

**SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE GELES ABSORBENTES DE  
SUSTANCIAS NO POLARES A PARTIR DE POLIGLICEROL**

**DEISY CATHERINE PABÓN POVEDA  
LAURA DANIELA RODRÍGUEZ CASTRO**

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

**2016**

**SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE GELES ABSORBENTES DE  
SUSTANCIAS NO POLARES A PARTIR DE POLIGLICEROL**

**DEISY CATHERINE PABÓN POVEDA  
LAURA DANIELA RODRÍGUEZ CASTRO**

**Trabajo de grado como requisito para optar el título de  
Ingeniero Químico**

**Director**

**GUSTAVO E. RAMÍREZ C.  
Ingeniero Químico, Ph.D.**

**Codirector**

**CAROLINA ARDILA SUÁREZ  
Ingeniera Química, M.Sc.**

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

**2016**

*“Empieza haciendo lo necesario, después lo posible, y de repente te encontrarás haciendo lo imposible.” – San Francisco de Asís.*

*A Dios y la Virgen del Milagro por su grandeza, por regalarme la fuerza, paciencia e inteligencia necesarias para continuar el camino a pesar de los obstáculos.*

*A la persona que hizo posible esta meta, Edílma Poveda. Gracias mamita por todo tu apoyo incondicional, amor y consejos, por creer en mí siempre, por no dejarme nunca desfallecer, por tu esfuerzo y sacrificio todos estos años. Gracias por soñar conmigo y por darme la oportunidad de ser Ingeniera Química.*

*A Campo Elías Pabón, por su apoyo constante, por su ayuda en cada momento que lo necesité, por sus consejos y amor. Gracias papito por ayudarme hacer realidad este sueño que tuvimos un día como familia.*

*A toda mi familia por darme cariño, apoyo y siempre desear lo mejor para mí.*

*A Luis Alberto por ser mi mejor compañía en este camino. Gracias por todo tu amor, consejos, apoyo, ayuda, paciencia, por animarme en todo momento, por ser mi cómplice de aventuras y regalarme tantos momentos valiosos.*

*A la familia Rincón Rincón por abrirme las puertas de su casa, por creer en mí, por el apoyo, cariño y amistad todos estos años. Gracias señora Gladys, don Siervo, Oscar, Fredy y Fabián.*

*A Alexandra Arenas por su apoyo incondicional. Gracias mi Flaca por todo tu cariño, consejos, palabras de ánimo y apoyo cuando más las necesité, por no dejarme sola cuando las cosas no iban bien. Hoy más que nunca le agradezco a Dios tener una hermana como tú.  
¡Mil gracias por tantos años juntas!*

*A Esthefany Zea por estar conmigo en las buenas y en las malas. Gracias por todos los momentos compartidos, por el cariño y complicidad, pero sobre todo gracias por el apoyo en cada paso que he dado, gracias por ser una hermana incondicional y amorosa.*

*A todas las personas que hicieron parte de este proceso, especialmente a Lizeth P, Yesmith B, Sandra M, Steven MVH, William B, Ricardo R, Jorge R, Omar B, Javier S. Gracias por el cariño, palabras de aliento, apoyo y ayuda incondicional; gracias por todos los momentos vividos y por ser una parte importante en mi vida.*

*Deisy Catherine Pabón Poveda.*

*A mis padres Jorge Enrique Rodríguez Amézquita y Elva Yail Castro Arévalo, por su amor, confianza y sacrificios. Gracias a ustedes he logrado llegar hasta aquí y me convertí en lo que soy. ¡Ha sido un privilegio ser su hija!*

*A mis hermanas Andrea Nataly y Luna Soledad por creer en mí.*

*A Ramón David por su amor, apoyo, paciencia y confianza durante esta importante etapa. Gracias por cada momento compartido.*

*A Juan Carlos Pérez por compartir momentos de alegría y tristeza, por su complicidad y paciencia. Gracias por brindarme su mano cuando la necesité.*

*A mis amigos por hacer parte de mi crecimiento intelectual y personal, por haber hecho de esta etapa universitaria un trayecto de vivencias que jamás olvidaré.*

*Laura Daniela Rodríguez Castro*

## **AGRADECIMIENTOS**

A la Universidad Industrial de Santander y a la Escuela de Ingeniería Química por formarnos como profesionales y personas íntegras.

Al personal del Parque Tecnológico Guatigará por su amabilidad y buena disposición durante la elaboración del presente trabajo.

Al Grupo de Investigación en Polímeros (GIP) por recibirnos afectuosamente y confiar en nuestras capacidades para el desarrollo de esta investigación.

Al Doctor Gustavo Ramírez Caballero por la confianza y apoyo que nos brindó a lo largo de este tiempo.

A la ingeniera Carolina Ardila Suárez por aceptar trabajar con nosotras, por su tiempo, apoyo, paciencia, interés, confianza y acompañamiento constante.  
¡GRACIAS!

A la ingeniera Jenny Carolina Osma Afanador por su colaboración, tiempo y asesoría en el manejo de los equipos de caracterización TGA y DSC.

A la Escuela de Química por brindarnos su contribución en la caracterización por medio de Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR).

Al laboratorio de Microscopía por prestarnos su colaboración para realizar los estudios de Microscopía Electrónica de Barrido (SEM).

A todas aquellas personas que de una u otra forma hicieron parte de nuestro proceso de formación.

## CONTENIDO

INTRODUCCIÓN .....	18
1. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....	22
1.1 REACTIVOS Y MATERIALES .....	22
1.2 DIAGRAMA DE FLUJO DEL PROCESO.....	23
1.3 DESARROLLO EXPERIMENTAL.....	23
1.3.1 Polimerización de glicerol y esterificación del Poliglicerol.....	23
1.3.2 Lavado y secado del poliglicerol éster .....	24
1.3.3 Entrecruzamiento.....	25
1.3.4 Curado del material.....	25
1.4 CARACTERIZACIÓN DE LOS GELES ASORBENTES DE SUSTANCIAS NO POLARES.....	25
1.4.1 Confirmación de la estructura de los polímeros sintetizados .....	25
1.4.2 Morfología de los geles absorbentes.....	25
1.4.3 Estabilidad térmica de los geles absorbentes .....	26
1.4.4 Transiciones térmicas de los geles absorbentes .....	26
1.4.5 Evaluación del material: pruebas de absorción.....	26
2. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS .....	27
2.1 CONFIRMACIÓN DE LA ESTRUCTURA DE LOS POLÍMEROS SINTETIZADOS.....	27
2.2 MORFOLOGÍA DE LOS GELES ABSORBENTES.....	29
2.3 ESTABILIDAD TÉRMICA DE LOS GELES ABSORBENTES.....	30
2.4 TRANSICIONES TÉRMICAS DE LOS GELES ABSORBENTES.....	31
2.5 EVALUACIÓN DEL MATERIAL: PRUEBAS DE ABSORCIÓN.....	33
2.5.1 Absorción en tolueno y solución tolueno/crudo pesado al 10% p/p. ....	35
2.5.2 Absorción en ACPM, gasolina, aceite de motor usado y aceite vegetal.....	38

3. CONCLUSIONES .....	42
4. RECOMENDACIONES .....	43
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	44
BIBLIOGRAFÍA .....	48
ANEXOS .....	52

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> Diagrama de flujo del proceso de síntesis y caracterización del polímero. .....	23
<b>Figura 2.</b> Micrografías de los geles absorbentes.....	29

## LISTA DE GRÁFICAS

<b>Gráfica 1.</b> Espectro infrarrojo de PGE y geles absorbentes DVB10%, DVB15% y DVB20%.....	27
<b>Gráfica 2.</b> Termograma obtenido mediante TGA para los geles absorbentes DVB10%, DVB15% y DVB20%.....	30
<b>Gráfica 3.</b> Transiciones vítreas de los geles absorbentes DVB10%, DVB15%, DVB20%.....	31
<b>Gráfica 4.</b> Eventos térmicos no reversibles de los geles absorbentes DVB10%, DVB15% y DVB20%.....	32
<b>Gráfica 5.</b> Absorción de tolueno y solución de tolueno/crudo pesado 10%p/p respecto al tiempo.....	33
<b>Gráfica 6.</b> Absorción de ACPM, gasolina, aceite de motor usado y aceite vegetal, respecto al tiempo.....	34
<b>Gráfica 7.</b> Absorción en tolueno y solución tolueno/crudo pesado al 10%p/p según el gel absorbente. ....	35
<b>Gráfica 8.</b> Absorción ACPM, gasolina, aceite de motor usado y aceite vegetal según el gel absorbente. ....	38

## LISTA DE TABLAS

<b>Tabla 1.</b> Composición aceite vegetal y ácido oleico .....	22
<b>Tabla 2.</b> Condiciones de reacción empleadas en la síntesis de poliglicerol y esterificación del poliglicerol. ....	24

## LISTA DE ANEXOS

<b>ANEXO A.</b> Polimerización del glicerol y esterificación del poliglicerol .....	52
<b>ANEXO B.</b> Cálculo de la relación 1:1 Glicerol- Ácido oleico.....	54
<b>ANEXO C.</b> Protocolo de lavado de PGE .....	56
<b>ANEXO D.</b> Reacciones y protocolo de entrecruzamiento.....	57
<b>ANEXO E.</b> Protocolos de absorción .....	59
<b>ANEXO F.</b> Características de los polímeros sintetizados .....	62
<b>ANEXO G.</b> Resultados promedio de las pruebas de absorción en diferentes sustancias no polares para cada polímero .....	64

## NOMENCLATURA

PG	Poliglicerol
PGE	Poliglicerol éster
DVB	Divinilbenceno
DVB10%	Polímero sintetizado con 10% de divinilbenceno
DVB15%	Polímero sintetizado con 15% de divinilbenceno
DVB20%	Polímero sintetizado con 20% de divinilbenceno
DSC	Calorimetría Diferencial de Barrido
MTDSC	Calorimetría Diferencial de Barrido con Modulación de Temperatura
TGA	Análisis Termogravimétrico
T <sub>g</sub>	Temperatura de transición vítrea
FTIR	Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier
SEM	Microscopía Electrónica de Barrido

## RESUMEN

TÍTULO: SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE GELES ABSORBENTES DE SUSTANCIAS NO POLARES A PARTIR DE POLIGLICEROL\*

AUTORES: DEISY CATHERINE PABÓN POVEDA  
LAURA DANIELA RODRÍGUEZ CASTRO\*\*

PALABRAS CLAVE: absorbente, solventes no polares, agente entrecruzante, gel, polimerización, entrecruzamiento.

### DESCRIPCIÓN

En esta investigación se estudió el efecto que tiene el aumento de divinilbenceno (agente entrecruzante) en la síntesis de materiales tipo gel, con el propósito de evaluar la capacidad de absorción de sustancias no polares. La síntesis de los geles absorbentes, se desarrolló variando la cantidad de divinilbenceno de 10%, 15% y 20%.

La caracterización se realizó determinando la estructura química por Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR), la morfología de los materiales por Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), las pérdidas de peso por Análisis Termogravimétrico (TGA) y las transiciones reversibles e irreversibles por Calorimetría Diferencial de Barrido con Modulación en Temperatura (MTDSC). La evaluación del material se realizó mediante pruebas de absorción de sustancias no polares como tolueno, solución tolueno/crudo pesado al 10%p/p, ACPM, gasolina, aceite de motor usado y aceite vegetal.

De acuerdo a la caracterización de los polímeros obtenidos, las reacciones de polimerización y entrecruzamiento se dieron de forma satisfactoria evidenciando la presencia del grupo C-H característico de los anillos aromáticos y la existencia de volúmenes libres en los materiales. Según los termogramas arrojados por el TGA las muestras tienden a degradarse a temperaturas similares, por lo que se concluye que la densidad de entrecruzamiento no afecta la temperatura a la cual el material se degrada. En cuanto a la evaluación del material se determinó que la capacidad de absorción de los polímeros sintetizados no se relaciona únicamente con el grado de entrecruzamiento ya que existen otros factores que intervienen en la absorción como el tipo y concentración de los homopolímeros que conforman la red, además de naturaleza de la sustancia no polar, lo que evidenció el buen desempeño de las muestras con mayor grado de entrecruzamiento en la absorción de tolueno y solución tolueno/crudo pesado al 10%p/p.

---

\*Trabajo de grado para optar el título de Ingeniero Químico

\*\* Facultad de Ingenierías Físico-Químicas. Escuela de Ingeniería Química. Director: PhD. Gustavo Emilio Ramírez Caballero. Codirector: M.Sc. Carolina Ardila Suárez

## ABSTRACT

TITLE: SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF OIL-SORBERS FROM POLYGLYCEROL\*

AUTHORS: DEISY CATHERINE PABÓN POVEDA  
LAURA DANIELA RODRÍGUEZ CASTRO\*\*

KEYWORDS: Absorbent, nonpolar solvent, crosslinker agent, gel, polymerization, crosslinking.

### DESCRIPTION

In this investigation, it studied the effect in increasing of divinylbenzene (crosslinker agent) in the material synthesis kind gel, with the purpose to test the absorption capacity of no polar substances. Synthesis of sorbent gels developments to doing a variation of quantity in divinylbenzene 10%, 15%, and 20%.

The characterization it was made during the determination of the chemical structure for infrared spectroscopy by Fourier transformation (FTIR), the morphology of the materials for scanning electronic microscopy (SEM), the weight loss by thermogravimetric analysis (TGA) and the reversible and irreversible transitions for differential scanning calorimetry (DSC). The testing of materials it was made during absorption proofs in no polar substances like heavy toluene toluene/heavy crude in 10% p/p, ACPM, gasoline, used oil engine and vegetable oil.

Agreed with characterization in obtained polymers, the reactions of polymerization and crosslinker it was found in the best way as possible, showing the presence of C-H group, characteristic from aromatic rings and the existence of free volumes in the materials. According to thermograms delivered by TGA, the samples tend to the degradation in similar temperatures, because of that it concluded that crosslinking doesn't affect the temperature which the material degrades. As to material testing, it was found that the capacity of absorption in synthesized polymers there isn't relation only with the crosslinking, due to it exist others factors that were applying in the uptake. Thus, the kind and concentration of the homopolymers that belongs to the grid, so the type of no polar substance, this evidenced the great performance of the samples with the high grade of crosslinking in the toluene absorption and solution toluene/heavy crude in 10% p/p.

---

\* Graduation project to qualify for the degree in Chemical Engineering

\*\* Facultad de Ingenierías Físico-Químicas. Escuela de Ingeniería Química. Director: PhD. Gustavo Emilio Ramírez Caballero. Codirector: M.Sc. Carolina Ardila Suárez

## INTRODUCCIÓN

El daño ambiental ocasionado por la liberación accidental o intencionada de productos derivados de la industria petroquímica y aceites de origen vegetal usados, ha impulsado la necesidad de desarrollar técnicas y materiales de separación económicos, prácticos, eficientes y que no causen perjuicios adicionales al medio ambiente. Uno de los materiales ampliamente usados con éste fin son los geles absorbentes de sustancias no polares (*oil-sorbers* en inglés). Los geles absorbentes de sustancias no polares son polímeros ramificados y entrecruzados con volúmenes libres capaces de absorber éste tipo de sustancias. El presente trabajo tiene como objeto la síntesis y evaluación de geles absorbentes de sustancias no polares sintetizados a partir de poliglicerol, el cual se obtiene de la polimerización directa del glicerol, con el fin de ampliar la ventana de aplicaciones de éste subproducto de la industria del biodiésel.

El glicerol es una molécula de cadena corta formada por tres carbonos y tres grupos hidroxilos, que explican su naturaleza higroscópica y solubilidad en sustancias polares [1]. Se origina principalmente en procesos oleoquímicos de saponificación y producción de biodiésel a través de la transesterificación de grasas o aceites, generando éste último, cerca de un 10% en peso de glicerol como subproducto principal. La sobre oferta de glicerol, producto de la creciente demanda de biodiésel a nivel mundial y la baja comercialización de dicho subproducto, se ha convertido en un problema a tratar, pues el glicerol no puede ser arrojado al ambiente sin previo tratamiento [2]. Es por lo anterior, que en los últimos años investigadores de diferentes campos han mostrado gran interés en la investigación y desarrollo de sustancias con valor agregado a partir del glicerol, como el poliglicerol.

El poliglicerol es un polímero sintetizado a través de la polimerización por etapas del glicerol [3], mediante la adición continua de monómeros de glicerol a la cadena en crecimiento. La mezcla de reacción consiste en una distribución continua de

tamaños moleculares que comprende desde el mismo monómero hasta el polímero de elevado peso molecular [4]. El catalizador utilizado para la polimerización cumple una función relevante en la reacción y de éste dependen características del material como el peso molecular, la conversión de grupos hidroxilo, formación de subproductos, coloración, entre otros [5]. Salehpour *et al* [6], afirmaron que al catalizar la reacción de polimerización del glicerol con ácido sulfúrico se obtienen polímeros de relativamente alto peso molecular.

El Grupo de Investigación en Polímeros (GIP) de la Universidad Industrial de Santander, ha enfocado sus líneas de investigación en la síntesis de polímeros más complejos a partir de glicerol como hidrogeles [7], poliuretanos [8], emulsificantes [9] y geles absorbentes de sustancias no polares [3]. En el caso particular de los geles absorbentes, la alta reactividad de los grupos hidroxilo presentes en el poliglicerol permite su funcionalización para la formación de polímeros con carácter hidrófobo que, mediante reacciones posteriores de entrecruzamiento pueden formar estructuras ramificadas y entrecruzadas capaces de absorber sustancias no polares. Para la presente investigación, donde se busca la obtención de una red polimérica de carácter hidrófobo, la funcionalización de los grupos hidroxilo del poliglicerol se realizó usando ácido oleico con el fin de pasar de un material hidrófilo como el poliglicerol a uno hidrófobo.

La síntesis del absorbente se realizó entrecruzando el poliglicerol éster resultante con divinilbenceno y estireno, a través de las insaturaciones proporcionas por el ácido oleico. Investigaciones anteriores han demostrado la existencia de reacciones de entrecruzamiento entre aceites vegetales con divinilbenceno y estireno [10, 11]. Los resultados obtenidos en estas investigaciones demuestran el papel relevante que cumple el divinilbenceno en el entrecruzamiento, el papel que tiene el estireno sobre la estructura [3] y la contribución de los aceites vegetales en la disminución de la rigidez del material [12]. En esta investigación el entrecruzamiento se llevó a cabo mediante una reacción en cadena iniciada por el peróxido de benzoilo (que aporta radicales libres), en la cual el divinilbenceno interactúa de forma aleatoria

con las insaturaciones presentes en la estructura. El estireno reacciona simultáneamente en presencia del peróxido de benzoilo formando poliestireno, contribuyendo también en la formación de reticulaciones [13]. Finalmente se formó el gel absorbente.

Un gel absorbente se definió entonces, como una estructura polimérica entrecruzada y ramificada la cual se caracteriza por ser hidrófobo, por lo que no se disuelve en componentes polares y tiene la capacidad de absorberlos. Su estructura consta de una red elástica con presencia de volúmenes libres, es decir los poros se interconectan en cierto grado (densidad de entrecruzamiento) permitiendo el paso de fluidos a través de la red [14], reteniendo los compuestos no polares.

Existen reportes de estudios enfocados a la síntesis y caracterización de estos materiales, a partir de diferentes compuestos y a diferentes condiciones de reacción, entre los estudios se encuentran la síntesis de geles absorbentes a partir de monómeros de 4 – tert – butilestireno y etileno – propileno – dieno (EPDM), mediante polimerización por suspensión usando divinilbenceno (DVB) como agente entrecruzante. El objetivo de ésta investigación fue estudiar las propiedades mecánicas y los parámetros de red cuando se varía la concentración de DVB entre 0 y 20%, las pruebas de absorción se realizaron con tolueno, queroseno, cloroformo y ciclohexano , obteniendo una absorción máxima de 22 g/g al emplear 3% de DVB [15]. La síntesis de polímeros de acrilato usando etilenglicol diacrilato (EDGA) y dimetilacrilato (EGDMA) como agentes entrecruzantes. El objetivo de ésta investigación fue analizar el efecto en la absorción cuando se varía la concentración de agente entrecruzante entre 0.5% y 2%, las pruebas de absorción se realizaron con una solución tolueno/crudo pesado 10%p/p, obteniendo una absorción máxima de 56,1 g/g al emplear 0.5% de agente entecruzante [16]. La copolimerización y entrecruzamiento de metacrilato de cinamoilo oxietil (CEMA) con acrilato de octadecilo (ODA) usando trimetilpropano triacrilato (TPT) como entrecruzante. El propósito de ésta investigación fue conocer el efecto sobre la capacidad de absorción del material y la determinación de los parámetros de red cuando se varía

el agente entrecruzante entre 0.5% y 4%, las pruebas de absorción se realizaron en solución tolueno/crudo pesado 10%p/p, presentando como máxima absorción 33g/g con 0.5% de entrecruzante [17]. Recientemente, el Grupo de Investigación en polímeros estudió la síntesis de geles absorbentes a partir de poliglicerol éster, estireno y aceite vegetal, usando 10% de divinilbenceno como entrecruzante, obteniendo materiales con una absorción máxima de tolueno de 22g/g y 56,7g/g de solución tolueno/crudo pesado. Sin embargo, no se estudió mayores relaciones de DVB como agente entrecruzante ni moléculas diferentes a tolueno y solución de tolueno crudo/pesado.

La presente investigación estudió el efecto que tiene el aumento de divinilbenceno (agente entrecruzante) en la síntesis de materiales tipo geles absorbentes, con el fin de evaluar la capacidad de absorción de sustancias no polares. La síntesis de los geles absorbentes, se desarrolló variando la concentración de divinilbenceno en 10%, 15% y 20%. La caracterización se realizó mediante las técnicas de Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR), Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), Análisis Termogravimétrico (TGA) y Calorimetría Diferencial de Barrido con Modulación en Temperatura (MTDSC). La evaluación de los materiales en éste trabajo no solo se limitó al estudio de la absorción de sustancias no polares como tolueno y solución tolueno/crudo pesado al 10%p/p, sino que también a sustancias como ACPM, gasolina, aceite de motor usado y aceite vegetal, ya que son los desechos más comunes en lavanderías de carros, talleres y restaurantes.

# 1 METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

## 1.1 REACTIVOS Y MATERIALES

La síntesis de los polímeros se realizó usando glicerol al 85% v/v (Merck), ácido sulfúrico al 95% de pureza (Merck), divinilbenceno (Merck), estireno (Merck), peróxido de benzoilo (Merck), ácido oleico comercial (Laboratorios León) y aceite vegetal [3].

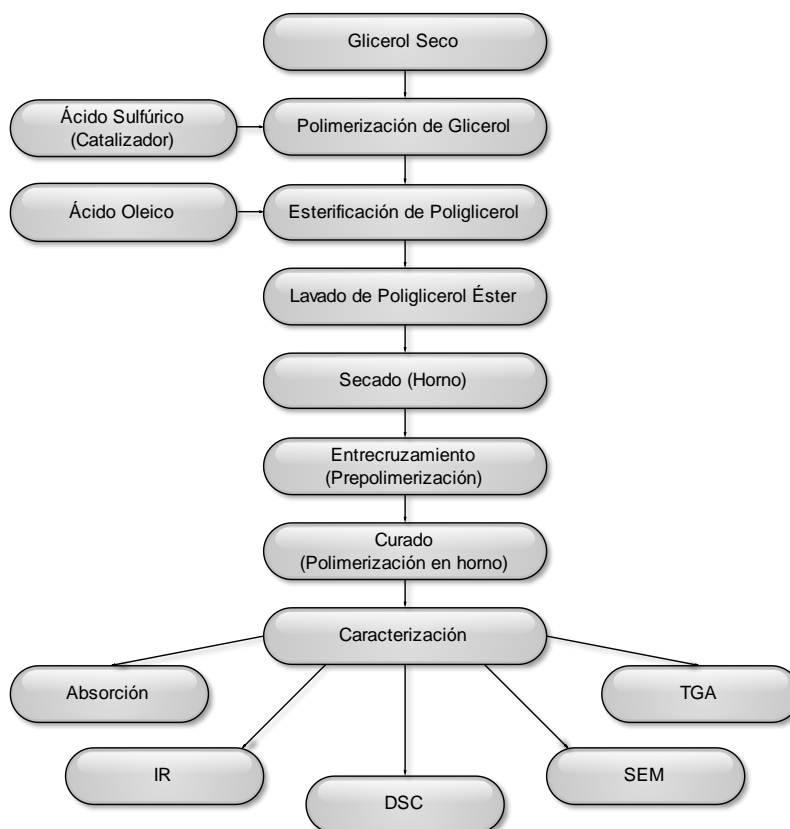
La caracterización del ácido oleico y el aceite vegetal utilizados se presenta en la Tabla 1; fue realizada usando un sistema de cromatografía de gas (Agilent Technologies 6890 series), acoplado a un detector FID, usando una columna Agilent DB23 y SUPELCO 38 FAMES como estándares [18].

**Tabla 1.** Composición del aceite vegetal y ácido oleico

Ácido graso	Aceite vegetal [%]	Ácido oleico [%]
Palmítico (C16:0)	9.7037	9.0228
Estearico (C18:0)	3.8958	8.1245
Oleico (C18:1n9c)	27.9593	32.1425
Linoleico (C18:2n6c)	40.7422	36.3093
Linolénico (C18:3n3)	2.4006	3.5647
Eicosanoico (C20:1)	0.5608	4.0572
Otros	14.7376	6.719

## 1.2 DIAGRAMA DE FLUJO DEL PROCESO

La secuencia para obtener el polímero y su caracterización y evaluación, se encuentra en la figura 1.



**Figura 1.** Diagrama de flujo del proceso de síntesis, caracterización y evaluación del polímero.

## 1.3 DESARROLLO EXPERIMENTAL

**1.3.1 Polimerización de glicerol y esterificación del poliglicerol.** El montaje de laboratorio usado en la síntesis de poliglicerol y poliglicerol éster consta de un reactor con capacidad de 50 mL, con tres boquillas: ingreso de nitrógeno a través de un burbujeador de vidrio para mantener una atmósfera inerte y constante mezcla

de los reactivos, control de temperatura, y por último, una boquilla que permite la adición de reactivos. Además de las tres boquillas, el reactor presenta una salida lateral que es conectada a un condensador que a su vez se encuentra conectado a una bomba de vacío con trampa con el fin de eliminar los subproductos. El reactor se mantiene inmerso en un baño de aceite sobre una plancha de calentamiento.

La síntesis de poliglicerol se llevó a cabo mediante una reacción de polimerización usando como catalizador ácido sulfúrico; cumplida la polimerización, se adicionó ácido oleico para iniciar la reacción de esterificación manteniendo el mismo catalizador. Las condiciones para ambas reacciones se encuentran en la Tabla 2 y fueron determinadas de acuerdo a trabajos previos realizados en el grupo de investigación [3]. El protocolo y montaje de las reacciones mencionadas se explican paso a paso en el Anexo A.

**Tabla 2.** Condiciones de reacción empleadas en la síntesis de poliglicerol y esterificación del poliglicerol.

Condición	Valor	Unidad
Temperatura	160	[°C]
Presión de la bomba	22	[in Hg]
Cantidad de glicerol	10	[mL]
Cantidad de catalizador	4.8	% en peso
Cantidad de ácido oleico	11.8	[mL]*
Tiempo de polimerización	12	[min]
Tiempo de esterificación	36	[min]

\* Los cálculos se encuentran en el Anexo B.

**1.3.2 Lavado y secado del poliglicerol éster.** El PGE obtenido anteriormente fue lavado con el fin de eliminar el catalizador (ácido sulfúrico), y así evitar su intervención en las futuras reacciones (ver protocolo de lavado en anexo C). Una vez realizado el lavado, la muestra entró en proceso de secado al horno durante 24 horas a 80°C.

**1.3.3 Entrecruzamiento.** La síntesis de los geles absorbentes se llevó a cabo mediante la reacción de copolimerización iniciada con peróxido de benzoilo entre el poliglicerol modificado con ácido oleico, divinilbenceno, estireno y aceite vegetal comercial. Se propuso establecer la influencia que tiene el porcentaje de agente entrecruzante sobre la capacidad de absorción de compuestos no polares. Las reacciones y protocolo de entrecruzamiento se encuentran en el Anexo D. El gel absorbente obtenido fue llevado a un horno con el fin de continuar el proceso de polimerización, la muestra se mantuvo en el horno durante 24 horas a una temperatura de 100°C [3].

**1.3.4 Curado del material.** Debido a que algunas cadenas del polímero no se unen a la red infinita, existen en el material fracciones solubles (fracciones que no reaccionaron) y fracciones insolubles (fracciones que reaccionaron). Las fracciones solubles se extrajeron del gel absorbente antes de realizar el procedimiento de absorción, ya que aunque no contribuyen a la estructura del polímero, pueden estar solvatadas y contribuir al hinchamiento [17]. Las fracciones solubles fueron removidas usando tolueno como disolvente (ver protocolo de lavado en anexo E).

## **1.4 CARACTERIZACIÓN DE LOS GELES ASORBENTES DE SUSTANCIAS NO POLARES**

**1.4.1 Confirmación de la estructura de los polímeros sintetizados.** Se utilizó la técnica de Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR), para identificar las especies químicas presentes en el polímero y monitorear los procesos de polimerización. El polímero se caracterizó en un espectrofotómetro infrarrojo FTIR Tensor Bruker.

**1.4.2 Morfología de los geles absorbentes.** La caracterización superficial y morfológica de los polímeros se realizó mediante la técnica de Microscopia Electrónica de Barrido (SEM), la cual permite conocer las características de la superficie del material. Se realizó en un equipo Quanta FEG 650.

**1.4.3 Degradación térmica de los geles absorbentes.** La degradación térmica de los polímeros se determinó mediante la técnica de Análisis Termogravimétrico (TGA). La cual consiste en registrar de manera continua los cambios de masa del polímero, en función de la temperatura. El equipo usado en la caracterización es el TGA Discovery, TA Instruments, Inc., se utilizó en un rango de temperaturas de 25 a 600 °C, a una velocidad constante de 5 °C/min, bajo una atmósfera de nitrógeno (50 ml/min), con el fin de evitar la degradación termo oxidativa, según sugiere estudios realizados con anterioridad en el GIP [18].

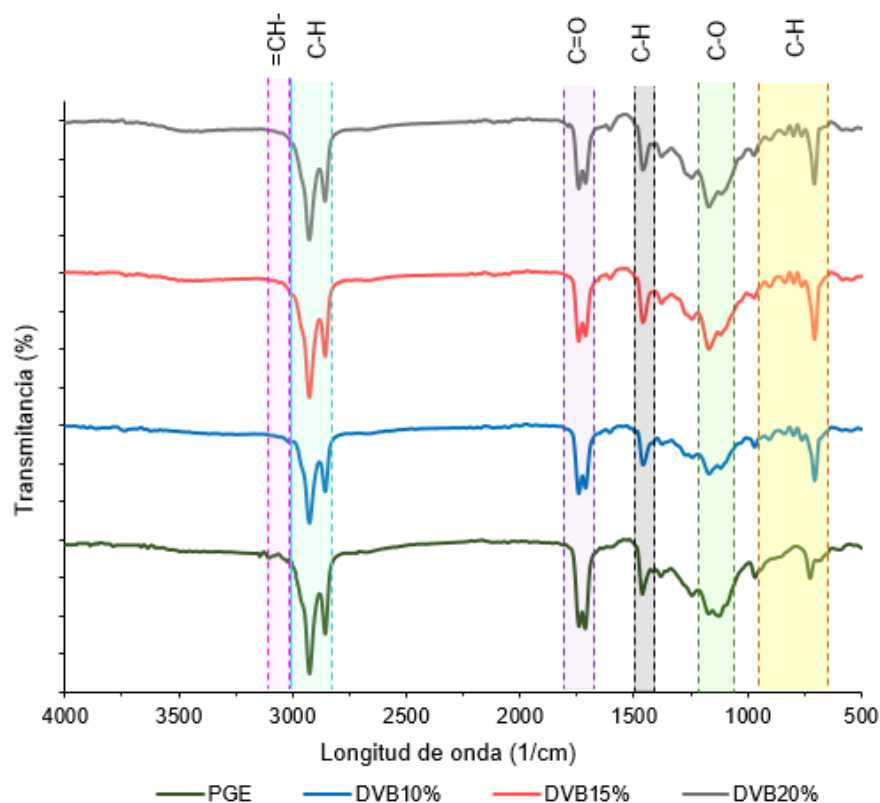
**1.4.4 Transiciones térmicas de los geles absorbentes.** Las transiciones vítreas y eventos exotérmicos de los polímeros sintetizados, se conocieron mediante la técnica de Calorimetría Diferencial de Barrido con Modulación de Temperatura (MTDSC). Utilizando el equipo DSC Discovery, TA Instruments, Inc., como sugiere las investigaciones previas del GIP [3]. Se realizó bajo los siguientes parámetros: amplitud modulada de 1°C y un periodo de 60 segundos, en un rango de temperaturas de -50°C hasta 200°C, a una velocidad de calentamiento de 3°C/min.

**1.4.5 Evaluación del material: pruebas de absorción.** Se llevaron a cabo pruebas de absorción con el fin de comprobar directamente el desempeño de los polímeros. La capacidad de absorción de los geles absorbentes se evaluó usando sustancias contaminantes no polares que comunmente se encuentran en medios acuíferos como: tolueno, solución tolueno/crudo pesado al 10%p/p, ACPM, gasolina, aceite de motor usado y aceite vegetal. Los protocolos usados en las pruebas de absorción así como las características del crudo usado se encuentran en el Anexo E. Las pruebas de absorción en tolueno y tolueno/crudo pesado al 10%p/p, son una adaptación de la norma F726 – 12 [19]

## 2 RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

Se sintetizaron tres materiales variando la cantidad de entrecruzante, inicialmente se empleó 10% de DVB, luego se aumentó en 5% la cantidad de entrecruzante, obteniendo materiales con 10%, 15% y 20% de DVB. En el Anexo F se presenta el análisis de las características físicas de los materiales, según la cantidad de entrecruzante.

### 2.1 CONFIRMACIÓN DE LA ESTRUCTURA DE LOS POLÍMEROS SINTETIZADOS



**Gráfica 1.** Espectro infrarrojo de PGE y geles absorbentes DVB10%, DVB15% y DVB20%.

La Espectroscopia de Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR), permitió identificar los grupos funcionales característicos de los materiales al finalizar las

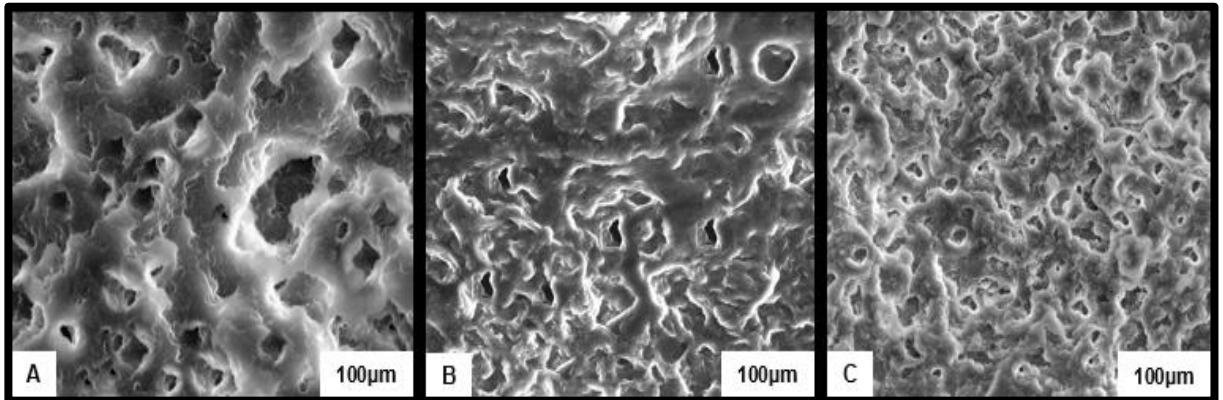
reacciones de polimerización y entrecruzamiento. En la gráfica 1, se muestran los espectros infrarrojo de cada material sintetizado y se comparan con el espectro del PGE, compuesto base de un gel absorbente.

La falta de señal de estiramiento O – H en la región comprendida entre 3200 – 3500  $\text{cm}^{-1}$  confirmó la esterificación completa de los grupos funcionales hidroxilo presentes en el PG [20]. La región comprendida entre 3000 – 3100  $\text{cm}^{-1}$  indicó la presencia de insaturados en alquenos =CH- como el ácido oleico. Se pudo observar además, que la intensidad de la señal disminuyó con el aumento en el entrecruzamiento, lo cual se relacionó con la interacción del DVB en las insaturaciones aportadas por el ácido oleico.

Los espectros que se encontraron en la gráfica 1, exhibieron señales similares entre 2800 – 3000  $\text{cm}^{-1}$ , representando la vibración de los enlaces alifáticos C – H presentes en cadenas carbonadas como el aceite vegetal y PGE. La señal ubicada en 1735  $\text{cm}^{-1}$  corresponde al estiramiento del grupo carbonilo C=O, presente en los enlaces éster que se produjeron en la reacción de esterificación. La señal en 1600  $\text{cm}^{-1}$  representa el estiramiento en el plano aromático. La señal situada en 1455  $\text{cm}^{-1}$  corresponde al grupo C – H presente en el PGE e indicó la presencia de largas cadenas alifáticas en los materiales sintetizados.

La señal comprendida entre 1050 – 1250  $\text{cm}^{-1}$  corresponde al estiramiento del grupo éter C – O y se relacionó con el poliéter de poliglicerol. Finalmente, las señales que se ubican en 725  $\text{cm}^{-1}$ , 730  $\text{cm}^{-1}$ , 745  $\text{cm}^{-1}$  y 790  $\text{cm}^{-1}$  corresponden al grupo funcional C – H presente en los anillos aromáticos. Se pudo observar que la señal se intensificó con el entrecruzamiento, debido a la presencia de los anillos aromáticos aportados por el poliestireno y DVB en los geles absorbentes.

## 2.2 MORFOLOGÍA DE LOS GELES ABSORBENTES

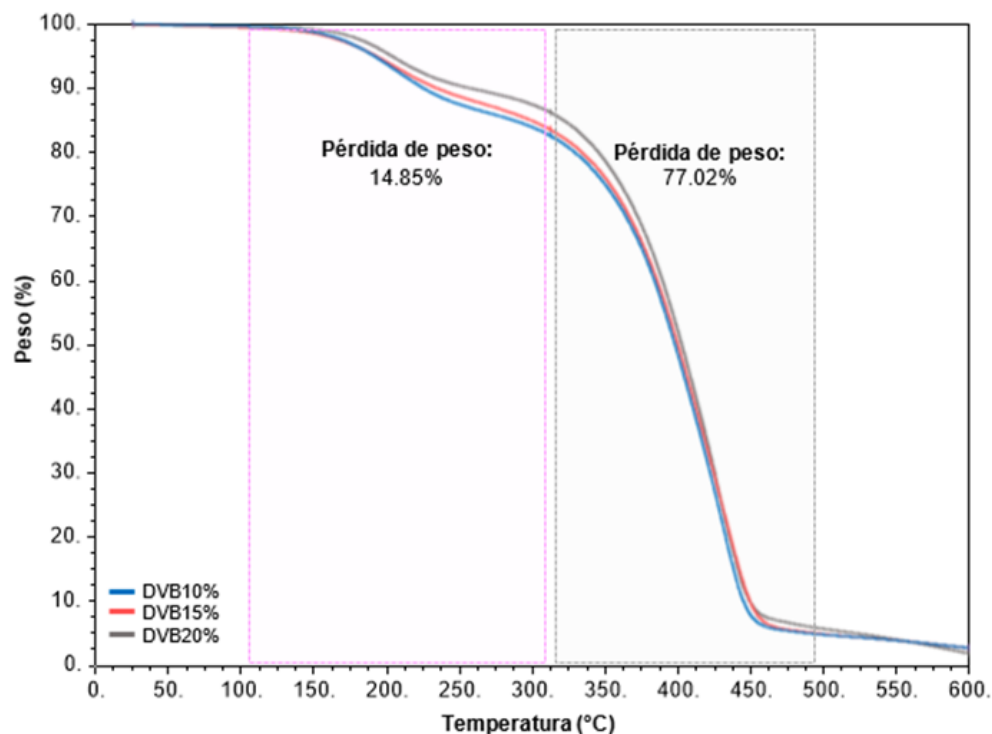


**Figura 2.** Micrografías de los geles absorbentes A) DVB10% B) DVB15% C) DVB20%.

Los tres materiales presentaron una morfología superficial irregular, textura rugosa y presencia de volúmenes libres, típica de una red de copolímeros porosos [12], lo cual se observó en la figura 2.

En las micrografías obtenidas por medio de SEM se observó, que existe diferencia morfológica en el tamaño de los volúmenes libres según la cantidad de agente entrecruzante presente en la muestra. Por ejemplo, el material DVB10% tuvo tamaños de volúmenes libres más grandes comparados con las dos muestras con mayor cantidad de DVB. Sin embargo, el material DVB20% presentó mayor cantidad de volúmenes libres aunque de menor tamaño, esto se debe a que un alto grado de entrecruzamiento reduce el tamaño de las cadenas entre los entrecruzantes, aumentando la densidad de enlaces entrecruzados por unidad de volumen reduciendo el tamaño de los volúmenes libres [12]. Los resultados que se detallan por medio de las micrografías fueron acordes con los resultados obtenidos en las pruebas de absorción.

### 2.3 DEGRADACIÓN TÉRMICA DE LOS GELES ABSORBENTES



**Gráfica 2.** Termograma obtenido mediante TGA para los geles absorbentes DVB10%, DVB15% y DVB20%.

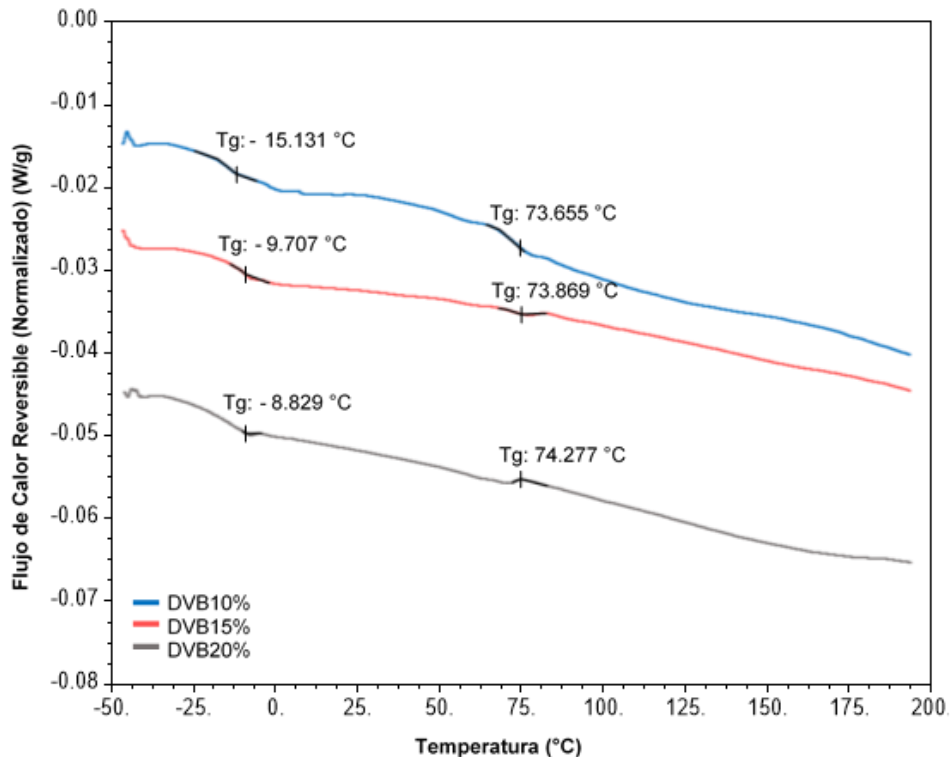
Se observaron dos regiones importantes de pérdida de peso identificadas por los cambios en la pendiente que presentan las curvas (ver gráfica 2). La primera pérdida de peso inició a una temperatura aproximada de 100°C, con un porcentaje de pérdida de peso de 14.85%. Esta pérdida se debe probablemente a la evaporación de la fracción soluble sin extraer durante el lavado (monómeros que no reaccionaron como divinilbenceno y estireno), y al tolueno remanente al finalizar el lavado.

La segunda pérdida de peso se presentó a una temperatura aproximada de 320°C, con un porcentaje de pérdida de peso de 77.02 %. Esta pérdida corresponde probablemente a la degradación de los copolímeros entrecruzados, en donde se pudo observar que los polímeros con menor cantidad de agente entrecruzante se degradan más rápido. Lo anterior se debe a que con el aumento en el grado de

entrecruzamiento el movimiento de las cadenas disminuye, aumentando así la resistencia térmica de las muestras poliméricas [21].

## 2.4 TRANSICIONES TÉRMICAS DE LOS GELES ABSORBENTES

La técnica de Calorimetría Diferencial de Barrido con Modulación de Temperatura, permite separar eventos térmicos como transiciones reversibles (transiciones vítreas y temperaturas de fusión) e irreversibles (cristalización, descomposición, reacciones químicas y evaporación) que pueden estar solapados cuando suceden a las mismas temperaturas y bajo las mismas condiciones.

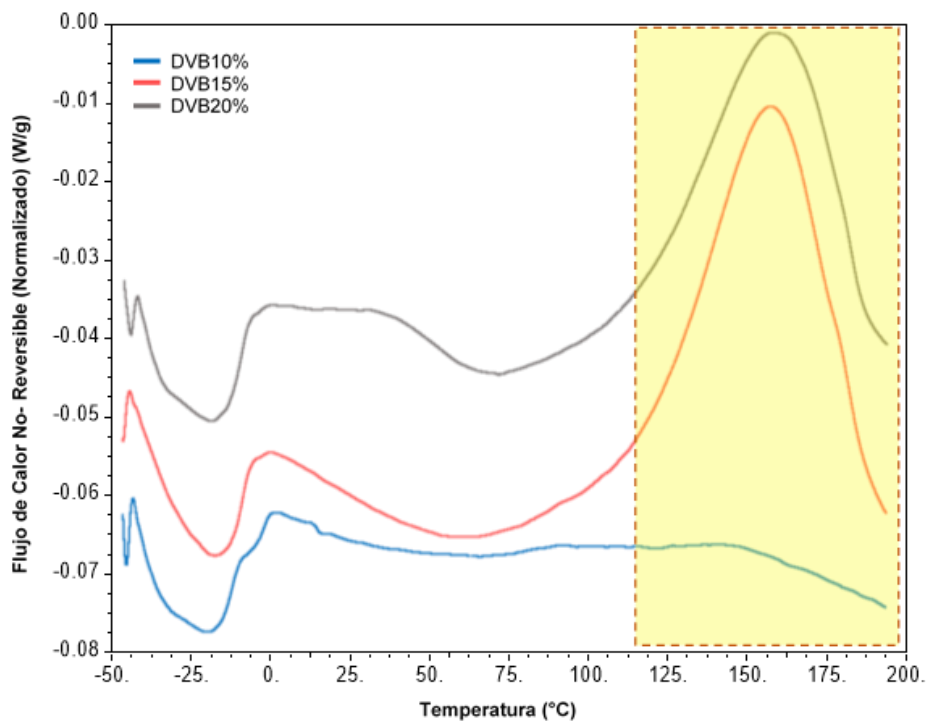


**Gráfica 3.** Transiciones vítreas de los geles absorbentes DVB10%, DVB15%, DVB20%.

Las muestras de geles absorbentes presentaron más de una transición vítrea debido a que los componentes del copolímero (poliglicerol entrecruzado, triglicérido

entrecruzado y poliestireno entrecruzado) se separaron en fases diferentes (ver gráfica 3).

Se observó además, que a mayor grado de entrecruzamiento, mayor fue la temperatura de transición vítrea. Esto se debe a que el agente entrecruzante genera puntos de conexión entre dos o más segmentos de las cadenas proporcionando menor movilidad entre ellas, disminuyendo así la probabilidad de que experimente movimiento de rotación cuando la temperatura aumenta [21]. La primera transición vítrea de cada una de las muestras se presentó a temperaturas inferiores a 0°C, ésta corresponde probablemente a la fase del PGE, según lo reportado por Torres *et al* [3]. Puesto que la transición vítrea del poliestireno individual es aproximadamente de 100°C [22], es de esperarse que la segunda transición vítrea en cada una de las muestras corresponda a la fase del poliestireno entrecruzado, ya que la temperatura de transición vítrea en los polímeros entrecruzados es menor a comparación de los polímeros individuales.

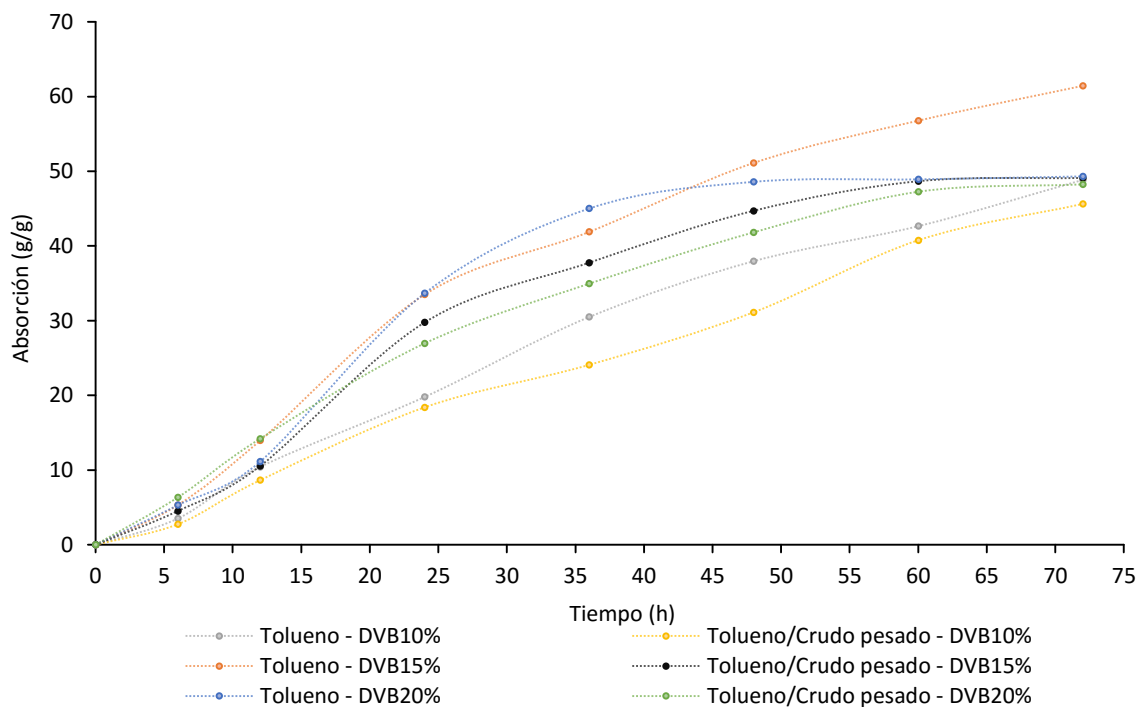


**Gráfica 4.** Eventos térmicos no reversibles de los geles absorbentes DVB10%, DVB15% y DVB20%.

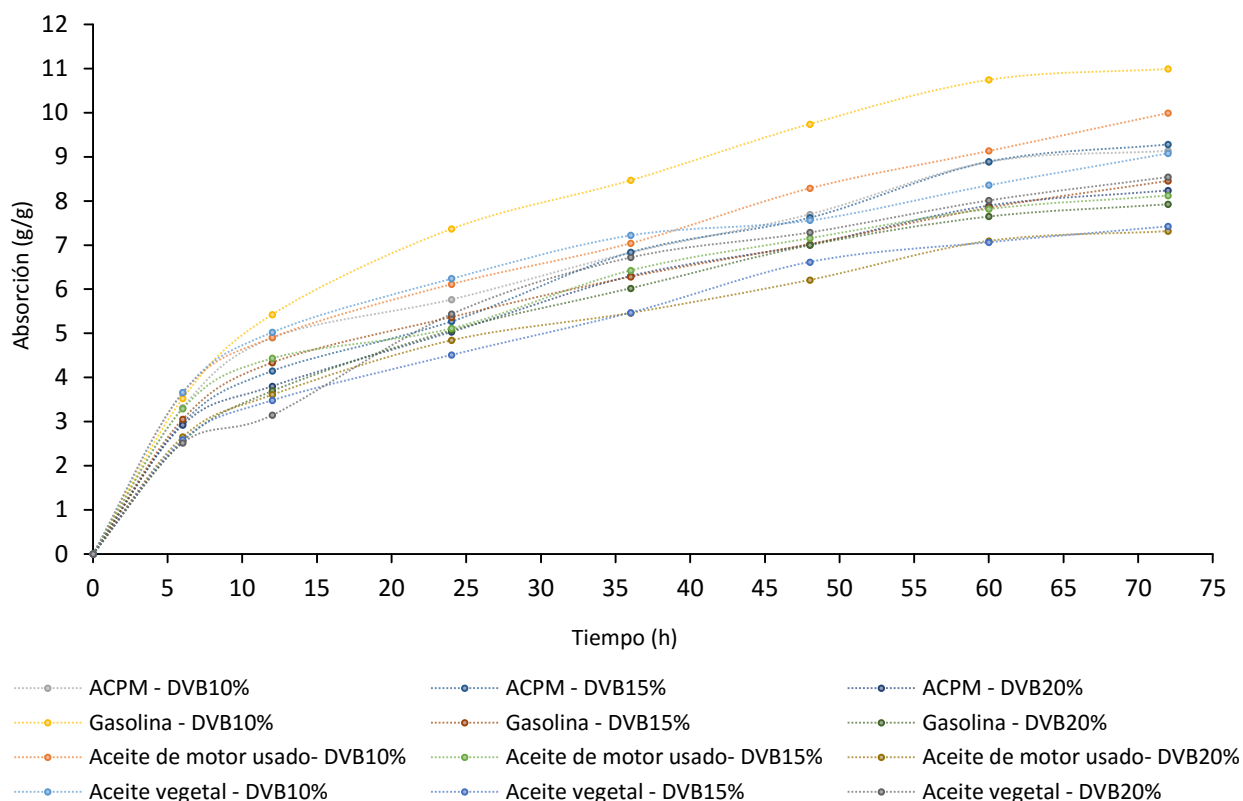
Las muestras DVB15% y DVB20% presentaron un evento exotérmico aproximadamente entre 120°C y 200°C, ausente en la muestra DVB10% (ver gráfica 4). La presencia del evento exotérmico en las muestras corresponde probablemente al proceso de polimerización térmica del estireno remanente entrecruzado con DVB, según lo reportado por Ramis, J [23].

## 2.5 EVALUACIÓN DEL MATERIAL: PRUEBAS DE ABSORCIÓN

Las pruebas de absorción se realizaron por duplicado en tolueno, solución de tolueno/crudo pesado al 10%p/p, ACPM, gasolina, aceite de motor usado y aceite vegetal (ver protocolo de absorción en anexo E). Los resultados obtenidos, permitieron identificar la capacidad de absorción de cada polímero según el medio donde estén inmersos.



**Gráfica 5.** Absorción de tolueno y solución de tolueno/crudo pesado 10%p/p respecto al tiempo.

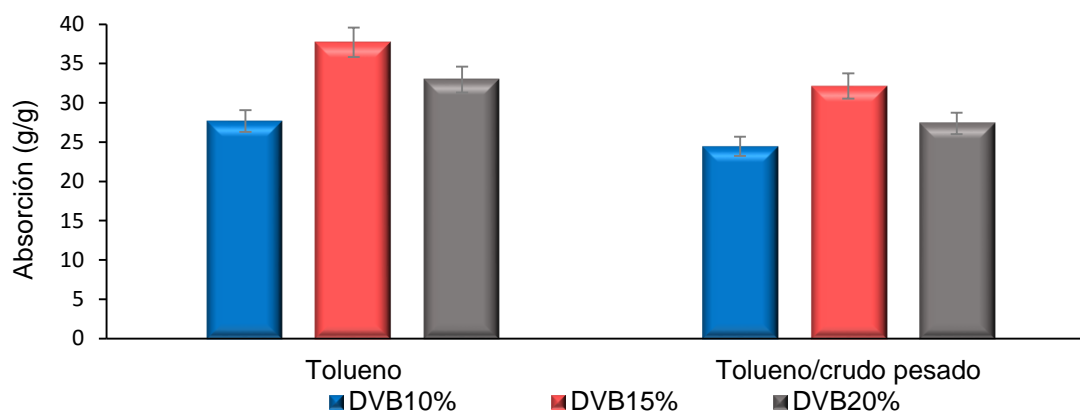


**Gráfica 6.** Absorción de ACPM, gasolina, aceite de motor usado y aceite vegetal, respecto al tiempo.

Los materiales cumplieron el tiempo máximo de absorción en las diferentes sustancias sin presentar fraccionamiento o descomposición. En las gráficas 5 y 6, se observó que hay una tendencia creciente de absorción hasta empezar a estabilizarse alrededor de las 72 horas. Sin embargo, las absorciones más altas se presentaron en las pruebas realizadas en tolueno (ver Anexo G).

La absorción de los diferentes compuestos no polares se analizó teniendo en cuenta que el hinchamiento de un gel polimérico depende del tipo y la concentración de los homopolímeros que conforman la red (alifáticos: poliglicerol éster y aceite vegetal, y aromáticos: divinilbenceno y estireno), de la estructura de la red (densidad de entrecruzamiento) y de la composición de la disolución circundante (naturaleza y tamaño de las moléculas) [24].

### 2.5.1 Absorción en tolueno y solución tolueno/crudo pesado al 10% p/p.



Gráfica 7. Absorción en tolueno y solución tolueno/crudo pesado al 10%p/p según el gel absorbente.

Se observó que el material DVB15% tuvo mejor desempeño respecto a las demás muestras (ver gráfica 7). Ésto se debe a la mayor cantidad de volúmenes libres para albergar las sustancias en cada una de las redes, lo cual se puede apreciar en las micrografías obtenidas por medio de SEM, (ver Microscopia Electrónica de Barrido).

Para los resultados obtenidos en tolueno, la composición de la sustancia influyó en la absorción, debido a que está formado por moléculas pequeñas ( $C_7H_8$ ) de naturaleza aromática; su tamaño se vio reflejado en la gran absorción de los tres materiales y su naturaleza en la afinidad que existe en las muestras de DVB15% y DVB20%.

En el caso de la solución tolueno/crudo pesado al 10%p/p, se observó que los materiales absorbieron en un orden similar a los obtenidos en tolueno puro, pero en menor cantidad (ver gráfica 7). Esto se debe probablemente a que la viscosidad del crudo pesado dificulta la difusión a través de los volúmenes libres del material por lo que obtienen menores resultados de absorción. Asimismo, después de terminar las pruebas, se observó que el color del material fue similar al de la sustancia, lo cual dio la sensación visual de que efectivamente los tres materiales fueron

impregnados por la solución tolueno/crudo pesado al 10%p/p. Los resultados también se asociaron con la densidad de entrecruzamiento, la naturaleza y cantidad de moléculas presentes tanto en el gel absorbente como en la solución (moléculas aromáticas).

El material DVB20% presentó el segundo mejor resultado, esto se debe a que al aumentar la cantidad de entrecruzante en la muestra, le proporciona una mayor cantidad de volúmenes libres, aunque de menor tamaño, si se comparará con los materiales DVB10% y DVB15% (ver Microscopia Electrónica de Barrido), ésta característica le otorga una mayor área de contacto al material DVB20%, que para el caso de la absorción de tolueno y solución tolueno/crudo pesado al 10%p/p, le favorece por el tamaño de las moléculas a absorber; sin embargo, debido a la disminución del tamaño de los volúmenes libres, no logró albergar suficiente sustancia como lo hizo el material DVB15%.

El menor desempeño lo presentó el material DVB10%, aun cuando se destacó entre los tres materiales por tener volúmenes libres de mayor tamaño, una característica propia de muestras con menor cantidad de entrecruzante. Sin embargo, no posee la afinidad por sustancias aromáticas que caracteriza a los materiales DVB15% y DVB20%, los cuales tienen mayor cantidad de aromáticos aportados por el DVB, que les proporciona una mayor afinidad por sustancias de esa naturaleza.

Estudios realizados anteriormente en el grupo de investigación por Torres et al [3], para un material sintetizado a iguales condiciones que el polímero DVB10%, reportan valores de absorción en tolueno de 22g/g más bajos que los obtenidos en esta investigación, los cuales son de 37,71g/g para un material con 15% de DVB. Para las pruebas realizadas en la solución tolueno/crudo pesado al 10%p/p, los resultados registrados tienen un comportamiento similar, siendo el material DVB15% el de mejor absorción comparado con el material sintetizado con 10% DVB en la investigación anterior.

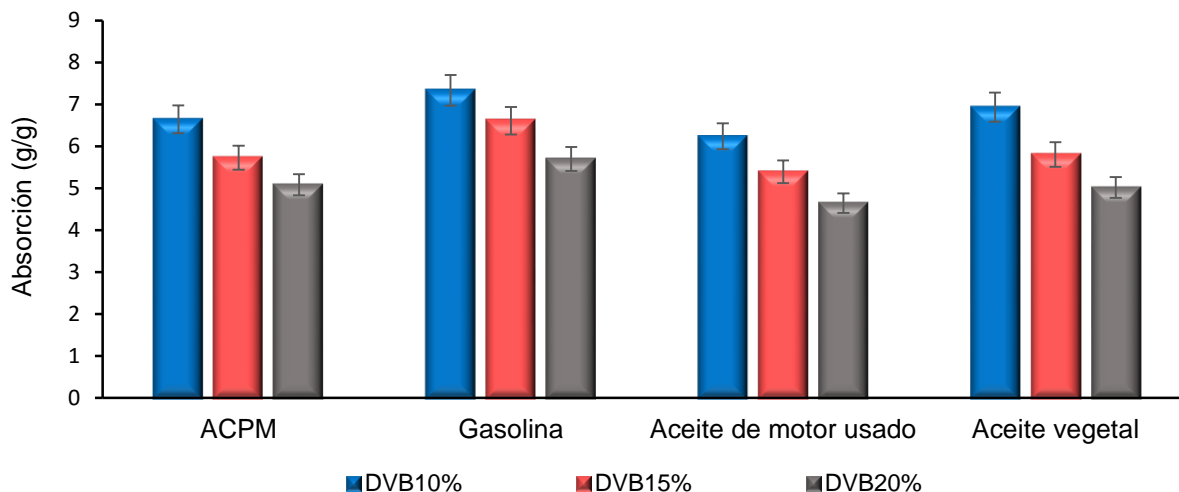
Estudios realizados por Wu *et al* [15], Arndt *et al* [16] y Atta *et al* [17], reportaron absorciones en tolueno y solución de tolueno/crudo pesado al 10%p/p, para materiales poliméricos que utilizan diferentes agentes entrecruzantes. Los resultados obtenidos por Wu *et al* [15], reportaron una máxima absorción en tolueno de 22 g/g, para polímeros entrecruzados con 3% de DVB; los cuales fueron sintetizados a partir de monómeros de 4 – tert – butilestireno y et – propileno – dieno (EPDM). Sin embargo, al comparar los resultados anteriores con los obtenidos en ésta investigación, se tiene un polímero con 15% de divinilbenceno como entrecruzante, capaz de absorber un máximo 37,7 g/g; logrando así valores de absorción más altos, con una diferencia aproximada de 15g/g respecto al otro material.

Los siguientes dos estudios, realizados por Arndt *et al* [16] y Atta *et al* [17], presentaron absorciones en solución de tolueno/crudo pesado al 10%p/p. El primero de ellos, sintetizó polímeros de acrilato utilizando etilenglicol diacrilato (EDGA) y dimetilacrilato (EGDMA) como agentes entrecruzantes. Se reportó una máxima absorción de 56,1 g/g con 0,5% de entrecruzante. Mientras que el segundo estudio, dio a conocer materiales hechos a partir de metacrilato de cinamoilo oxietil (CEMA) con acrilato de octadecilo (ODA), usando trimetilpropano triacrilato (TPT) como entrecruzante, obteniendo una máxima absorción de 33g/g para un polímero con 0,5% de entrecruzaste. Así mismo, el presente estudio reportó una máxima de absorción de 32,1g/g para el material sintetizado con 15% de DVB como entrecruzante. Comparando los resultados expuestos anteriormente, el polímero DVB15%, sintetizado en ésta investigación reporta valores de absorción menor; con una diferencia de 24g/g y 0,9g/g respectivamente.

Los estudios realizados por los autores mencionados, permitieron conocer materiales con diferente composición química, lo cual sugiere que los resultados en la absorción de cada material están ligados a la síntesis y composición de los polímeros. Finalmente, al comparar los resultados obtenidos en los diferentes

estudios con los resultados logrados en ésta investigación, se observó que aunque existen reportes con mayores absorciones, éstos materiales no fueron sintetizados a partir de monómeros renovables como el glicerol.

### 2.5.2 Absorción en ACPM, gasolina, aceite de motor usado y aceite vegetal.



Gráfica 8. Absorción ACPM, gasolina, aceite de motor usado y aceite vegetal según el gel absorbente.

Se pudo observar que el material DVB10% presentó el comportamiento más favorable para la absorción en ACPM, gasolina, aceite de motor usado y aceite vegetal (ver gráfica 8). La absorción del polímero DVB10% se debe principalmente a la cantidad de entrecruzante; en este caso la muestra corresponde al material sintetizado con menor cantidad de DVB. Al observar las micrografías obtenidas por medio de SEM, se pudo detallar que la cantidad de entrecruzante utilizada le otorga al material una estructura característica, donde el tamaño de los volúmenes libres disminuye a mayor entrecruzante empleado; éste material tiene mayor tamaño de volúmenes libres comparado con los otros dos geles absorbentes sintetizados, lo cual podría llegar a favorecer la absorción de moléculas de gran tamaño ya que pueden difundirse con mayor facilidad en la muestra.

Cabe destacar que las cuatro sustancias evaluadas, están compuestas en su mayoría por moléculas alifáticas con longitudes de cadena de gran tamaño, lo cual sugirió una afinidad del polímero DVB10% en naturaleza y cantidad por moléculas de ese tipo, al presentar el mejor desempeño frente a los dos materiales restantes; además los resultados obtenidos por los tres materiales siempre presentaron el mismo orden en la absorción sin importar la sustancia donde se encontrara inmerso (ver gráfica 8), siendo el gel absorbente DVB10% el de mejor rendimiento, seguido del gel absorbente DBV15% y finalmente el gel absorbente DVB20%, lo cual permitió comprobar que el tamaño de volúmenes libres influye en absorción de moléculas de gran tamaño.

En cuanto a la absorción de cada sustancia, es necesario conocer la composición de cada una de ellas ya que posiblemente influye en la absorción de los materiales sintetizados. En el caso del ACPM, se conoce que en Colombia está compuesto principalmente, por una mezcla de hidrocarburos con longitudes de cadena que van desde  $C_{13}$  a  $C_{19}$  [25]. Se compone aproximadamente de un 64% de hidrocarburos alifáticos, 1 – 2 % de hidrocarburos oleofínicos y un 35% de hidrocarburos aromáticos [26]; mientras que la gasolina está compuesta por una mezcla en su mayoría de hidrocarburos alifáticos (hidrocarburos parafínicos, isoparafínicos, oleofínicos y nafténicos) y algunos aromáticos [27]. En Colombia, el número de carbonos en la gasolina van desde  $C_5$  hasta  $C_{12}$ , con un contenido de aromáticos aproximado del 20% [28]. Teniendo en cuenta la composición de éstas sustancias y el comportamiento en la absorción que se muestra en la gráfica 8, los tres materiales absorbieron mejor gasolina que el ACPM, el resultado es coherente, ya que es de esperarse que la cantidad de ACPM que absorbe cada muestra sea menor comparada con la cantidad de gasolina que pueden absorber las mismas muestras, ésto se debe a que las moléculas de ACPM son de mayor tamaño, lo que impide una mejor absorción.

La composición de las sustancias tiene una fuerte influencia en la absorción. Por ejemplo, el ACPM es una sustancia que tiene mayor proporción de moléculas

alifáticas, que para el caso del material DVB10% favorece la absorción; porque éste polímero posee mayor tamaño de volúmenes libres, así como afinidad por moléculas alifáticas. Sin embargo, a pesar de complementarse mutuamente, sustancia y material; se registraron valores más altos de absorción en gasolina que en ACPM para el gel absorbente DVB10%, posiblemente porque el tamaño de las moléculas de ACPM superó el tamaño de los volúmenes libres que tiene el polímero DVB10%, impidiendo así la fácil absorción, mientras que la gasolina se difundió mejor debido a que presenta longitudes de cadena más cortas.

Sustancias como el aceite de motor usado, contiene pequeñas cantidades de gasolina o diésel, aditivos, cenizas, compuestos de nitrógeno y azufre, una amplia gama de hidrocarburos aromáticos y alifáticos con longitudes de cadena que van desde  $C_{15}$  a  $C_{50}$  y metales que surgen por el uso normal del motor [29]. Particularmente en ésta sustancia la composición es de gran importancia para la absorción, porque aparte de tener moléculas de gran tamaño, está compuesta por varias impurezas que no tienen afinidad con los tres materiales dificultando la absorción, por lo que es de esperarse que se difundiera con mejores resultados en el material con mayor tamaño de volúmenes libres y que presentara afinidad por moléculas de la misma naturaleza y que se encuentren en mayor cantidad, como es el caso del polímero DVB10%. La absorción de aceite motor usado frente a sustancias como gasolina y ACPM fue menor, lo cual ratificó la relación que existe entre el tamaño de los volúmenes libres y la composición de la sustancia, con la capacidad de absorción.

Por otro lado, el aceite vegetal está compuesto por moléculas alifáticas de gran tamaño (ver tabla 1). Sin embargo, son absorbidas con mejores resultados que el ACPM y aceite de motor usado, ésto se debe a que el tamaño de las moléculas en el aceite vegetal es menor y se difunden con mayor facilidad. La absorción de los materiales DVB15% y DVB20%, comparadas con el material DVB10%, fueron menores en las sustancias evaluadas (ver gráfica 8), ésto se debe en el caso del DVB15% a la afinidad que presenta hacia sustancias aromáticas, mientras que en

el material DVB20%, tener volúmenes libres de menor tamaño no le favorece, aun cuando posee mayor área de contacto.

Finalmente se tiene que, de las seis sustancias evaluadas, los tres polímeros presentaron mayor absorción en tolueno y tolueno/crudo pesado al 10%p/p, donde las sustancias están compuestas por moléculas de pequeñas y de carácter aromático y el mejor desempeño lo tuvo el material DVB15%. Entre tanto, el polímero DVB10%, tuvo los mejores resultados para el grupo de sustancias compuestas en su gran mayoría por moléculas de naturaleza alifática, donde las mejores absorciones se obtienen con gasolina, seguido de aceite vegetal, ACPM y aceite de motor usado. Por medio de estos resultados se comprobó la absorción de los tres materiales sintetizados, teniendo en cuenta la composición y el tamaño de los volúmenes libres del polímero.

### 3 CONCLUSIONES

Se sintetizaron materiales absorbentes de sustancias no polares a partir de poliglicerol. La capacidad de absorción de éstos materiales se relacionó con la concentración de entrecruzante, relación de homopolímeros alifáticos y aromáticos y, la naturaleza de la sustancia no polar a absorber. Las concentraciones de 15% y 20% de entrecruzante proporcionaron materiales con volúmenes libres de menor tamaño, pero mayor área de contacto que presentan buena absorción de tolueno y tolueno/crudo pesado. Por otro lado, la concentración de 10% de entrecruzante permitió la formación de estructuras con volúmenes libres de mayor tamaño, afines a sustancias con naturaleza alifática como el ACPM, gasolina, aceite de motor usado y aceite vegetal.

Se confirmaron las reacciones de entrecruzamiento propuestas mediante las técnicas de espectroscopia infrarroja y microscopia electrónica de barrido. En la espectroscopia infrarroja, se observó la banda C – H característica de los anillos aromáticos, lo cual indica el entrecruzamiento de las cadenas de divinilbenceno y poliestireno. En la microscopía electrónica de barrido se evidenció la existencia de volúmenes libres en el material. Según los termogramas arrojados por el TGA las muestras tienden a degradarse a temperaturas similares, por lo que se concluye que la densidad de entrecruzamiento no afecta la temperatura a la cual el material se degrada.

## 4 RECOMENDACIONES

Sintetizar materiales variando la cantidad de estireno con el fin de estudiar su comportamiento y comparar con las variaciones hechas con divinilbenceno.

Realizar el diseño e implementación de una columna empacada, con el fin de llevar la aplicación a la industria para realizar tratamiento de aguas contaminadas.

Hacer estudios de propiedades mecánicas con el fin de establecer si las variables de síntesis influyen en la resistencia de los materiales sintetizados.

Realizar la síntesis de geles absorbentes con ácidos carboxílicos poliinsaturados, para evaluar su efecto en las propiedades finales del material.

Realizar estudios enfocados a la disposición de los geles absorbentes al finalizar el hinchamiento, con el fin de establecer el tratamiento adecuado de las sustancias albergadas en el material y que conforman la red polimérica.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] QUISPE, César. Glycerol: Production, consumption, prices, characterization and new trends in combustion, vol. 27, 2013.
- [2] AIMARETTI, Nora., INTILÁNGELO, Luciana., CLEMENTZ, Adriana., ANSALDI, Juliana y YORI, Juan Carlos. Aprovechamiento de la glicerina obtenida durante el proceso de biodiesel, vol. 11, 2008.
- [3] TORRES, Carlos Mario y SILVA, Silvia Lorena. Síntesis y caracterización de un oilgel a partir de poliglicerol. Trabajo de grado Ingeniero Químico. Bucaramanga, Santander. Universidad Industrial de Santander. Facultad de ciencias fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. 2014.
- [4] LÓPEZ, Francisco. Fundamentos de Polímeros, Universidad de los Andes. Ed., Mérida. 2004.
- [5] MADEIROS, Miguel., LEITE, Carla y LAGO, Rochel. Use of glycerol by-product of biodiesel to produce an efficient dust suppressant. Elsevier, 2012.
- [6] SALEHPOUR, Somaieh., ZULIANI, Christopher y DUBÉ, Marc. Synthesis of novel stimuli-responsive polyglycerol-based hydrogels. Ottawa: WILEY-VCH, 2012.
- [7] BRAVO, César y SOLANO, Leidy. Síntesis y caracterización de hidrogeles de poliglicerol utilizando una mezcla de ácido cítrico y ácido oleico como agente entrecruzante. Trabajo de grado Ingeniero Químico. Bucaramanga, Santander. Universidad Industrial de Santander. Facultad de ciencias fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. 2014.
- [8] CRUZ, Jessica Ximena y CALDERÓN, Genny Lorena Síntesis y caracterización de espuma rígida de poliuretano a partir de glicerol crudo y estudio de la influencia de las variables de síntesis sobre sus propiedades. Trabajo de grado Ingeniero Químico. Bucaramanga, Santander. Universidad

Industrial de Santander. Facultad de ciencias fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. 2014.

- [9] SÁNCHEZ, Marleny Mercedes y ARÉVALO, Angie Carolina. Estudio del efecto de la proporción y longitud de cadena del ácido graso en las características anfífilas del poliglicerol éster. Trabajo de grado Ingeniero Químico. Bucaramanga, Santander. Universidad Industrial de Santander. Facultad de ciencias fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. 2015.
- [10] SHARMA, V., BANAIT, J., LAROCK, R y KUNDU, P. Synthesis and characterization of styrene-co-divinylbenzene-graft-linseed oil by free radical polymerization, vol. 2, 2008, pp. 265-276.
- [11] YONGSHANG, L y LAROCK, P. Novel polymeric materials from vegetable oils and vinyl monomers: preparation, properties, and applications, Wiley-VCH, 2009, pp. 136-147.
- [12] ATTA, Ayman., BROSTOW, Witold., HAGG, Haley., HASAN, Abdul-Raheim y PEREZ, Jose. Poros crosslinked copolymers of octadecyl acrylate with acrylic acid as sorbers for crude petroleum spills, vol. 62, Wiley, 2013.
- [13] TORO, Claudio. Síntesis de resinas intercambiadoras de cationes de Poli(Estireno-Co-Divinilbenceno), Salamanca, 2008.
- [14] GROOVER, Mikell. Fundamentos de Manufactura Moderna: Materiales, Procesos y Sistemas, 3 ed., McGraw-Hill, 2007.
- [15] WU, Bo., ZHOU, Meihua y LU, Dan. Studies on Swelling Behaviour, Compressive Properties, and Network Parameters of EPDM/4-tert-Butylstyrene Oil Gels, vol. 15, Shanghai, 2006.
- [16] ATTA, Ayman y ARNDT, Kf. Swelling and network parameters of high oil absorptive network based on 1-octane and isodecyl acrylate copolymers, Cairo, 2005.

- [17] ATTA, Ayman., EL-GHAZAWY, Rasha., FARAG, Reem., AZIM, Abdel y AZIM, Abdel. Crosslinked reactive macromonomers based on polyisobutylene and octadecyl acrylate copolymers as crude oil sorbers, Cairo, Egypt, 2006.
- [18] CASTELLANOS, Paola y GÓMEZ, Lilibeth. Síntesis y caracterización de un oil gel a partir de poliglicerol por el método de microemulsión. Trabajo de grado Ingeniero Químico. Bucaramanga, Santander. Universidad Industrial de Santander. Facultad de ciencias fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. 2014.
- [19] ASTM INTERNATIONAL. Standard Test Method for Sorbent Performance of Adsorbents. Designation: F726 - 12.
- [20] ARDILA, Carolina., ROJAS, Diana y RAMÍREZ, Gustavo. Effect of Temperature and Catalyst Concentration on Polyglycerol during Synthesis. Hindawi, 2015.
- [21] CALLISTER, William. Introducción a la Ciencia e Ingeniería de los Materiales, vol. 2, México: Limusa Wiley, 2009.
- [22] PINEDA, P., PRIETO, C., GÓMEZ, H., ROSALES, A y QUINTERO, C. Estudio de la transición vítrea en el poliestireno por DSC y MDSC, vol. 38, Revista Colombiana de Física, 2006.
- [23] RAMIS, Xavier. Estudio de la eficiencia de sistemas químicos de iniciación del curado de resinas de poliéster insaturado, Barcelona, Cataluña: Escuela Técnica Superior de Ingenierías Industriales de Barcelona, Universidad Politécnica de Cataluña, 1993.
- [24] PRAUSNITZ, John., LICHTENTHALER, Rüdiger y GOMES DE AZEVEDO, Edmundo. Termodinámica molecular de los equilibrios de fases, Madrid: PrenticeHall.Iberia, 2000.
- [25] TRILLOS, Jose Angel. Características y comportamiento del diésel. Ecopetrol. 2013.

- [26] Registry Health Service Agency for Toxic Substances and Disease. Toxicological profile for fuel oils. Clifton Road.
- [27] SOLIS, Luz María y LÓPEZ, Jerónimo Amado. Principios básicos de contaminación ambiental, P ed., Universidad Autónoma del Estado de México, 2003, p. 397.
- [28] ARANGO, Jorge Humberto. Calidad de los combustibles en Colombia, Bogotá, Cundinamarca: Revista de Ingeniería, 2009.
- [29] RAMADASS, Kavitha., MEGHARAJ, Mallavarapu., VENKATESWARLU, Kadiyala y NAIDU, Ravi. Ecological implications of motor oil pollution: Earthworm survival and soil health. Soil Biology and Biochemistry, pp. 72-81, 2015.

## BIBLIOGRAFÍA

AIMARETTI, Nora., INTILÁNGELO, Luciana., CLEMENTZ, Adriana., ANSALDI, Juliana y YORI, Juan Carlos. Aprovechamiento de la glicerina obtenida durante el proceso de biodiesel, vol. 11, 2008.

ARANGO, Jorge Humberto. Calidad de los combustibles en Colombia, Bogotá, Cundinamarca: Revista de Ingeniería, 2009.

ARDILA, Carolina., ROJAS, Diana y RAMÍREZ, Gustavo. Effect of Temperature and Catalyst Concentration on Polyglycerol during Synthesis. Hindawi, 2015.

ASTM INTERNATIONAL. Standard Test Method for Sorbent Performance of Adsorbents. Designation: F726 - 12.

ATTA, Ayman y ARNDT, Kf. Swelling and network parameters of high oil absorptive network based on 1-octane and isodecyl acrylate copolymers, Cairo, 2005.

ATTA, Ayman., BROSTOW, Witold., HAGG, Haley., HASAN, Abdul-Raheim y PEREZ, Jose. Poros crosslinked copolymers of octadecyl acrylate with acrylic acid as sorbers for crude petroleum spills, vol. 62, Wiley, 2013.

ATTA, Ayman., EL-GHAZAWY, Rasha., FARAG, Reem., AZIM, Abdel y AZIM, Abdel. Crosslinked reactive macromonomers based on polyisobutylene and octadecyl acrylate copolymers as crude oil sorbers, Cairo, Egypt, 2006.

BRAVO, César y SOLANO, Leidy. Síntesis y caracterización de hidrogeles de poliglicerol utilizando una mezcla de ácido cítrico y ácido oleico como agente entrecruzante. Trabajo de grado Ingeniero Químico. Bucaramanga, Santander.

Universidad Industrial de Santander. Facultad de ciencias fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. 2014.

CALLISTER, William. Introducción a la Ciencia e Ingeniería de los Materiales, vol. 2, México: Limusa Wiley, 2009.

CASTELLANOS, Paola y GÓMEZ, Lilibeth. Síntesis y caracterización de un oil gel a partir de poliglicerol por el método de microemulsión. Trabajo de grado Ingeniero Químico. Bucaramanga, Santander. Universidad Industrial de Santander. Facultad de ciencias fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. 2014.

CRUZ, Jessica Ximena y CALDERÓN, Genny Lorena Síntesis y caracterización de espuma rígida de poliuretano a partir de glicerol crudo y estudio de la influencia de las variables de síntesis sobre sus propiedades. Trabajo de grado Ingeniero Químico. Bucaramanga, Santander. Universidad Industrial de Santander. Facultad de ciencias fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. 2014.

GROOVER, Mikell. Fundamentos de Manufactura Moderna: Materiales, Procesos y Sistemas, 3 ed., McGraw-Hill, 2007.

LÓPEZ, Francisco. Fundamentos de Polímeros, Universidad de los Andes. Ed., Mérida. 2004.

MADEIROS, Miguel., LEITE, Carla y LAGO, Rochel. Use of glycerol by-product of biodiesel to produce an efficient dust suppressant. Elsevier, 2012.

PINEDA, P., PRIETO, C., GÓMEZ, H., ROSALES, A y QUINTERO, C. Estudio de la transición vítrea en el poliestireno por DSC y MDSC, vol. 38, Revista Colombiana de Física, 2006.

PRAUSNITZ, John., LICHTENTHALER, Rüdiger y GOMES DE AZEVEDO, Edmundo. Termodinámica molecular de los equilibrios de fases, Madrid: PrenticeHall.Iberia, 2000.

QUISPE, César. Glycerol: Production, consumption, prices, characterization and new trends in combustion, vol. 27, 2013.

RAMADASS, Kavitha., MEGHARAJ, Mallavarapu., VENKATESWARLU, Kadiyala y NAIDU, Ravi. Ecological implications of motor oil pollution: Earthworm survival and soil health. *Soil Biology and Biochemistry*, pp. 72-81, 2015.

RAMIS, Xavier. Estudio de la eficiencia de sistemas químicos de iniciación del curado de resinas de poliéster insaturado, Barcelona, Cataluña: Escuela Técnica Superior de Ingenierías Industriales de Barcelona, Universidad Politécnica de Cataluña, 1993.

Registry Health Service Agency for Toxic Substances and Disease. Toxicological profile for fuel oils. Clifton Road.

SALEHPOUR, Somaieh., ZULIANI, Christopher y DUBÉ, Marc. Synthesis of novel stimuli-responsive polyglycerol-based hydrogels. Ottawa: WILEY-VCH, 2012.

SÁNCHEZ, Marleny Mercedes y ARÉVALO, Angie Carolina. Estudio del efecto de la proporción y longitud de cadena del ácido graso en las características anfifílicas del poliglicerol éster. Trabajo de grado Ingeniero Químico. Bucaramanga, Santander. Universidad Industrial de Santander. Facultad de ciencias fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. 2015.

SHARMA, V., BANAIT, J., LAROCK, R y KUNDU, P. Synthesis and characterization of styrene-co-divinylbenzene-graft-linseed oil by free radical polymerization, vol. 2, 2008, pp. 265-276.

SOLIS, Luz María y LÓPEZ, Jerónimo Amado. Principios básicos de contaminación ambiental, P ed., Universidad Autónoma del Estado de México, 2003, p. 397.

TORO, Claudio. Síntesis de resinas intercambiadoras de cationes de Poli(Estireno-Co-Divinilbenceno), Salamanca, 2008.

TORRES, Carlos Mario y SILVA, Silvia Lorena. Síntesis y caracterización de un oilgel a partir de poliglicerol. Trabajo de grado Ingeniero Químico. Bucaramanga, Santander. Universidad Industrial de Santander. Facultad de ciencias fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. 2014.

TRILLOS, Jose Angel. Características y comportamiento del diésel. Ecopetrol. 2013.

WU, Bo., ZHOU, Meihua y LU, Dan. Studies on Swelling Behaviour, Compressive Properties, and Network Parameters of EPDM/4-tert-Butylstyrene Oil Gels, vol. 15, Shanghai, 2006.

YONGSHANG, L y LAROCK, P. Novel polymeric materials from vegetable oils and vinyl monomers: preparation, properties, and applications, Wiley-VCH, 2009, pp. 136-147.

## ANEXOS

### ANEXO A. Polimerización del glicerol y esterificación del políglicerol

#### 1. Polimerización del glicerol

- a. Se introducen 10 mL de glicerol seco en el reactor.
- b. Se acondiciona la entrada de nitrógeno para garantizar un ambiente inerte y una agitación. Se tiene control de temperatura en el reactor que debe ser de 160°C para que la reacción se lleve a cabo. Cuando se tenga listo el montaje se enciende el flujo de Nitrógeno y la bomba de vacío.
- c. Cuando la temperatura esté estabilizada en 160°C, se adiciona el catalizador y se deja la reacción por 12 minutos, finalmente se forma el políglicerol.

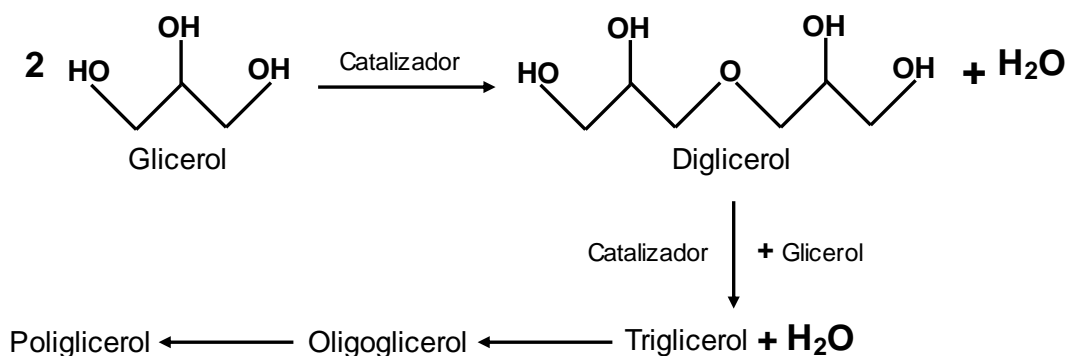


Figura A1. Reacción de polimerización del glicerol.

Fuente: Salehpour, S., Zuliani, C., Dubé, M. Synthesis of novel stimuli-responsive polyglycerol-based hydrogels, Ottawa: WILEY-VCH, 2012.

#### 2. Esterificación del políglicerol

- a. Se adiciona al reactor que contiene el políglicerol sintetizado 11.8 mL de ácido oleico.



## ANEXO B. Cálculo de la relación 1:1 Glicerol- Ácido oleico

Glicerol inicial: 10 ml

Masa base de poliglicerol: 4, 36 mg

Previamente en el grupo de investigación en polímeros (GIP) se había calculado experimentalmente el índice de hidroxilo del poliglicerol, de acuerdo a la norma ASTM D 4274 – 11. Se obtuvo un índice de hidroxilo de 470 mg KOH/g de muestra y 500 mg KOH/ g de muestra, promediando se trabaja con un índice de hidroxilo de 485 mg KOH/g de muestra.

Número de moles de hidroxilo presentes en el poliglicerol:

$$\text{No. moles} = \frac{\text{gramos de poliglicerol} * \text{índice de hidroxilo} \left[ \frac{\text{mg KOH}}{\text{g poliglicerol}} \right]}{1000 * 56.1 \left[ \frac{\text{g KOH}}{\text{mol}} \right]}$$

$$\text{No. moles} = \frac{4.36 \text{ g} * 485 \text{ mg KOH/g}}{1000 * 56.1 \text{ g KOH/mol}}$$

$$\text{No. moles} = 0.0377 \text{ mol}$$

Para tener una relación 1:1 entonces se requiere la misma cantidad de moles de ácido oleico:

$$\text{Moles de ácido oleico} = \frac{\text{g de ácido oleico} * \text{funcionalidad}}{\text{peso molecular}}$$

$$\text{Gramos de ácido oleico} = \frac{\text{moles de ácido oleico} * \text{peso molecular de ácido oleico}}{\text{funcionalidad}}$$

Dónde:

Peso molecular ácido oleico= 282,46 g/mol

Funcionalidad = 1, debido a que el ácido oleico solo tiene un grupo funcional carboxilo COOH.

$$\text{Gramos de ácido oleico} = \frac{0.0377 \text{ mol} * 282.4 \text{ g/mol}}{1}$$

$$\text{Gramos de ácido oleico} = 10.6487$$

Para tener la cantidad de ácido oleico en volumen:

$$\text{Volumen de ácido oleico} = \frac{\text{densidad del ácido oleico}}{\text{masa del ácido oleico}}$$

$$\text{Volumen de ácido oleico} = \frac{10.6487 \text{ g}}{0.895 \text{ g/mL}}$$

$$\text{Volumen de ácido oleico} = 11.8973 \text{ mL}$$

Entonces la cantidad requerida de ácido oleico es 11.8973 mL para tener una relación 1:1 con 10 ml de poliglicerol.

### **ANEXO C. Protocolo de lavado de PGE**

- a. El PGE obtenido se ingresa en un frasco de vidrio.
- b. Se adiciona agua destilada de tal forma que se sumerja todo el PGE.
- c. Cada 12 horas se realiza cambio de agua destilada con toma del pH.
- d. El lavado se detiene cuando el pH es el del agua destilada usada en el lavado.

## ANEXO D. Reacciones y protocolo de entrecruzamiento

### 1. Reacciones de entrecruzamiento

Las reacciones de entrecruzamiento se llevaron a cabo mediante la copolimerización al azar entre los monómeros de poliglicerol éster, aceite vegetal, divinilbenceno y estireno. La reacción comienza con la adición de peróxido de benzoilo (iniciador) cuya función es generar radicales libres para que el divinilbenceno reaccione de forma aleatoria con las insaturaciones aportadas por el ácido oleico, poliglicerol éster y aceite vegetal, formando la red polimérica entrecruzada. El estireno reacciona en presencia del peróxido de benzoilo formando poliestireno que también participa en la reticulación.

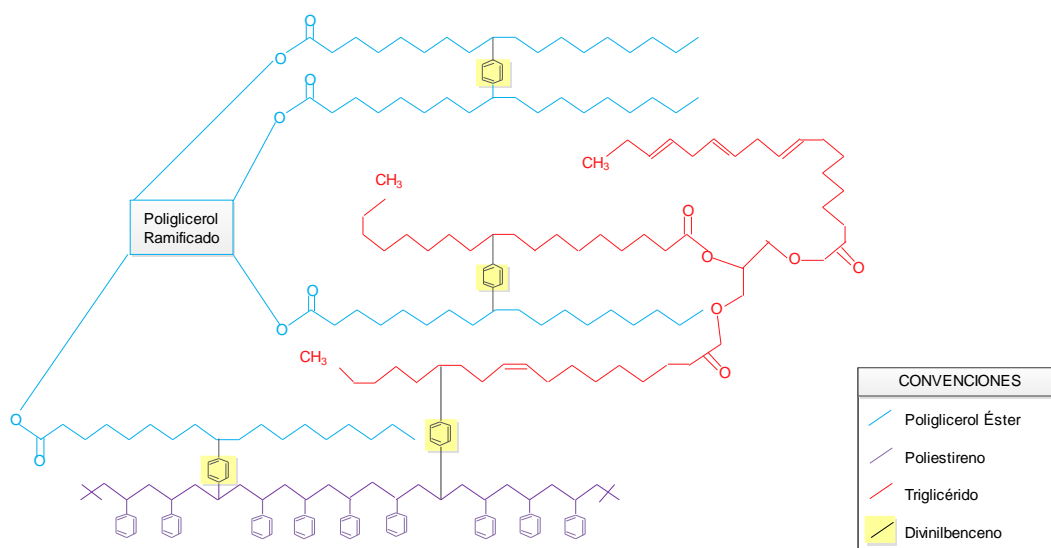


Figura D1. Esquema representativo de posibles reacciones de entrecruzamiento.

### 2. Protocolo de entrecruzamiento

- Adicionar al reactor: Poliglicerol éster, aceite vegetal divinilbenceno y estireno.
- Sumergir el reactor en baño de aceite, sobre plancha de calentamiento garantizando 80 °C.

- c. Iniciar la agitación manteniéndola por 10 minutos para garantizar homogeneidad en la mezcla.
- d. Agregar el peróxido de benzoilo.
- e. Dejar reaccionar por 1 hora y 30 minutos.
- f. Retirar el material obtenido, envasar, rotular y llevar al horno.

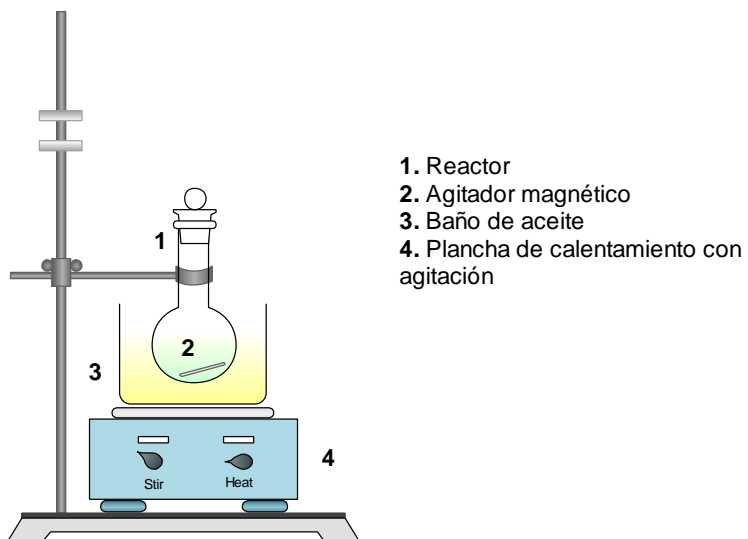


Figura D2. Montaje usado para el entrecruzamiento.

## ANEXO E. Protocolos de absorción

Se realizaron dos protocolos de absorción, el primero para las pruebas en ACPM, gasolina, aceite de motor usado y aceite vegetal, y el segundo para pruebas en tolueno, debido a la alta volatilidad de la sustancia.

Antes de realizar los protocolos de absorción, fue necesario realizar un lavado a los materiales, con el fin de eliminar el material que no reaccionó. Éste lavado consistió en llevar la muestra dentro de una bolsa de té a un vaso de precipitado con 15 mL de tolueno, con agitación magnética durante 10 minutos. El lavado se debe realizar dos veces, posteriormente se dejó secar a condiciones ambiente por 24 horas [3].

### 1. Protocolo de absorción de ACPM, gasolina, aceite de motor usado, vegetal.

- a. El montaje se muestra en la figura E1, donde se garantiza la inmersión completa del polímero en cada sustancia no polar.
- b. Se pesa la muestra, se introduce en el recipiente de vidrio que contiene 80% agua destilada – 20% sustancia no polar, posteriormente se tapa.
- c. Se realiza la medición del cambio de peso en la muestra.

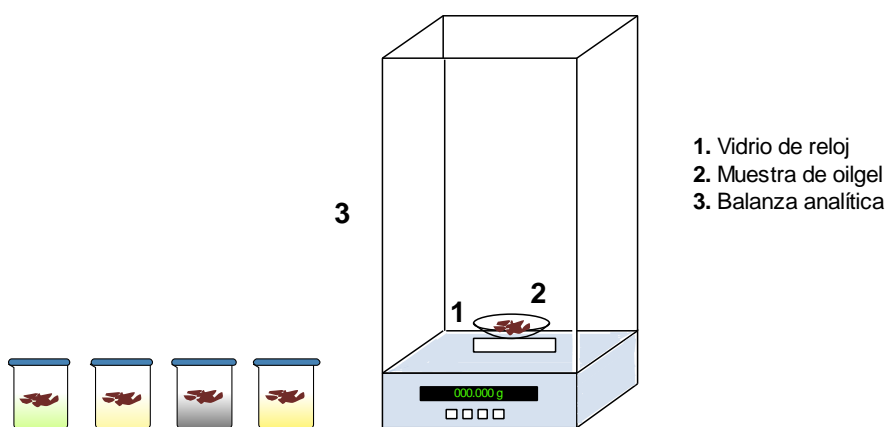


Figura E1. Montaje usado para pruebas de absorción en ACPM, gasolina, aceite de motor usado, aceite vegetal.

## 2. Protocolo de absorción en tolueno y tolueno/crudo pesado al 10%p/p

- a. El montaje se muestra en la figura E2, donde se garantiza el menor escape posible de tolueno.
- b. Inicialmente se pesa el montaje sin muestra.
- c. Se pesa la muestra y se introduce en bolsas pequeñas de té, previamente pesadas.
- d. Luego, se introduce la bolsa en el recipiente con tolueno y se tapa.
- e. Se realiza la medición del cambio de peso del montaje.
- f. Con éste método (adaptación de la norma F726 – 12) [19], se busca tener el peso perdido de tolueno, que teóricamente, debe corresponder a la cantidad, en peso, de tolueno ganado por el polímero.
- g. El protocolo anterior se realiza de igual forma para evaluar la absorción tolueno/crudo pesado al 10%p/p.

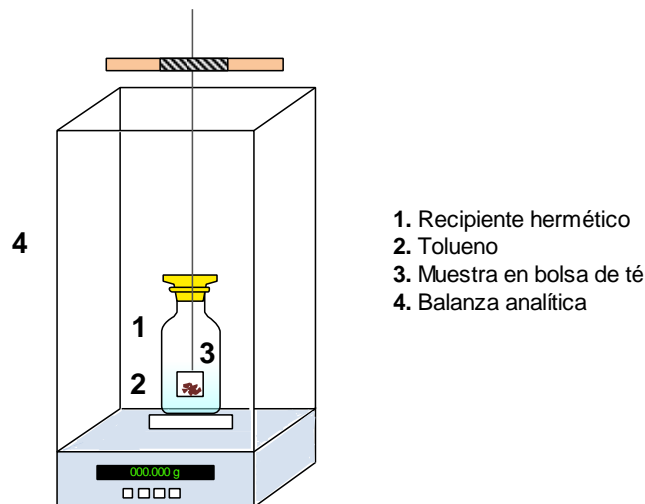


Figura E2. Montaje usado para pruebas de absorción de tolueno, tolueno/crudo pesado al 10%p/p.


**Tabla E1.** Características crudo pesado utilizado en las pruebas de absorción.

API	12,6
Densidad a 15°C	0.9833 g/cc
%Azufre	1.506
Viscosidad a 80 °C	177.97 cSt% BSW : 0.65
Sal	9.9 PTB
Acidez	6.72 mg KOH/g

## ANEXO F. Características de los polímeros sintetizados

Se observa que los tres materiales disminuyen en color a medida que aumenta la cantidad de DVB. Probablemente se debe a que al aumentar el porcentaje de entrecruzante, aumenta la cantidad de moléculas aromáticas presentes; por consiguiente, existe una diferencia en la cantidad de moléculas alifáticas y aromáticas en cada material. También se observa que el incremento de DVB, aumenta la dureza del polímero, produciendo texturas más secas y arenosas, se presume que lo anterior se debe a la diferencia del porcentaje utilizado de divinilbenceno respecto al estireno. Finalmente, luego del protocolo de lavado con tolueno, el color de los tres polímeros se hace más claro, lo cual sugiere reacciones de oxidación entre los compuestos del material, el tolueno y el aire del ambiente.

**Tabla F1.** Características de los polímeros sintetizados según la cantidad de entrecruzante utilizado en su elaboración.

Material	Características	Imagen
DVB10%	Material compacto, blando, con textura rugosa, color café oscuro.	

---

DVB15%

Material compacto,  
semiduro, con textura  
rugosa y seca, color  
amarillo oscuro.



---

DVB20%

Material compacto,  
semiduro, con textura  
arenosa y seca, color  
amarillo con blanco.



**ANEXO G.** Resultados promedio de las pruebas de absorción en diferentes sustancias no polares para cada polímero

Se tomaron datos de absorción para cada polímero en las diferentes sustancias no polares (tolueno, solución tolueno/crudo pesado al 10%p/p, ACPM, gasolina, aceite de motor usado y aceite vegetal), cada 12 horas, hasta 72 horas (máximo de absorción), por duplicado, registrando el peso absorbido.

Los resultados que se presentan en las siguientes tablas, fueron calculados mediante la ecuación G1 [19], y corresponden a la cantidad en peso de cada sustancia absorbida por los polímeros.

$$\text{Ecuación G1} \quad Q = \frac{W_f - W_i}{W_i} \frac{g}{g}$$

$$Q = \text{Absorción} ; W_i = \text{Peso inicial} ; W_f = \text{Peso final}$$

Utilizando los resultados de absorción obtenidos por cada polímero en las diferentes sustancias según el tiempo de inmersión, se calculó el promedio de absorción para cada polímero según el medio no polar donde fue inmerso.

**Tabla G1.** Promedio de absorción [g/g] para los polímeros sintetizados

Sustancia	DVB10%	DVB15%	DVB20%
Tolueno	27,6693 ± 1,4956	37,7167 ± 2,1023	32,9476 ± 1,9834
Solución tolueno/crudo pesado al 10%p/p	24,4792 ± 2,1034	32,1407 ± 1,6923	27,3869 ± 2,0632
ACPM	6,6963 ± 0,1868	5,7290 ± 0,3339	5,0845 ± 0,4391
Gasolina	7,3373 ± 0,2316	6,6119 ± 0,2546	5,6997 ± 0,2748

Aceite de motor usado	$6,2412 \pm 0,4012$	$5,3945 \pm 0,3681$	$4,6467 \pm 0,4361$
Aceite vegetal	$6,9354 \pm 0,2973$	$5,8066 \pm 0,2875$	$5,0203 \pm 0,7067$

---