> to cyclic carbonate. *Journal of Molecular Catalysis A Chemical*. 2014, Vol. 392. p.83–88. DOI: 10.1016/j.molcata.2014.05.007.

FRANCO, A. PALOU, E. CORONA, A. LÓPEZ M. Líquidos iónicos: una alternativa “verde” para procesos de extracción en la industria de alimentos. *Temas selectos de Ingeniería de Alimentos*. 2014, nro. 8-1. p. 15-26. [En línea]. (Recuperado 10 de enero 2017) Disponible: <http://web.udlap.mx/tsia/files/2015/05/TSIA-81-Franco-Vega-et-al-2014.pdf>.

GADDAM, Sashivinay Kumar y PALANISAMY, Aruna. Anionic waterborne polyurethane dispersions from maleated cotton seed oil polyol carrying ionisable groups. *Colloid Polym Sci*. 2016, vol. 294. p. 347–355. DOI: 10.1007/s00396-015-3787-1.

GHANDI, Khashayar. A Review of Ionic Liquids, Their Limits and Applications. *Green and Sustainable Chemistry*. 2014, vol. 4. nro. 1. P. 44-53. DOI: 10.4236/gsc.2014.41008.

GONZÁLEZ, Omar. IGLESIAS, Ciro. HERRERA, Miguel. LÓPEZ, Elvis. SÁNCHEZ, Angel. Efecto de la humedad y la presión sobre el suelo en la porosidad

total de un Rhodic Ferralsol. Revista Ciencias Técnicas Agropecuarias.2008. Vol. 17. Núm. 2. Pages. 50-54.

GROOVER, Mikell. Fundamentos de manufactura moderna: materiales, procesos y sistemas. Traducido por Carlos de la Peña y Miguel Martínez. 1 ed. México. Pearson Educación. 1997. 1062 p. ISBN: 0-13-312182-8.

HERNÁNDEZ J. Differential Scanning Calorimetry: Polymers Characterization. Universidad Nacional de Colombia. 2004. pp. 136, 149-152.

I. R. CLEMITSON. CASTABLE. Polyurethane Elastomers. Second Edition. CRC. 2015. ISBN 9781498726375. P. 13-49.

JIAO, Jian. CAO, Jing. XIA, Yu. ZHAO, Lizhen. Improvement of adsorbent materials for CO<sub>2</sub> capture by amine functionalized mesoporous silica with worm-hole framework structure. Chemical Engineering Journal. 2016. p. 9–16 DOI: 10.1016/j.cej.2016.07.041.

JONES, Robert. Mechanics of Composite Materials. 2<sup>nd</sup> Ed. Virginia. Taylor & Francis. 1998. ISBN-13: 978-1560327127.

KONG, Yong. JIANG, Guodong. WU, Ye. CUI, Sheng. SHEN Xiaodong. Amine hybrid aerogel for high-efficiency CO<sub>2</sub> capture: Effect of amine loading and CO<sub>2</sub> concentration. Chemical Engineering Journal. 2016. p. 362–36. DOI: 10.1016/j.cej.2016.07.092.

KRÓL, Piotr. Synthesis methods, chemical structures and phase structures of linear polyurethanes. Properties and applications of linear polyurethanes in polyurethane elastomers, copolymers and ionomers. Progress in Materials Science. 2007, vol. 52. p. 915-1015. DOI: 10.1016/j.pmatsci.2006.11.001.

KUMAR, Sashivinay. PALANISAMY, Aruna. Anionic waterborne polyurethane dispersions from maleated cotton seed oil polyol carrying ionisable groups. Colloid and Polymer Science. 2016, vol. 294. p. 347-355. DOI: 10.1007/s00396-015-3787-1.

KUMAR, Sunnil. KUMAR, Nitin. DOGRA, Priyanca. CHAUHAN, Ghanshyam. GUPTA, Reena. Production and Characterization of Biodiesel Using Nonedible Castor Oil by Immobilized Lipase from *Bacillus aerius*. *BioMed Research International*. 2015, vol. 2015. DOI: 10.1155/2015/281934.

LAFDI, K. MESALHY, O. SHAIKH, S. Experimental study on the influence of foam porosity and pore size on the melting of phase change materials. *Journal of Applied Physics*. 2007, vol. 102. p 083549- (1-6). DOI: 10.1063/1.2802183.

LEE, Jong. LIVELY, Ryan. HUANG, Dongkun. HILLESHEIM, Patrick. DAI, Sheng. KOROS, William. A new approach of ionic liquid containing polymer sorbents for post-combustion CO<sub>2</sub> scrubbing. *Polymer*. 2012, Vol. 53. p. 891-894. DOI: 10.1016/j.polymer.2012.01.002.

LIANG, Lizhe. GAN, Quan. NANCARROW, Paul. Composite ionic liquid and polymer membranes for gas separation at elevated temperatures. *Journal of Membrane Science*. 2014, vol. 450. p. 407-417. DOI: 10.1016/j.memsci.2013.09.033.

LOTTHENBACH, Barbara. DURDZINSKI, Pawel. WEERDT, Klaartje. Thermogravimetric analysis. En: Karen, SCRIVENER. Ruben, SNELLINGS. Barbara, LOTTHENBACH. *A Practical Guide to Microstructural Analysis of Cementitious Materials*. Boca Raton: CRC Press, Taylor & Francis Group. 2016, p. 177-211. ISBN: 9781498738651.

LOZANO, L. GODÍNEZ, C. RÍOS, A. HERNÁNDEZ, F. SÁNCHEZ, S. ALGUACIL, F. Recent advances in supported ionic liquid membrane technology. *Journal of Membrane Science*. 2010, Vol 376. p. 1-4. DOI: 10.1016/j.memsci.2011.03.036

M.P GIMENO. M MAYORAL. J ANDRÉS. Los líquidos iónicos como una alternativa a la captura de CO<sub>2</sub> en postcombustión. *Instituto de Carboquímica*. 2013, nro. 30.

MA, Tao. Et al. A process simulation study of CO<sub>2</sub> capture by ionic liquids. *International Journal of Greenhouse gas control*. 2017. Nro. 58. P 223-231. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijggc.2017.01.017>

MACÍAS, Mario. Estudio de las transformaciones en estado sólido de las arcillas de San José de Cúcuta utilizadas en la fabricación de baldosas mediante caracterización mineralógica por difracción de rayos x de muestras policristalinas 2006. 93 p. [En línea]. Tesis de pregrado. Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, Colombia. (recuperado 10 enero 2017) Disponible: <http://repositorio.uis.edu.co/jspui/bitstream/123456789/530/2/122003.pdf>.

MAYADEVI, Shirley. Supercritical CO<sub>2</sub> in Organic Synthesis. En: RAGHAVAN, K. REDDY, Benjaram. Industrial Catalysis and Separations: Innovations for Process Intensification. Toronto. Apple Academic Press. 2015, p. 219–246. ISBN: 978-1-4822-3426-8.

MAZO, Paula. ESTENOZ, Diana. SPONTON, Marisa. RIOS, Luis. Kinetics of the Transesterification of Castor Oil with Maleic Anhydride Using Conventional and Microwave Heating. Journal of the American Oil Chemists' Society. 2012, vol. 89. p. 1355–1361. DOI: 10.1007/s11746-012-2020-3.

McEWEN, Jordan. ATSUMI, Shota. Metabolic Engineering for the biobased conversión of CO<sub>2</sub> to biofuels. En: GRUNWALD, Peter. Industrial Biocatalysis. Pan Stanford. 2015, Vol. 1. p. 181-204. ISBN: 978-981-4463-89-8.

MOLINA, Raquel. Hacia el desarrollo sostenible: Líquidos Iónicos como catalizadores para la transposición de Beckmann y reacciones de formación de enlaces C-C. Valencia. 226 p. Tesis Doctoral (Doctora en Ciencias Químicas) [En línea]. Universidad Politécnica de Valencia. Departamento de Química. Instituto de tecnología Química. (Recuperado 10 de enero 2017) Disponible: <https://riunet.upv.es/bitstream/handle/10251/10908/tesisUPV3508.pdf?sequence=1>.

MORAN, Michael. SHAPIRO, Howard. Fundamentos de termodinámica técnica. 2 ed. Barcelona, España: Editorial reverté. 2004. 888p. ISBN: 8429143130.

MOSIEWICKI, Mirna. ARANGUREN, Mirta. A short review on novel biocomposites based on plant oil Precursors. European Polymer Journal. 2013, vol. 49. P. 1243–1256. DOI: 10.1016/j.eurpolymj.2013.02.034.

NARKU-TETTEH, Jessica. MUCHAN, Pailin. SAIWAN, Chintana. SUPAP, Teeradet. IDEM, Raphael. Selection of components for formulation of amine blends

for post combustion CO<sub>2</sub> capture based on the side chain structure of primary, secondary and tertiary Amines. *Chemical Engineering science*. 2017. DOI: 10.1016/j.ces.2017.02.036.

NAVACERRADA, M. DÍAZ, C. PEDRERO, A. GARCÍA, L. Acoustic absorption of aluminium foams. *Mater Construcc*. 2008. Vol 58. Pages 85–98. DOI: 10.3989/mc.2008.v58.i291.109.

NIEMAN T. HOLLER F. SKOOG D. *Principios de Análisis Instrumental*. 5 ed. Madrid. McGraw Hill. 2001. 1070 p. ISBN: 84-481-2775-7.

ORGANIC SYNTHESSES. preparation of 1-butyl-3-methyl imidazolium-based room temperature ionic liquids. [En línea]. (Recuperado el 14 de mayo 2016). Disponible en: <http://www.orgsyn.org/demo.aspx?prep=v79p0236>.

ORGILE´S, Elena. ARÁN, Francisca. TORRÓ, Ana. MONTIEL, Enrique. ORGILE´S, Cesar. Synthesis of polyurethanes from CO<sub>2</sub>-based polyols: A challenge for sustainable adhesives. *International Journal of Adhesion & Adhesives*. 2016, vol. 67. p. 63–68. DOI: 10.1016/j.ijadhadh.2015.12.027.

PÉREZ, Mar. SCHÖNEBERGER, Jan. BOULAMANTI, Aikaterini. HARRISON, Gillian. TZIMAS, Evangelos. Formic acid synthesis using CO<sub>2</sub> as raw material: Techno-economic and environmental evaluation and market potential. *international journal of hydrogen energy*. 2016, vol. 41. p. 16444 -16462. DOI: 10.1016/j.ijhydene.2016.05.199.

PRETSCH, Ernoe. BUHLMANN, Philippe. AFFOLTER, Christian. HERRERA, Antonio. MARTINEZ, Roberto. *Determinación estructural de compuestos orgánicos*; Barcelona. Masson S.A. 2005. 485 p. ISBN: 84-458-1215-7.

RAJA, Maisara. DEVI, Cecilia. ZIYADA, AboBakr. CO<sub>2</sub> capture by task specific ionic liquids (TSILs) and polymerized ionic liquids (PILs and AAPILs). *Journal of Molecular Liquids*. 2016, Vol. 219. p. 306–312. DOI: 10.1016/j.molliq.2016.02.046.

RAJADELL Fernando. MOVILLA José. *Termodinámica Química*. Volume 7. Publicaciones de la Universitat Jaume I. 2005. 336 p. ISBN: 8480215240.

RICHARDS Esther. Design of an Apparatus to Measure Gas Solubilities in Polymers [En línea].2001. 175 p. A thesis for the Degree of Master of Applied Science. University of Toronto. (Recuperado el 13 de enero 2017). Disponible: <https://tspace.library.utoronto.ca/bitstream/1807/16610/1/MQ63122.pdf>.

RODRÍGUEZ, Luz; GONZÁLEZ, Edilma. Permeabilidad de los coques metalúrgicos a los gases dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>), nitrógeno (N<sub>2</sub>) y argón (Ar). [En línea] Revista de Ciencias, Universidad del Valle. 2012. p. 103-115. (Recuperado el 27 Diciembre, 2016). Disponible: [http://revistaciencias.univalle.edu.co/volumenes/vol\\_16/LRodriguez.pdf](http://revistaciencias.univalle.edu.co/volumenes/vol_16/LRodriguez.pdf).

RODRIGUEZ, M. SAJA, J. Dynamic mechanical analysis applied to the characterization of closed cell polyolefin foams. Polymer Testing. 2000. Volume 19. Pages 831-848. DOI: 10.1016/s0142-9418(99)00054-9.

SABU, Thomas. KURUVILLA, Joseph. SANT, Malhotra. KOICHI, Goda. SADAVISAN, Sreekala. Polymer Composite. Vol. 3. Weinheim. India. Wiley-VCH Verlag Gmbh & Co. 2014. ISBN: 978-3-527-65237-2.

SABU, Thomas. Physical Chemistry of Macromolecules. Macro to Nanoscales. Apple Academic press. 2014. p. 367–384. ISBN: 978-1-926895-64-2.

SALIMON, Jumat. ABDULLAH, Bashar. Epoxidation of vegetable oils and fatty acids: catalysts, methods and advantages. Journal of Applied Sciences. 2010, vol. 10. P. 1545-1553. DOI: 10.3923/jas.2010.1545.1553.

SEMSARZADEH, Mohammad. SADEGHI, Morteza. BARIKANI, Mehdi. Effect of chain extender length on gas permeation properties of polyurethane membranes. Iranian Polymer Journal. 2008. Volume 17, Pages 431-440.

SIGMA-ALDRICH. 1-Butyl-3-methylimidazolium chloride.(Recuperado el 13 de mayo, 2016). [En línea] Disponible en: <http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sial/04129?lang=en&region=CO>.

SMITH D. SIMS B. O'NEIL D. En: Food and Agriculture Organization of the United Nations. Principios y prácticas de prueba y evaluación de máquinas y equipos agrícolas. Volume 110. 1994. Pages 272. ISBN: 9253034580.

SOUZA, Michele. Ionic Liquids and catalysis. Journal of de Brazilian chemical Society. 2014, vol. 25. DOI: 10.5935/0103-5053.20140275.

Spectroscopy Tools. [En línea]. (Recuperado el 22 de Marzo, 2017). Disponible en: <http://www.science-and-fun.de/tools/>.

STANDARD REFERENCE DATA NIST. Triethanolamine. En línea: <https://www.nist.gov/srd>.

TAJ, S. MUNAWAR, M. KHAN, S. Natural fiber-reinforced polymer composites. Proceedings of the Pakistan Academy of Science. 2007, vol. 44(2). p. 129-144. ISSN 0377-2969.

TERWEL, Bart. DAAMEN, Dancker. Initial public reactions to carbon capture and storage (CCS): differentiating general and local views. Climate Policy. 2012, vol. 12. P. 288-300. ISSN 1469-3062.

TORRALBA, Elena. SKINNER, James. GUTIÉRREZ, David. CO<sub>2</sub> capture in ionic liquids: a review of solubilities and experimental methods. Carbon capture and storage. CO<sub>2</sub> Management Technologies. Edited by Amitava Bandyopadhyay Apple Academic Press. 2014. Pages 325–361 ISBN: 978-1-77188-021-3.

UNAM. Tabla señales Espectroscopia Infrarroja. (2011). [En Línea] (recuperado 12 octubre 2016) Disponible en: [http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/TablasIR\\_15437.pdf](http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/TablasIR_15437.pdf).

UNIVERSIDAD DE BARCELONA. [Sitio web]. MATERIALS. Poliuretano. (Recuperado el 8 de octubre, 2016) Disponible en: <http://www.ub.edu/cmematerials/es/content/poliuretano>.

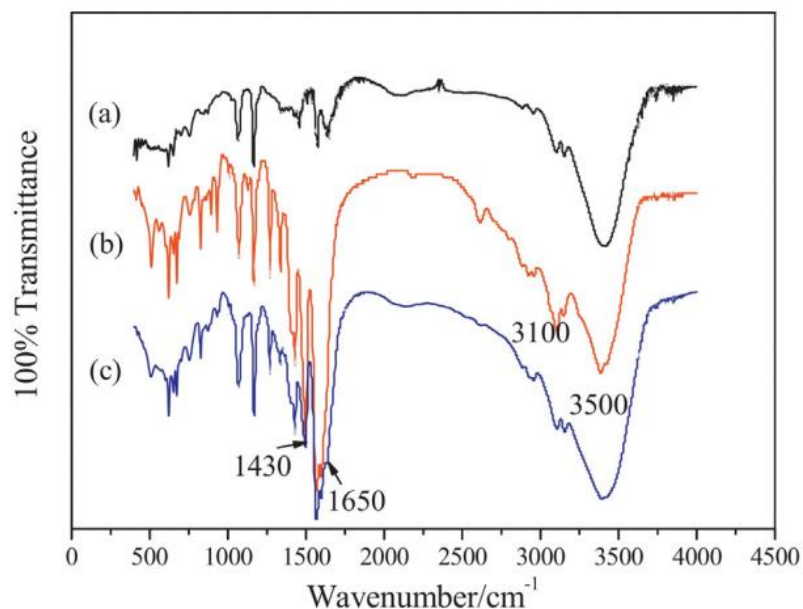
WAPPEL, D. GRONAL, G. KALB, R. DRAXLER, J. Ionic liquids for Post-Combustion CO<sub>2</sub> Absorption. *International Journal of Greenhouse Gas Control*. 2010, vol. 4. p. 486-494. DOI: 10.1016/j.ijggc.2009.11.012.

YANG, Hongqun. XU, Zhenghe. FAN, Maohong. GUPTA, Rajender. Progress in carbon dioxide separation and capture: A review. *Journal of Environmental Sciences*. 2008, vol. 20. p. 14–27. ISSN: 100-0742.

YANG, Zhen. ZHAO, Yan. HE, Liang. CO<sub>2</sub> chemistry: task-specific ionic liquids for CO<sub>2</sub> capture/activation and subsequent conversion. *RSC Advances*. 2011, Vol. 1. p. 545–567. DOI: 10.1039/C1RA00307K

## ANEXOS

### Anexo A. Espectro infrarrojo [C<sub>2</sub>OHMIM][Gly] reportado por Bihong et al. [24]

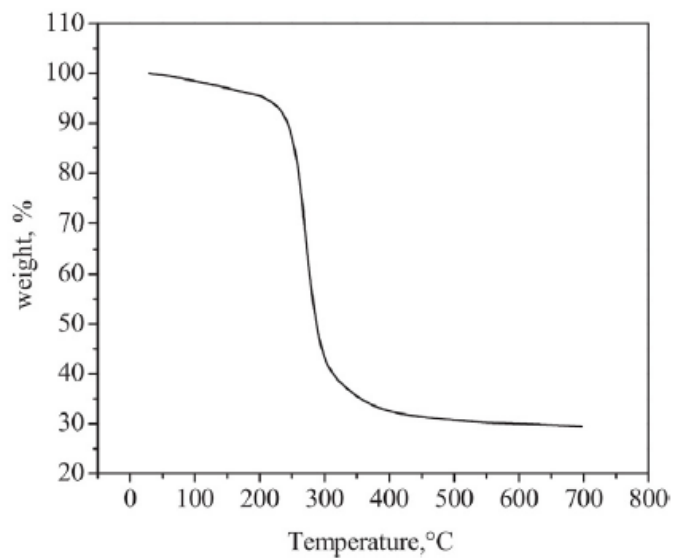


### Anexo B. Señales FTIR [C<sub>2</sub>OHmim][Gly], GB, G20, G30, G40 y HDI.

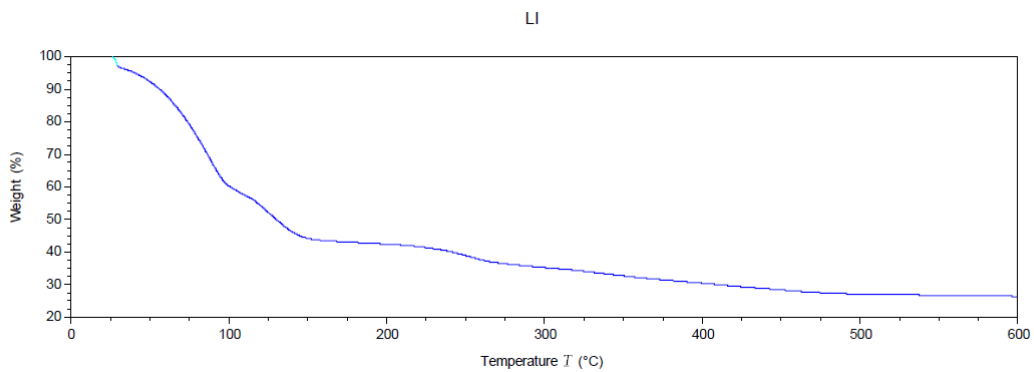
Asignación	[C <sub>2</sub> OHMI M][Gly]	GB	G20	G30	G40	LI+ HDI
Est. OH, NH, NH <sub>2</sub>	3361	-	-	-	-	-
Uretano N-H	-	3340	3338	3334	3337	3330
N-H libre	-	3323	-	-	-	-
Est. Asimétrico Etil HCH	3080	3080	3087	3087	3087	-
Est. C-H (R-CH=CH-R)	-	-	-	-	-	-
Est. Simétrico, asim. C-H (CH <sub>2</sub> ,CH <sub>3</sub> )	2925	2973	2925	2925	2929	2931
	-	2853	2854	2854	2850	2858
Estiramiento C-H (N-CH <sub>3</sub> ), (N-CH <sub>2</sub> )	2814	-	-	-	-	-
Est. NCO	-	2187	2185	2185	2185	-
Est. C=C	-	2052	2052	2052	2052	-
Vibración C-H	-	1813	1816	1814	1814	-
Est. C=O	-	1736	1730	1730	1735	-
C=O libre uretano	-	1726	-	-	-	-
Est. C=O - -NH Uretanos C=O - -NH	-	1693	1693	1693	1693	-

<b>Est. C=O Amida 3°</b>	-	-	1662	1662	1656	-
<b>Est. C=N,C=C (Imidazol)</b>	1635	-	1639	1639	1637	-
<b>Est. C=C amida, -COO<sup>-</sup>, C-C C-N (imidazol)</b>	1560	1552	1560	1554	1566	1569
N-H aminas	-	1530	1531	1531	1536	-
CH <sub>3</sub> terminal	1498	-	-	-	-	-
Def. asim. C-H, C-N uretano	-	1460	1461	1461	1460	1460
C-H de CH <sub>2</sub> y CH <sub>3</sub>	-	1446	1444	1444	1444	1447
Flexión CH <sub>3</sub> , CH <sub>2</sub>	-	1409	1407	1407	1402	1399
Def. asim. C-H; vibración OH	1400	-	-	-	-	-
OCONH (H bond)	-	1375	1377	1379	1377	-
Def. sim. CH <sub>3</sub> (-COO-CH <sub>3</sub> )	-	-	-	-	-	-
Def. C-H, vibración -COO <sup>-</sup>	1352	-	1352	1348	1349	1348
Flexión CH <sub>3</sub> , CH <sub>2</sub>	-	1350	-	-	-	-
Def. en el plano alcohol 1° -CH <sub>2</sub> -OH	1299	-	-	-	-	1307
Est. C-N	-	-	-	-	-	1277
COO-	-	1250	1255	1251	1250	1252
Est. C-N aminas, Def. C-C,	-	1178	1174	1174	1173	1170
HCH	1166	-	-	-	-	-
Flexión CH <sub>3</sub>	-	1143	1137	1137	1141	-
Est. C-N, C-O	-	1099	1099	1097	1099	1073
<b>Est. OH 1°</b>	1064	-	-	-	-	-
<b>Est. C-O-C</b>	-	1020	1028	1026	1030	1023
<b>Est. C-N</b>	-	867	867	871	870	-
<b>Vibración esqueleto C-C</b>	-	-	802	804	800	-
<b>Est. Asim. Ester C-O</b>	-	778	775	777	775	-
<b>Est. Sim. Ester C-O</b>	-	724	724	723	724	-
	-	628	-	-	-	-
<b>Vibración CH de C=C</b>	-	-	648	648	648	-
<b>Flexión CH<sub>3</sub> (N), CH<sub>2</sub>(N)</b>	433	-	-	-	-	-

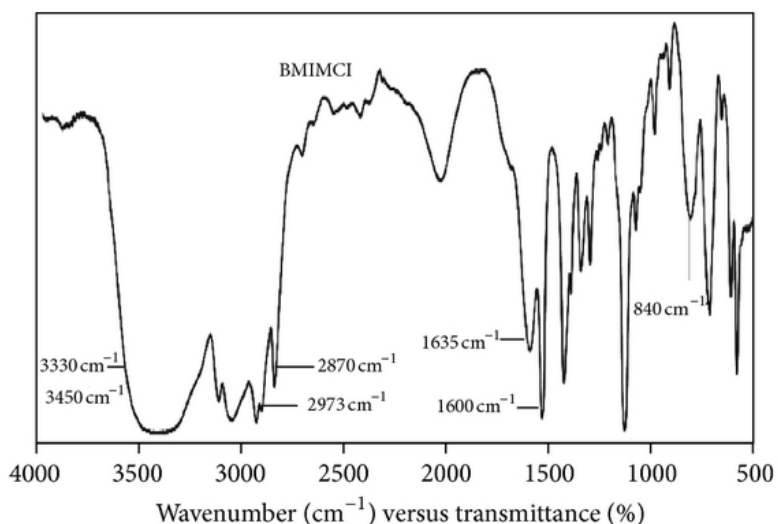
**Anexo C. Termograma reportado [C<sub>2</sub>OHMIM]Gly. [24]**



**Anexo D. Termograma obtenido para el [C<sub>2</sub>OHMIM]Gly mediante TGA.**



**Anexo E. Espectro IR teórico del LI [BMIM]Cl reportado por Dharaskar et al [49].**



**Anexo F. Señales FTIR [Bmim]Cl, BB, B10, B15, B20 y HDI.**

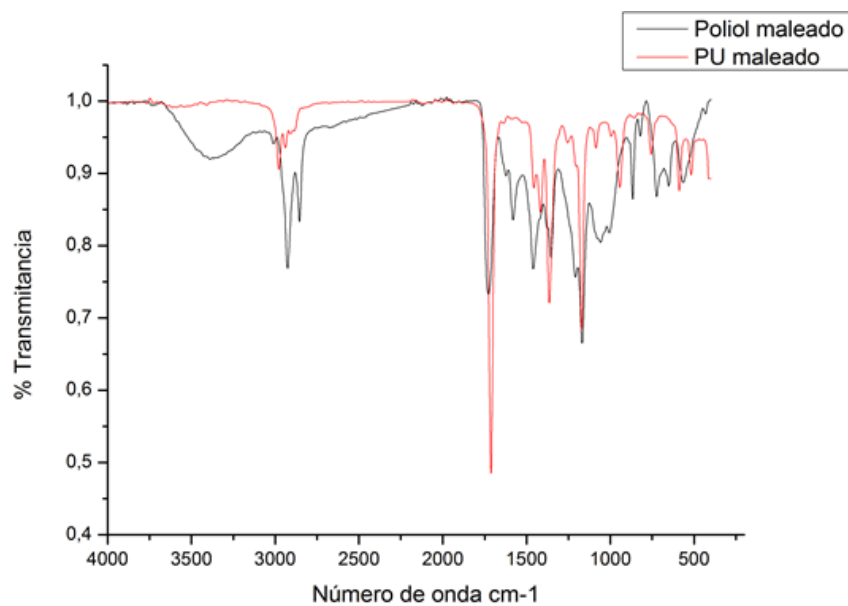
Asignación	[BMIM]Cl	BB	B10	B15	B20	BMIM+HDI
Est. O-H, formación amina cuaternaria, Uretano N-H	3380	3333	3335	3335	3335	3324
Est. asim. CH <sub>3</sub> HCH	3151	-	3153	3153	3152	3149
Est. Asim. Etil HCH	3097	3080	3086	3086	3086	-
Est. C-H (R-CH=CH-R)	-	3013	3011	3010	3009	-
Est. N <sup>+</sup> -H Sales	2963		2958	2960	2963	2959
	-	2956	-	-	-	-
Est. sim. y asim. C-H (CH <sub>2</sub> , CH <sub>3</sub> )	2936	2925	2927	2927	2927	2932
	2875	-	-	-	-	2854
C=N	2363	-	-	-	-	-
Est. sim. C-H	-	2855	2856	2856	2856	-
Est. uretanos libres C=O, C=N	-	1726	1725	1725	1725	-
<b>Est. C=O - -NH Uretanos</b>	-	1694	1695	1695	1695	-
Est. C=O (Amida 3°)	-	-	1663	1663	1663	-
<b>Est. C=N, C=C (Imidazol)</b>	1633	-	1643	1639	1638	1634
<b>Est. C=N Polimerización</b>	-	-	-	-	-	1614
<b>Imidazole C-N, C-C</b>	1573	-	1565	1566	1567	1569
N-H aminas	-	1531	1532	1532	1532	

Def. asim. C-H, C-N uretano	1464	1461	1463	1463	1463	1460
Vibración C-H de CH <sub>2</sub> y CH <sub>3</sub>	-	1440	1446	1446	1446	-
Est. CC, (N)CH <sub>2</sub> y (N)CH <sub>3</sub> CN	1429	-	-	-	-	-
Def. asim. C-H	-	1412	1410	1409	1408	-
	1382	-	-	-	-	-
Def. Simétrica C-H (-COO-CH <sub>3</sub> )	-	1374	1375	1375	1375	-
Def. C-H	-	-	1351	1351	1351	-
Est. CC, (N)CH <sub>2</sub> y (N)CH <sub>3</sub> CN	1338	1332	1329	1329	1329	1337
Est. C-N	1276	-	-	-	-	-
	1261	1255	1255	1254	1254	1255
Def. C-H (-CHOH)	-	1240	-	-	-	-
aromatic =C-H in-plane deformation	1234	-	-	-	-	-
aromatic =C-H in-plane deformation	1209	-	-	-	-	1214
Est. C-N aminas, Def. C-C	1168	1178	1170	1169	1168	1166
Flexión CH <sub>3</sub>	-	1138	1140	1141	1142	-
Est. sim. CC, NCH <sub>3</sub> t	1114	-	-	-	-	-
Est. C-N, C-O	1088	1096	1099	1099	1099	1076
	1024	1020	1025	1025	1025	1020
Est. C-O Esteres	-	-	-	-	-	-
NC(H)N CH	949	-	-	-	-	-
	918	-	910	915	915	-
Vibración esqueleto C-C	-	868	865	865	865	866
	844	-	-	-	-	-
Def. C-H fuera del plano, flexión asim. HCCH	825	-	-	-	-	-
	-	796	798	198	798	-
	765	779	778	777	776	773
	751	-	-	-	-	-
C-C vibración esqueleto, Est. Sim. Ester C-O	732	-	-	-	-	-
Def. C=CH <sub>2</sub>	695	-	-	-	-	-
Vibración CH de C=C	650	-	649	649	649	-
Flexión simétrica fuera del plano CH <sub>2</sub> (N), Est. CH <sub>3</sub> (N) CN	620	-	622	622	622	-

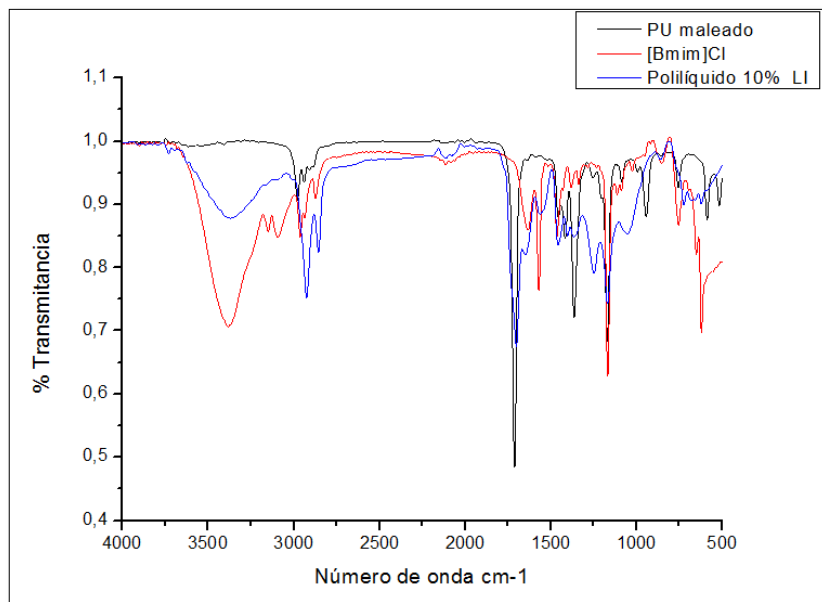
**Anexo G. Señales FTIR CO, TEA, TCO y TCO maleado**

<b>Asignación</b>	<b>TEA</b>	<b>CO</b>	<b>TCO</b>	<b>TCO Maleado</b>
O-H Str.	3316	3380	3368	3368
C-H Est. (R-CH=CH-R)	-	3010	3010	3012
Est. asim. CH <sub>2</sub> (-OCH <sub>2</sub> -)	2948	-	-	-
Est. sim. C-H (-CH <sub>2</sub> -)	-	2924	2926	2927
Est. sim C-H	2878	2854	2855	2855
C-H Str. (N-CH <sub>2</sub> )	2817	-	2807	-
Est. C=O	-	1742	1736	1727
Est. C=C	-	-	-	1622 1581
C-H asym. deformation	1452	1461	1461	1460
C-H asym. deformation	1407	1415	1399	1417
Def. sim. C-H (-COO-CH <sub>3</sub> )	-	1374	1374	1377
Def sim. C-H (-N-CH <sub>2</sub> -)	1356	-	-	1354
Est. C-N	1282	1277	1277	1278
Def. C-H (-CHOH)	1248	1238	1244	1243
Est. C-N (Amina alif. terciaria), vibración C-C	1152	1164	1172	1168
Est. C-O	1068	1092	1074	1081
Est. C-O, C-N	1030	1032	1038	1058
Est. C-O (Esteres alifáticos)	-	968	968	-
Est. C-N	908	-	909	-
Vibración esqueleto C-C	880	860	875	866
Def. fuera del plano C-H	-	-	-	821
Vibración esqueleto C-C	729	723	723	722
R-CH=CH-R	-	-	-	651
Def. en el plano C-CO	-	-	-	564
Vibración esqueleto C-C	528	-	-	-

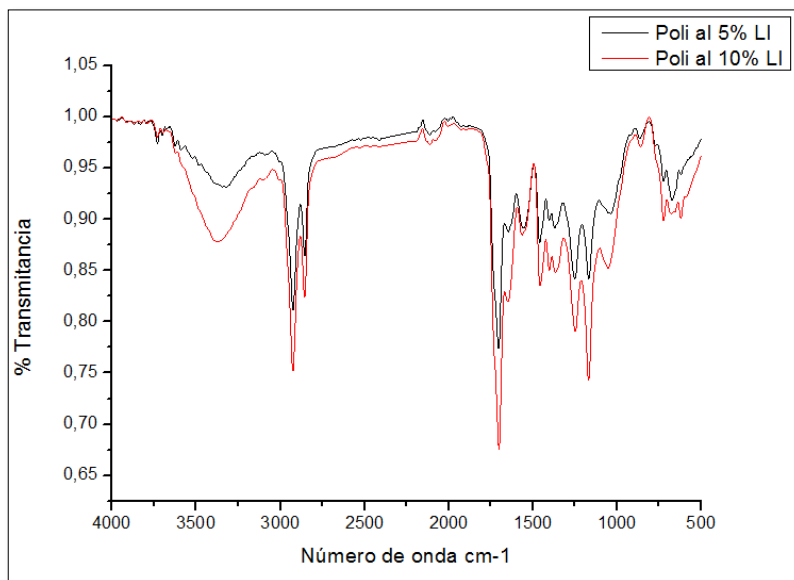
**Anexo H. Espectros IR Polioli maleado versus PU maleado**



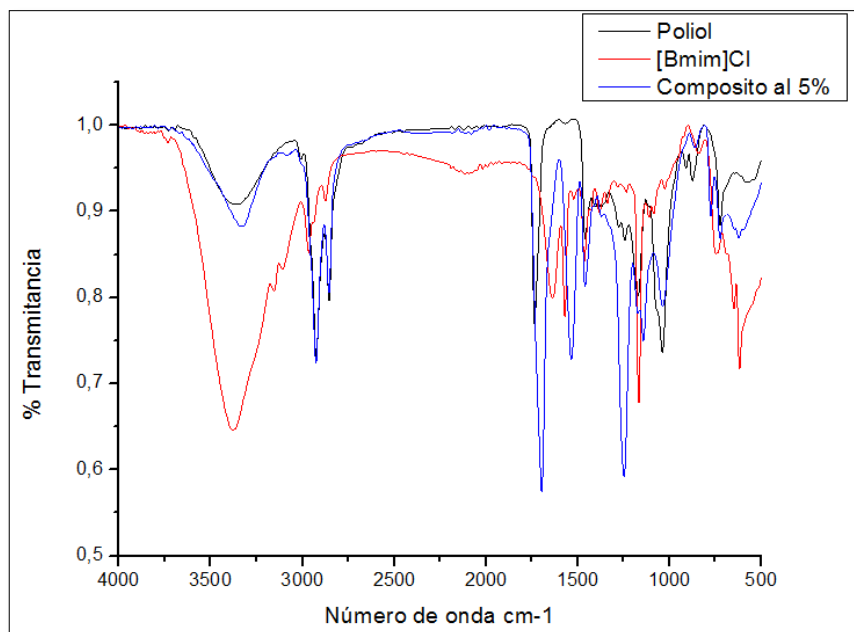
**Anexo I. Espectros IR de la síntesis directa Polilíquido al 10% [BMIM]Cl en comparación con sus precursores.**



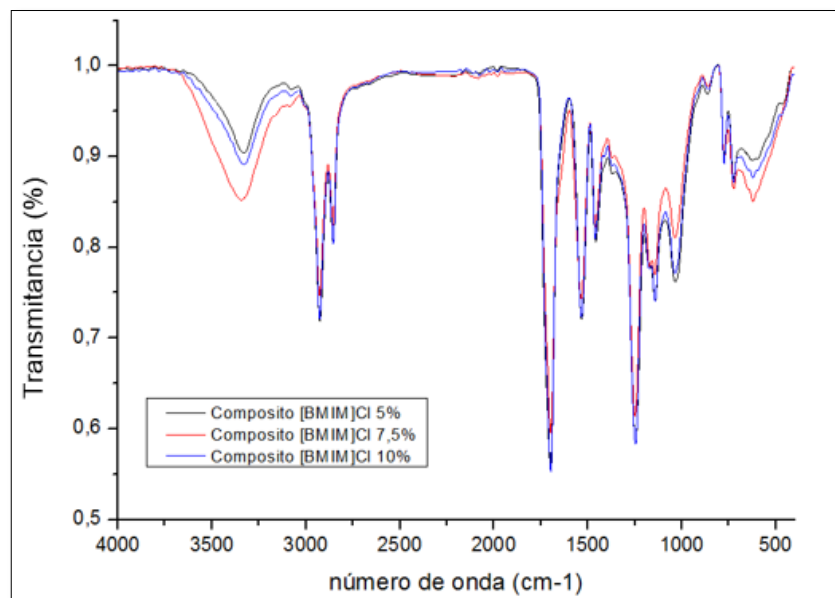
**Anexo J. Comparación polilíquidos al 5 y al 10% [BMIM]Cl mediante espectro IR.**



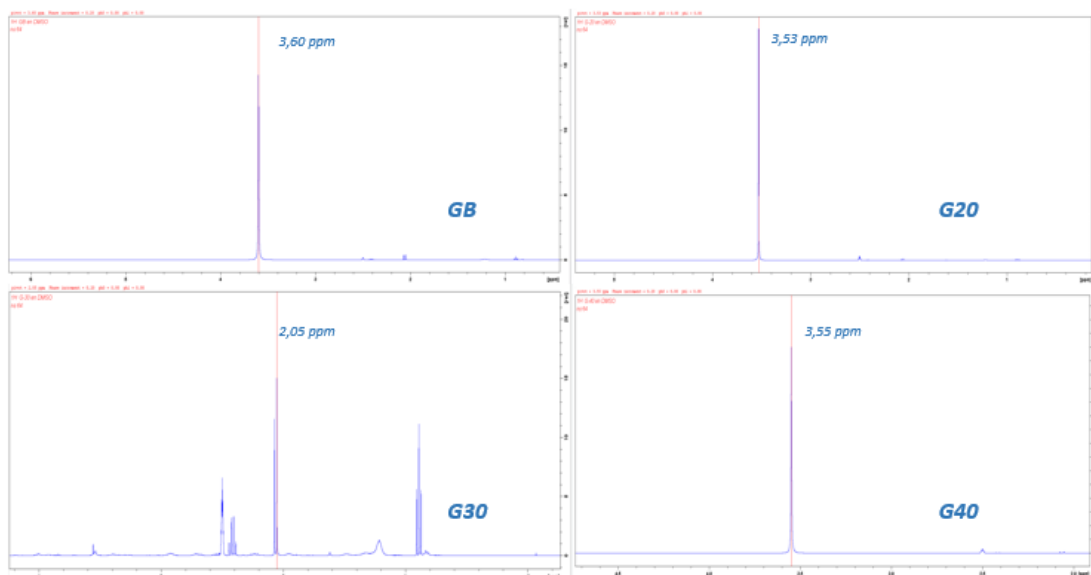
**Anexo K. Comparación poliol, [BMIM]Cl y compuesto al 5% mediante espectro IR.**



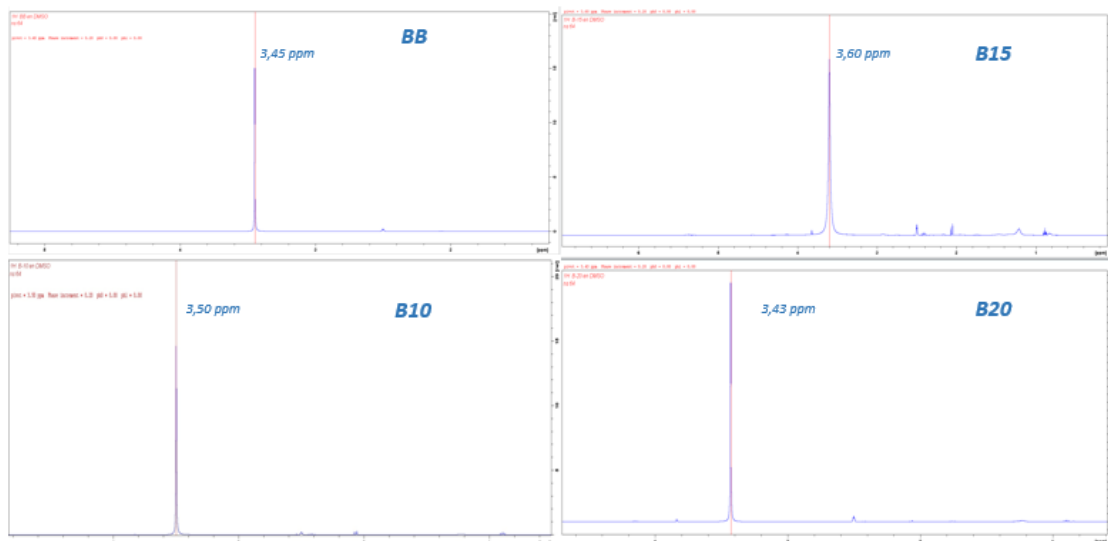
**Anexo L.** Espectro IR entre los composites de [Bmim]Cl al 5, 7.5 y 10% en peso, empleando método por adición directa.



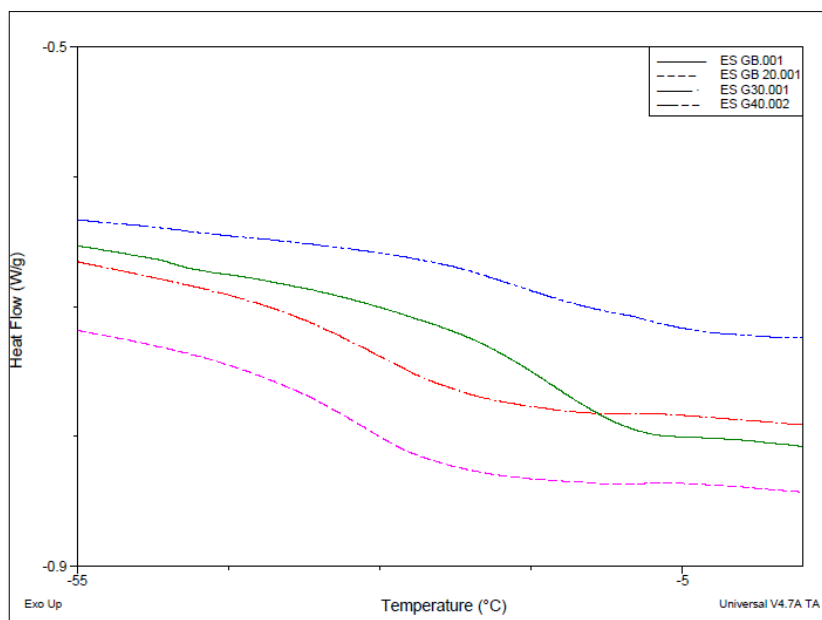
**Anexo M.** Espectros RMN <sup>1</sup>H para las espumas GB, G20, G30 y G40.



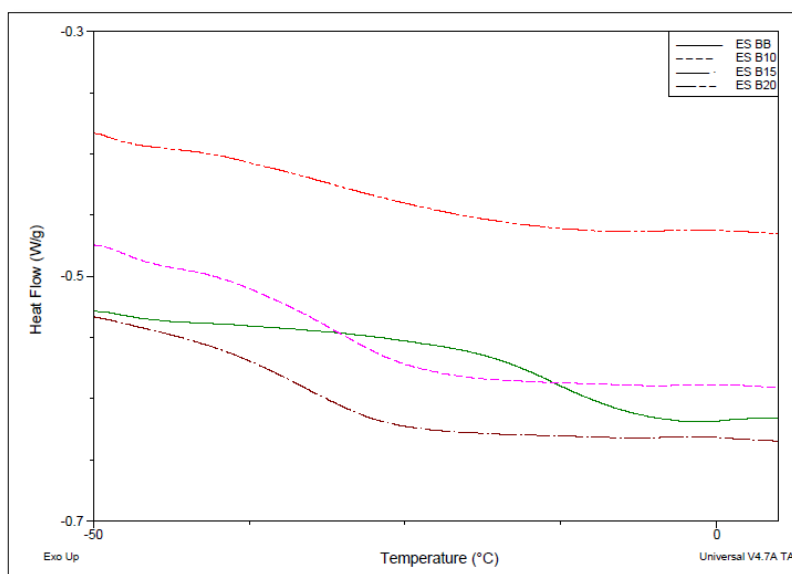
**Anexo N. Espectros RMN <sup>1</sup>H para las espumas BB, B10, B15 y B20.**



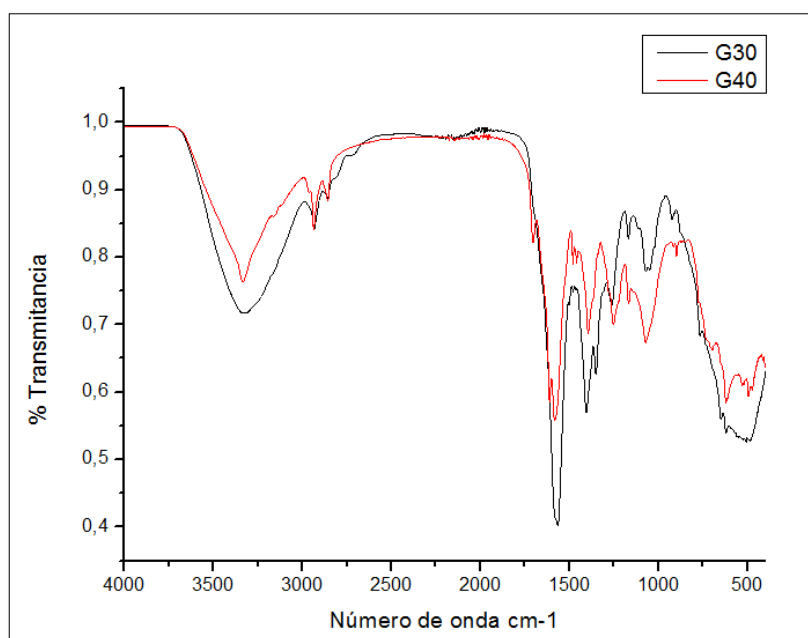
**Anexo Ñ. Curvas de Tg empleando DSC para las espumas GB, G20, G30 Y G40.**



**Anexo O. Curvas de Tg a partir del análisis DSC para las espumas BB, B10, B15 Y B20.**



**Anexo P. Lavado espumas G30 y G40**



**Anexo Q.** Proporcionalidad presión vs captura de CO2.

