

**CAPTURA DE CO<sub>2</sub> CON LÍQUIDO IÓNICO Y ALCANOLAMINAS**

**Captura de Dióxido de Carbono Empleando Mezclas de Líquido Iónico con  
Alcanolaminas Soportadas sobre Fibras de Celulosa Extraídas de Hojas de Piña**

**María Fernanda Agudelo Hernández**

**Trabajo de grado presentado como requisito para obtener el título de Química**

**Directora**

**Luz Ángela Carreño Díaz**

**Química, Esp. Qca Analítica, M.Sc. en Química, Ph.D. en Química.**

**Codirectora**

**Marisol Fernández Rojas**

**Química, M.Sc. Ing. Tec. de Materiales.**

**Universidad Industrial de Santander**

**Facultad de Ciencias**

**Escuela de Química**

**Bucaramanga**

**2017**

### **Dedicatoria**

*A Dios, quien es el autor de todo en mi vida.*

*A mis padres, Miguel y Solange, quienes con tanto amor me han guiado en cada paso.*

*A mis hermanos, Laura y Juan Sebastián, a quienes admiro y han sido mi mejor ejemplo.*

### **Agradecimientos**

Quiero agradecer especialmente a la profesora Luz Ángela Carreño por su dirección, orientación y constante apoyo en el desarrollo de este trabajo.

A mi codirectora Marisol Fernández por su disposición para enseñarme, guiarme y acompañarme en este proceso.

A mis compañeras del Laboratorio de Investigación en Química Sostenible (LIQS), por aportar buenos momentos tanto académicos como a mi vida personal.

Agradezco al Laboratorio de Instrumental y a Lucía Novoa por su ayuda y comprensión en la toma de espectros infrarrojo, al laboratorio de Difracción de Rayos X por los patrones de difracción de las fibras. Al laboratorio de Electroquímica por su apoyo con el estudio de ángulo de contacto y al laboratorio de Microscopía por las imágenes FESEM.

A la Escuela de Química de la Pontificia Universidad Católica de Rio Grande del Sur, en Porto Alegre, Brasil, por la disponibilidad y colaboración con los ensayos de captura de dióxido de carbono.

A todos, los que, sin mencionar, forman parte importante de este trabajo. Gracias.

**Tabla de Contenido**

Introducción .....	16
1. Objetivos .....	18
1.1. Objetivo General .....	18
1.2. Objetivos Específicos.....	18
2. Planteamiento del Problema .....	19
3. Justificación .....	21
4. Marco Teórico.....	23
4.1. Líquidos Iónicos.....	23
4.1.1. Propiedades de los líquidos iónicos. ....	23
4.1.2. Características del líquido iónico tetrafluoroborato de 1-butil-3-metilimidazolio [BMIM][BF <sub>4</sub> ]. .....	24
4.2. Alcanolaminas.....	25
4.2.1. Propiedades de las alcanolaminas. ....	25
4.2.2. Monoetanolamina (MEA).....	26
4.2.3. Trietanolamina (TEA).....	26
4.3. Biocompositos.....	27
4.3.1. Fibras Naturales.. ....	27
4.3.2. Fibras de hojas de piña.....	28
4.3.3. Celulosa.....	29
4.3.4. Lignina. ....	29
4.3.5. Hemicelulosa.....	30
4.4. Métodos de soporte de líquidos iónicos .....	30
4.4.1. Soporte químico de líquidos iónicos.....	30
4.4.2. Soporte físico de líquidos iónicos.....	31
5. Estado del Arte.....	31
6. Metodología .....	34
6.1. Recolección, extracción y limpieza de las hojas y fibras de piña.....	34
6.2. Tratamiento químico de fibras extraídas.....	35

6.2.1. Tratamiento alcalino. ....	35
6.2.2. Tratamiento de silanización. ....	36
6.3. Composición química de las fibras de celulosa de piña .....	37
6.3.1. Determinación del contenido de humedad.....	37
6.3.2. Determinación del contenido de cenizas.....	37
6.3.3. Determinación de lignina.....	38
6.3.4. Determinación de hemicelulosa.....	39
6.4. Inmovilización del líquido iónico y mezclas en fibras de piña por métodos físicos .....	39
6.4.1. Preparación de mezclas LI-Alcanolaminas.....	39
6.4.2. Metodología de inmovilización del líquido iónico y las mezclas.....	40
6.5. Inmovilización del líquido iónico en fibras de piña por métodos químicos. ....	40
6.5.1. Modificación superficial de fibras de piña con anhídrido maleico.....	41
6.5.2. Cuantificación de grupos ácidos en las fibras modificadas con anhídrido maleico. ....	42
6.5.3. Cuantificación del líquido iónico a soportar.....	42
6.5.4. Inmovilización del líquido iónico en fibras con anhídrido maleico. ....	43
6.6. Caracterización de los biocompositos preparados .....	43
6.7. Ensayos de captura de dióxido de carbono (CO <sub>2</sub> ) .....	44
6.7.1. Metodología de captura de CO <sub>2</sub> por el método de decaimiento de presión.....	44
6.7.2. Estudio del potencial de re-uso de biocompositos.....	45
6.7.3. Estudio de la selectividad de los biocompositos.....	45
7. Análisis de Resultados .....	46
7.1. Caracterización química de las fibras de piña tratadas y sin tratar .....	46
7.1.1. Caracterización por Espectroscopia Infrarroja.....	46
7.1.2. Determinación de humedad, cenizas, contenido de lignina, hemicelulosa y celulosa en las fibras de piña. ....	49
7.2. Caracterización química, morfológica y térmica de biocompositos preparados por métodos de soporte físicos.....	50
7.2.1. Caracterización química de compositos por espectroscopia infrarroja.....	51
7.2.2. Caracterización morfológica de compositos por microscopía electrónica de barrido de emisión de campo (FESEM).....	55
7.2.3. Caracterización de compositos por difracción de rayos X (DRX): Estudio de la cristalinidad.....	58
7.2.4. Caracterización térmica de compositos por análisis termogravimétrico TGA. ....	61

7.2.5. Caracterización superficial de compositos por análisis de ángulo de contacto..	64
7.3. Caracterización química, morfológica y térmica de biocompositos preparados por métodos de soporte químicos.....	66
7.3.1. Determinación de grupos ácidos en las fibras tratadas con anhídrido maleico..	66
7.3.2. Caracterización química de compositos por espectroscopia infrarroja.....	67
7.3.3. Caracterización de compositos por difracción de rayos X (DRX): Estudio de la cristalinidad.....	71
7.3.4. Caracterización térmica de compositos por análisis termogravimétrico TGA..	72
7.3.5. Caracterización morfológica de compositos por microscopía electrónica de barrido de emisión de campo (FESEM).....	74
7.4. Estabilidad química de los compositos frente al agua. ....	75
7.5. Captura de dióxido de carbono para todos los compositos preparados. ....	77
7.5.1. Resultados de captura de dióxido de carbono por el método de decaimiento de presión .....	77
7.5.2. Resultados del ensayo re-uso de biocompositos.....	85
7.5.3. Resultados de la selectividad de biocompositos. ....	87
8. Conclusiones .....	88
9. Recomendaciones .....	90
10. Divulgación de Resultados .....	90
Referencias Bibliográficas .....	92
Apéndices.....	102

**Lista de Figuras**

Figura 1. Estructura del líquido iónico [BMIM][BF <sub>4</sub> ]	24
Figura 2. Estructura de la monoetanolamina MEA.	26
Figura 3. Estructura de la trietanolamina TEA.	27
Figura 4. Estructura molecular de la celulosa	29
Figura 5. a) Remoción del material vegetal en la superficie de la hoja, b) Extracción final de fibras de celulosa.	35
Figura 6. Modificación superficial de fibras de celulosa con hidróxido de sodio.	36
Figura 7. Modificación superficial de fibras de celulosa con 3-cloropropil-trimetoxisilano	36
Figura 8. Interacción de fibras de celulosa modificadas con anhídrido maleico y el líquido iónico cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio.	42
Figura 9. Sistema de doble compartimiento para sorción de dióxido de carbono. 1) Celda de carga del gas (CO <sub>2</sub> ); 2) Celda de muestra.	45
Figura 10. Espectro infrarrojo de las fibras de piña sin tratamiento comparado con las fibras de piña con tratamiento alcalino.	47
Figura 11. Espectro infrarrojo de fibras con tratamiento alcalino y con tratamiento de silano. a) Fibra NaOH 5% y Fibra Silano. b), c) y d) Imagen ampliada de espectros de Fibra NaOH 5% y Fibra Silano.	48
Figura 12. a) Espectros infrarrojo de compositos preparados con el líquido iónico [BMIM][BF <sub>4</sub> ]. b) Espectro ampliado de compositos con líquido iónico.	51
Figura 13. Espectros infrarrojos de compositos preparados con tratamiento alcalino. a) Espectros infrarrojo de compositos con MEA. b) Espectro ampliado de compositos con MEA. c) Espectros infrarrojo de compositos TEA. d) Espectro ampliado de compositos con TEA.	54

- Figura 14. Imágenes FESEM de fibras de piña. a) Fibra sin tratamiento. b) Fibra tratada con NaOH. c) Fibra tratada con Silano. ....56
- Figura 15. Imágenes FESEM de biocompositos tratados con NaOH. a) FN-LI, b) FN(MEA35), c) FN(TEA35). ....57
- Figura 16. Imágenes FESEM de biocompositos tratados con Silano. a) FS-LI, b) FS(MEA35), c) FS(TEA35). ....57
- Figura 17. Patrón de difracción de biocompositos a) Compositos con tratamiento alcalino. b) Compositos con tratamiento de silano. ....59
- Figura 18. Termogramas de compositos. a) Compositos con tratamiento alcalino. b) Compositos con tratamiento de silano. ....63
- Figura 19. Imágenes de la medida de ángulo de contacto. a) Fibra sin tratamiento. b) Fibra con tratamiento alcalino. c) Fibra con tratamiento de silano. d) FN(MEA40)...64
- Figura 20. Espectros de fibras con tratamiento alcalino y anhídrido maleico. ....68
- Figura 21. a) Espectros de fibras tratadas con anhídrido maleico y con [BMIM][Cl] soportado. b) y c) Ampliación de espectros de fibras con AM y LI. ....69
- Figura 22. Patrón de difracción de fibras con AM y compositos preparados con AM. ....72
- Figura 23. Termogramas de fibras tratadas con anhídrido maleico y compositos a partir de fibras con anhídrido maleico y [BMIM][Cl]. ....73
- Figura 24. Imágenes FESEM de fibras modificadas superficialmente con anhídrido maleico.74
- Figura 25. Imágenes FESEM para fibras con AM y líquido iónico [BMIM][Cl]. ....75
- Figura 26. Captura de dióxido de carbono en compositos preparados con tratamiento alcalino  
.....79
- Figura 27. Captura de dióxido de carbono en compositos preparados con tratamiento de silano. ....81
- Figura 28. Reacción de CO<sub>2</sub> con MEA para la producción de carbamato. ....82
- Figura 29. Reacción de CO<sub>2</sub> con TEA para la producción de carbonato. ....82

Figura 30. a) Espectro infrarrojo de la muestra FN(TEA40) después del ensayo de captura de CO <sub>2</sub> . b) Ampliación del espectro.....	83
Figura 31. Resultados de re-uso del composito FN(TEA40).....	86

**Lista de Tablas**

Tabla 1. Propiedades físicas y químicas [BMIM][BF <sub>4</sub> ]	25
Tabla 2. Relaciones de las mezclas LI-Alcanolaminas empleadas	40
Tabla 3. Composición química de fibras de piña sin tratamiento, con tratamiento alcalino y con tratamiento de silano.	50
Tabla 4. Porcentaje de cristalinidad e índice de cristalinidad para todos los materiales preparados	60
Tabla 5. Cuantificación de grupos ácido para fibras sin tratamiento, fibras con tratamiento alcalino y fibras con tratamiento de anhídrido maleico.	66
Tabla 6. Cristalinidad e índice de cristalinidad para compositos con tratamiento de anhídrido maleico.	71
Tabla 7. Pérdida de peso de compositos frente al agua.	76
Tabla 8. Captura de CO <sub>2</sub> para compositos preparados por métodos de soporte químicos.	84
Tabla 9. Selectividad de compositos para la mezcla CO <sub>2</sub> /CH <sub>4</sub> .	88

### Glosario

**AC:** Ángulo de contacto

**AM:** Anhídrido Maleico

**ATR:** Attenuated Total Reflection

**[BMIM][BF<sub>4</sub>]:** Tetrafluoroborato de 1-butil-3-metilimidazolio

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

**CO<sub>2</sub>:** Dióxido de carbono

**DRX:** Difracción de rayos X

**FESEM:** Field emission scanning electron microscopy

**FTIR:** Fourier Transform Infrared Spectroscopy

**I.C.:** Índice de cristalinidad

**LI:** Líquido iónico

**MEA:** Monoetanolamina

**NIST:** National Institute of Standards and Technology

**PALF:** Pineapple leave fiber

**RTIL:** Room temperature ionic liquid

**SILs:** Supported ionic liquids

**TEA:** Trietanolamina

**TGA:** Thermogravimetric analysis

**TSIL:** Task specific ionic liquid

**%Cr.:** Porcentaje de cristalinidad

**RESUMEN**

**TITULO: CAPTURA DE DIÓXIDO DE CARBONO EMPLEANDO MEZCLAS DE LÍQUIDO IÓNICO CON ALCANOLAMINAS SOPORTADAS SOBRE FIBRAS DE CELULOSA EXTRAIDAS DE HOJAS DE PIÑA.\***

**AUTOR: MARIA FERNANDA AGUDELO HERNÁNDEZ\*\***

**Palabras claves:** Dióxido de carbono, líquidos iónicos, celulosa, alcanolaminas.

La contaminación ambiental y el calentamiento global son unas de las consecuencias más grandes del consumo acelerado de combustibles fósiles. Estos combustibles generan emisión de gases de tipo invernadero como CO<sub>2</sub> que provocan un aumento de la temperatura del planeta, trayendo consigo el derretimiento de los polos, enfermedades respiratorias, daño a la biodiversidad, entre otros. En la búsqueda de tecnologías que permitan mitigar este problema, los líquidos iónicos son considerados como una alternativa de gran interés para la captura de dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) en procesos de post combustión.

Pese al alto nivel de efectividad de los líquidos iónicos comparado con otros solventes, su alto costo y su manejo en estado líquido han requerido buscar alternativas a su uso en estado puro. Así, en este trabajo, se reporta la formación de un material biocompuesto que utiliza fibras naturales de celulosa extraídas de hojas de piña, como matriz sobre la cual se inmovilizan mezclas del líquido iónico tetrafluoroborato de 1-butil-3-metilimidazolio [BMIM][BF<sub>4</sub>] con monoetanolamina MEA y trietanolamina TEA. Se analizó la estructura y composición de los materiales por medio de espectroscopia infrarroja (FTIR) y difracción de rayos X (DRX), así como su comportamiento térmico e hidrofílico por ensayos de TGA y ángulo de contacto. Además, se empleó el método de decaimiento de presión para determinar la capacidad de captura de CO<sub>2</sub>. Se encontró que las fibras con tratamiento alcalino y mezcla en relación 35% LI, 35% TEA y 30% agua absorbieron un máximo de 141 mg de CO<sub>2</sub> por gramo de material.

---

**\*Trabajo de grado.**

**\*\* Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ciencias. Escuela de Química. Directora, LUZ ÁNGELA CARREÑO DÍAZ. Codirectora, MARISOL FERNÁNDEZ ROJAS.**

**ABSTRACT**

**TITLE: IONIC LIQUIDS MIXED WITH ALKANOLAMINES SUPPORTED ON FIBERS FROM PINEAPPLE LEAVES FOR CO<sub>2</sub> CAPTURE.\***

**AUTHOR: MARIA FERNANDA AGUDELO HERNÁNDEZ\*\***

**Keywords:** Carbon dioxide, ionic liquids, cellulose, alkanolamines.

Environmental pollution and global warming are just some of the consequences of fossil fuels combustion processes. The high concentrations of greenhouse gases into the atmosphere are promoting climate changes, polar ice melting, respiratory diseases and biodiversity damage, among others. Researchers around the world are looking for technologies that help to mitigate this problem and ionic liquids are considered a potential alternative for post combustion carbon dioxide (CO<sub>2</sub>) capture.

Ionic liquids technology still have some drawbacks that have to be overcome to reach industrial scale, they are expensive and too viscous for extraction applications. For industrialization a solid, easily handle, regenerable and reusable material is required; focused on those goals in this research it is reported the preparation of a composite based on 1-butyl-3-methylimidazolium tetrafluoroborate [BMIM][BF<sub>4</sub>] with monoethanolamine MEA and triethanolamine TEA immobilized on natural fibers of cellulose from pineapple leaves.

The structure and composition of the material was evaluated by FTIR and XRD, thermal properties have been evaluated with TGA and contact angle for determining the hydrophilic character of the material. The pressure-decay technique was used to determine the CO<sub>2</sub> sorption capacity at temperatures of 25 °C and pressure of 25 bar. Finally, the fiber with alkaline treatment and mix with 35% IL, 35% TEA and 30% water absorbed the highest concentration of 141 mg of CO<sub>2</sub> per gram.

---

**\*Research Project.**

**\*\* Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ciencias. Escuela de Química. Directora, LUZ ÁNGELA CARREÑO DÍAZ. Codirectora, MARISOL FERNÁNDEZ ROJAS.**

## Introducción

Una de las grandes preocupaciones a nivel mundial es la contaminación originada por la combustión de materiales fósiles y la alta producción de gases de efecto invernadero. Estos gases tienen gran impacto en el medio ambiente pues son responsables del calentamiento global y altamente nocivos para la salud humana. Los gases de efecto invernadero más conocidos son el dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>), el metano (CH<sub>4</sub>), el óxido nitroso (N<sub>2</sub>O) y los clorofluorocarbonos (CFC), de ellos, el dióxido de carbono es uno de los que más preocupa por el aumento exponencial en su concentración en los últimos años (Church y White 2006; Herman 1994). Durante la última década el aumento de CO<sub>2</sub> en la atmósfera fue en promedio 2,7% y se han reportado que los cinco países con mayor emisión de CO<sub>2</sub> son China (29%), Estados Unidos (16%), Unión Europea (11%), India (6%) y la Federación Rusa (5%) (Espinal, Poster, Wong-ng, Allen, & Green, 2013). La mayor parte del CO<sub>2</sub> presente en la atmósfera se origina de la combustión de materiales fósiles, por lo cual, el control de las emisiones debe hacerse en los equipos de combustión, pues se ha mostrado que el control en estos procesos generan un menor gasto energético que otros como la absorción directa de la atmósfera o de los océanos (Halmann y Steingberg 1999).

La búsqueda de tecnologías alternativas viables, rápidas y económicas al método comúnmente usado de las torres de aminas, para frenar los efectos nocivos del dióxido de carbono han sido y siguen siendo tema de investigación y están directamente relacionadas con el uso de procesos sostenibles y materias primas amigables con el planeta. Los líquidos iónicos son una de estas alternativas, su baja volatilidad, estabilidad térmica y su capacidad

de solubilizarse en casi cualquier solvente los hacen atractivos para su uso. Se ha reportado que el anillo imidazol es selectivo para separar y capturar CO<sub>2</sub> y que la mayoría líquidos iónicos tienen la capacidad de solubilizar el dióxido de carbono en alguna medida (Camper, Bara, Gin, & Noble, 2008; Karadas, Atilhan, & Aparicio, 2010).

Por otro lado, el uso de biomasa lignocelulósica como residuos industriales, desechos forestales, desechos de papel, entre otros, son una fuente potencial para procesos químicos verdes, generación de biocompositos y hasta creación de biocombustibles (Lan, Liu, & Sun, 2011). Por ello este trabajo busca implementar un proceso químico amigable con el planeta para la captura de dióxido de carbono CO<sub>2</sub> preparando un composito con una matriz sólida y biodegradable (fibras de hoja de piña) en la cual se inmoviliza el líquido iónico tetrafluoroborato de 1-butil-3-metilimidazolio junto con soluciones de alcanolaminas, este tipo de materiales son fáciles de manejar, utilizan poca cantidad de líquido iónico, se pueden extraer fácilmente del sistema para regeneración y re-uso, lo cual reduce costos económicos y energéticos (Yang, Yu, Yan, & Tu, 2014). Este trabajo hace parte del desarrollo de la tesis de doctorado de Marisol Fernández Rojas, basada en el desarrollo de nuevos materiales para la captura de dióxido de carbono. Los estudios de captura de CO<sub>2</sub> fueron llevados a cabo en la Pontificia Universidad Católica de Rio Grande del Sur, en Porto Alegre, Brasil y los gases empleados fueron patrocinados por PETROBRAS.

## 1. Objetivos

### 1.1. Objetivo General

Emplear un método químico sostenible para la captura de dióxido de carbono por medio de mezclas conformadas por el líquido iónico tetrafluoroborato de 1-butil-3-metilimidazolio [BMIM][BF<sub>4</sub>] con monoetanolamina MEA y trietanolamina TEA soportadas en fibras de celulosa extraídas de hojas de piña.

### 1.2. Objetivos Específicos

- Extraer las fibras de celulosa de las hojas de piña con ayuda de un método de extracción manual.
- Limpiar las fibras de celulosa de impurezas y rastros de lignina y hemicelulosa con tratamiento alcalino.
- Modificar la superficie de las fibras por medio de tratamientos químicos que mejoren el soporte del líquido iónico.
- Soportar las mezclas líquido iónico-alcanolamina en una matriz de celulosa dada por las fibras naturales.

- Caracterizar el material biocompuesto obtenido de la inmovilización de las mezclas preparadas sobre las fibras de celulosa.
- Determinar la capacidad de captura de CO<sub>2</sub> del material por procesos sometidos a temperatura constante y presión variable.

## 2. Planteamiento del Problema

Actualmente, la contaminación ambiental que es compleja y alarmante está causando daños que involucran las especies animales y vegetales, así como la población humana. El calentamiento global es una de las mayores preocupaciones desde hace más de 50 años; la temperatura promedio de la superficie del planeta aumenta cada año tanto así que el 2016 ha sido registrado como el año más caliente en la historia de la tierra con un aumento promedio en la temperatura de 0,99 °C (NASA's Jet Propulsion Laboratory, 2017; University of East Anglia). Científicos han definido este fenómeno como el cambio que se atribuye de forma directa o indirecta a la actividad humana y que consecuentemente altera la composición de la atmósfera, sumándose a los desastres naturales de los últimos tiempos (Owen & Hanley, 2004).

Los gases de efecto invernadero como el CO<sub>2</sub> absorben la mayor parte de la radiación infrarroja del planeta y luego la emiten tanto dentro como fuera de la tierra provocando un calentamiento de la misma (Amestoy Alonso, 2010; La Roche, 2012). Por lo tanto, un descontrol en la concentración de CO<sub>2</sub> trae consigo gran cantidad de problemas ambientales.

Según lo reportado por la NASA, en febrero de 2017 se registraron 405,61 ppm de CO<sub>2</sub>, cifra que ha mostrado un aumento exponencial desde 1950; (NASA's Jet Propulsion Laboratory, 2017) esto sugiere que en los últimos 30 años la concentración de dióxido de carbono ha aumentado aproximadamente 1 ppm por año (Manahan, Stanley, Science, & Technology, 2000). El calentamiento global está directamente relacionado con el manejo de los recursos del planeta, los procesos acompañados del aumento en la población mundial, requieren un mayor gasto energético provocando el incremento de dióxido de carbono emitido a la atmósfera por vía antropogénica (Jeffs, 2010). El aumento de consumo de combustibles fósiles es la mayor causa de contaminación con CO<sub>2</sub>, así como la destrucción de vías naturales de absorción de CO<sub>2</sub> como los bosques, aumentan indirectamente la concentración de dióxido de carbono en la atmósfera (Amestoy Alonso, 2010; Manahan et al., 2000).

Actualmente, el nivel de los océanos sube en promedio 2 mm anuales y se prevé que el derretimiento del hielo polar provocará un ascenso de hasta 1,5 m en el nivel del mar en los próximos 50 años (Kramer, 2003). Otro de los problemas causados por el efecto invernadero es el impacto en la biodiversidad del planeta. Cientos de especies animales y vegetales están quedando extintas gracias al cambio climático provocado por gases como CO<sub>2</sub>. En los últimos años se ha planteado que con el aumento de la temperatura del planeta especies marinas y aves han perdido su hábitat provocando su migración a otras zonas que les garanticen su subsistencia. Las inversiones para tratar de prevenir y remediar los daños causados a los ecosistemas también implican un gasto socioeconómico, que afecta la economía mundial (Botkin et al., 2007; Chapin et al., 2000). Además, la salud humana también se ha visto afectada, estudios médicos indican un aumento en pacientes con

enfermedades respiratorias en los últimos años debido a la baja calidad del aire (Singer, 2013).

Existen métodos para reducir la concentración de dióxido de carbono, uno de los métodos más utilizados a nivel industrial se basa en la absorción química usando una solución de amina como la monoetanolamina (MEA); en este método ocurre una reacción química entre la solución de amina y el CO<sub>2</sub>. Este proceso resulta atractivo debido al bajo costo del solvente, su alta reactividad y su capacidad de absorción 1:2 (2 moles de CO<sub>2</sub> por mol de amina). Sin embargo, su tendencia a la corrosión, naturaleza volátil y el alto consumo de energía necesario para su regeneración conducen a altos costos operacionales y de impacto ambiental (McCrellis, Taylor, Jacquemin, & Hardacre, 2016; Yang et al., 2014).

### **3. Justificación**

Teniendo en cuenta la problemática ambiental y social planteada anteriormente, se han estudiado nuevas metodologías que promuevan la disminución de agentes contaminantes como el dióxido de carbono. Existen diversas tecnologías para capturar el dióxido de carbono obtenido al final del proceso de combustión, entre ellas se encuentra la separación con membranas (Knuutila, Svendsen, & Anttila, 2009), extracción química con torres de aminas (Raksajati, Ho, & Wiley, 2016), adsorción física y ciclos de calcinación-carbonatación (Espinal et al., 2013). Además, recientemente se ha estudiado el uso de líquidos iónicos como método viable para la captura de CO<sub>2</sub> (Bartolomé Muñoz, Mora Peris, & Recalde Rodriguez, 2010; Morales, Torres, & Muñoz, 2008). La característica más importante de los líquidos

iónicos que ha impulsado la investigación para su uso como disolventes y en la captura de CO<sub>2</sub> es su baja presión de vapor, esta característica es deseable en muchas aplicaciones de separación de compuestos pues se reduce la pérdida de solvente por evaporación, además puede ser recuperado limpiamente y es posible controlar algunas propiedades físicas como la viscosidad e hidrofobicidad a diferencia de los solventes orgánicos comúnmente empleados en este tipo de prácticas (Shannon & Bara, 2011).

El estudio de líquidos iónicos para captura de CO<sub>2</sub> es amplio, por ello, se busca incrementar la eficiencia del proceso modificando el líquido en solución de tal manera que se favorezca la captura de dióxido de carbono. Para este caso se han reportado estudios donde se emplean alcanolaminas en una mezcla junto con líquidos iónicos donde se redujo rápidamente la concentración de dióxido de carbono de una fuente de gases incluso a bajas presiones (Bara, Camper, Gin, & Noble, 2010), disminuyó la pérdida de alcanolamina por evaporación (Yang et al., 2014) y se obtuvo una eficiencia similar al uso de alcanolamina como solvente único (Yansong Zhao et al., 2010). Además, para reducir las cantidades y por consiguiente los costos del uso de líquidos iónicos se han implementado composites formados por matrices donde se inmovilice el líquido iónico deseado según sea la aplicación. Se han utilizado como matrices porosas la alúmina (Wan et al., 2014), sílice (Ruckart, O'Brien, Woodard, West, & Glover, 2015) y celulosa (Bernard et al., 2016), esto no sólo reduce los costos de los materiales y reactivos, también mejora la utilización del material reduciendo costos energéticos pues es más sencillo incorporar un material sólido que uno excepcionalmente líquido al proceso.

Por lo tanto, en este trabajo de investigación se preparó un composito, se caracterizó, se evaluó e implementó como un método sostenible para la captura de dióxido de carbono. Este material está conformado de una mezcla del líquido iónico tetrafluoroborato de 1-butil-3-metilimidazolio junto con alcanolaminas como monoetanolamina (MEA) y trietanolamina (TEA) soportadas sobre una matriz biodegradable de fibras de celulosa extraídas de hojas de piña, buscando también utilizar materias primas que signifiquen una oportunidad al aprovechamiento de los desechos biodegradables de la zona.

## 4. Marco Teórico

### 4.1. Líquidos Iónicos

Estos compuestos son considerados como sales formadas por la combinación de un anión y un catión, de los cuales al menos uno es orgánico. Los líquidos iónicos son sales cuyo punto de fusión está por debajo de 100°C, por tal razón, muchos de ellos son líquidos a temperatura ambiente y comúnmente se denominan como líquidos iónicos a temperatura ambiente (RTIL por sus siglas en inglés). Los líquidos iónicos más estables contemplan el imidazolio y piridinio como catión en su estructura y fueron los primeros líquidos iónicos sintetizados que fueron estables a la atmósfera y en presencia de agua (Poux, Cognet, & Gourdon, 2015).

**4.1.1. Propiedades de los líquidos iónicos.** Las propiedades fisicoquímicas de los líquidos iónicos dependen de la naturaleza y el tamaño de sus constituyentes, es decir, tanto de cationes como de aniones. Su aplicación en la ciencia y la industria es altamente estudiada

por sus propiedades únicas, tales como una presión de vapor casi insignificante, buena estabilidad térmica, miscibilidad en agua y sustancias orgánicas, viscosidad ajustable y alta estabilidad térmica. Los líquidos iónicos también son muy relevantes para la electroquímica debido a su alta conductividad. Sus valores de conductividad oscilan entre 0,5 y 20 mScm<sup>-1</sup>, pero la mayoría de ellos se encuentran en un rango de 3 a 7 mScm<sup>-1</sup>. La distribución de carga sobre los iones da la posibilidad de hallar variedad de interacciones en su estado líquido, a esto se debe su capacidad de interactuar con diferentes compuestos y actuar como solventes. Además, su carácter hidrofílico varía dependiendo de la cadena del catión cuando se trata de un anillo aromático como el imidazolio o piridinio. Con cadenas cortas el compuesto tiende a ser hidrofílico mientras que con cadenas de alquilo largas saturadas el carácter del líquido iónico será hidrofóbico (Koel, 2009; Poux et al., 2015).

**4.1.2. Características del líquido iónico tetrafluoroborato de 1-butil-3-metilimidazolio [BMIM][BF<sub>4</sub>].** Este líquido iónico tiene como catión un anillo imidazolio junto a una cadena saturada de cuatro carbonos y su anión es el tetrafluoroborato. La particularidad de este líquido iónico está dada por quienes lo conforman, generalmente, los líquidos iónicos con cationes imidazolio exhiben mayor conductividad iónica y menor viscosidad, parte de esto también lo otorga el anión tetrafluoroborato (Surviliènè, Eugénio, & Vilar, 2011).

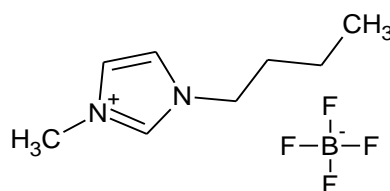


Figura 1. Estructura del líquido iónico [BMIM][BF<sub>4</sub>]

Además, debido a su miscibilidad en agua se ha seleccionado en muchos casos para métodos de absorción de CO<sub>2</sub> en mezclas con soluciones de aminas (Ahmady, Hashim, & Aroua, 2010). Según su hoja de seguridad, es un compuesto irritante así que su manipulación debe ser cuidadosa, así mismo, se conocen otras de sus propiedades como:

Tabla 1. *Propiedades físicas y químicas [BMIM][BF<sub>4</sub>]*

Estado	Líquido
Peso Molecular	226,02 g/mol
Densidad	1.20 g/cm <sup>3</sup>
Punto de fusión	-71 °C

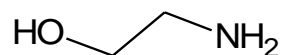
## 4.2. Alcanolaminas

Las alcanolaminas o también conocidas como aminoalcoholes son compuestos orgánicos que presentan un grupo funcional amino y un grupo alcohol. Los derivados de estos compuestos han sido empleados como catalizadores en muchos procedimientos de síntesis, además, tienen un papel importante en la química farmacéutica por su actividad antimicrobial y antifúngica. Los aminoalcoholes están presentes en gran cantidad de antibióticos y tratamientos médicos para la tuberculosis (Sigma-Aldrich, 2017). Las etanolaminas también son productos industriales valiosos que sirven para la obtención de detergentes por reacción de ácidos grasos a 140-160°C con el grupo amino o hidroxilo para dar amidas etanólicas o ésteres aminados (Weissermel & Arpe, 1981).

**4.2.1. Propiedades de las alcanolaminas.** Las alcanolaminas son muy reactivas, su quiralidad las hace importantes en métodos de síntesis orgánica actuando como ligandos

quirales o auxiliares. Los dos heteroátomos en su estructura (Oxígeno y Nitrógeno) le otorgan una gran flexibilidad ya que uno o ambos pueden estar unidos a un ácido de Lewis, metal de transición o materiales quirales. Estas propiedades también hacen que los aminoalcoholes sean utilizados como catalizadores de transferencia de fase y absorbentes de gases como CO<sub>2</sub> y H<sub>2</sub>S (Lait, Rankic, & Keay, 2007).

**4.2.2. Monoetanolamina (MEA).** La monoetanolamina (HO-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-NH<sub>2</sub>) es una alcanolamina primaria con un grupo funcional amino y otro alcohol. La aplicación más estudiada de este compuesto es su capacidad de absorción de dióxido de carbono, pues puede reaccionar con él formando un carbamato en solución (Hikita, Asai, Katsu, & Ikuno, 1979). A continuación se muestra la estructura de la monoetanolamina o aminoetanol como también es conocida.



*Figura 2.* Estructura de la monoetanolamina MEA.

**4.2.3. Trietanolamina (TEA).** Este compuesto también hace parte de los aminoalcoholes. En este caso es una alcanolamina terciaria, donde tres alcoholes se encuentran enlazados al grupo amino. Este compuesto es menos reactivo que la monoetanolamina pero puede obtenerse en gran proporción en procesos de síntesis de alcanolaminas y al igual que la mayoría de las alcanolaminas tiene grandes aplicaciones en la química farmacéutica y cosmética. Su estructura se presenta a continuación.

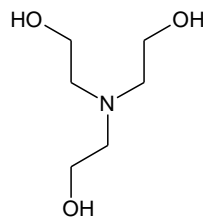


Figura 3. Estructura de la trietanolamina TEA.

### 4.3. Biocompositos

Los biocompositos son materiales compuestos formados por dos o más materiales específicos según la aplicación que se desee. Los biocompositos pueden estar hechos con fibras naturales, resinas sintéticas, resinas naturales, fibras sintéticas, o todos materiales naturales. La aplicación de este tipo de materiales es muy variada. Son utilizados en la industria de la construcción, para partes de vehículos, para aplicaciones del hogar, entre otros. Tales materiales a menudo, resultan como estructuras ligeras de gran rigidez y propiedades específicas que reducen requerimientos energéticos (Mohanty, Misra, & Drzal, 2005). Además, los compositos formados con fibras naturales tienen grandes ventajas con respecto al impacto ambiental pues contribuyen a la disminución de las emisiones de CO<sub>2</sub> cuando se comparan con compositos sintéticos. Por lo general, las fibras naturales que complementan el material sirven de refuerzo y promueven al mejoramiento de las propiedades mecánicas generales del biocomposito (Campilho, 2015).

**4.3.1. Fibras Naturales.** Las fibras naturales se pueden clasificar según su origen como materiales lignocelulósicos, animales o minerales. Estas fibras a base de celulosa, se pueden encontrar en madera o diversas plantas, aunque sin duda, las fibras de celulosa provenientes de madera son las más abundantes. Otras fibras lignocelulósicas muy comunes son las extraídas de materiales vegetales, estas, están compuestas por celulosa, hemicelulosa, lignina

y pectina y muchas de las propiedades de este tipo de fibra se dan con base al contenido relativo de cada uno de sus componentes. Las fibras vegetales a su vez pueden estar divididas en: fibras de semillas, fibras de hoja, fibras de frutas y fibras de tallo (Campilho, 2015).

Las plantas de las que provienen las fibras pueden ser catalogadas como primarias o secundarias. Las primarias son aquellas como el yute, cáñamo o sisal, que únicamente se cultivan con el objetivo de proporcionar fibras naturales. Las secundarias son: piña, palma de aceite, coco, caña de azúcar, plátano, entre otras, y se cultivan con el propósito de ser fuente de alimento humano, y las fibras son un subproducto, pero en general las fibras de los dos tipos de plantas (primarias y secundarias) han sido utilizadas para crear biocompositos (Campilho, 2015).

**4.3.2. Fibras de hojas de piña.** La piña (*Ananas comosus*) es una típica planta tropical perteneciente a la familia de las Bromeliaceae. Los mayores productores son Hawái, México, Malasia y Brasil. Colombia posee grandes cultivos de esta fruta y Santander es el departamento líder en su cosecha. Las fibras de hojas de piña pueden obtenerse fácilmente al separar la corteza de las hojas. Al igual que la madera, estas fibras están compuestas por celulosa, holocelulosa, hemicelulosa y lignina. Se ha conocido que la composición de las fibras de piña está dada aproximadamente por 66% de celulosa, 85% de holocelulosa, 20% de hemicelulosa, y 4,2% de lignina. Algunas especies de piña son conocidas por tener más contenido de celulosa incluso que la madera. Por esta razón estas fibras son llamativas para una variedad de productos textiles (Daud, Mohd Hatta, Kassim, & Aripin Mohd, 2014).

**4.3.3. Celulosa.** La celulosa es la molécula principal de las paredes celulares de las plantas, aunque también es producida por algunas algas, bacterias, hongos y protozoos. Este compuesto es abundante, económico y biodegradable. Es capaz de producir una serie de productos fibrosos con aplicaciones en la industria textil. La celulosa es un biopolímero formado por unidades de glucosa. Su composición química y la conformación de sus cadenas combinadas con su sistema de enlaces de hidrógeno son los responsables de su tendencia a formar agregados cristalinos rígidos y difíciles de romper. Debido a los fuertes enlaces intermoleculares que presenta, la celulosa no se funde y no se disuelve fácilmente en disolventes comunes (Wertz, Bédué, & Mercier, 2010; Lewin, 2007).

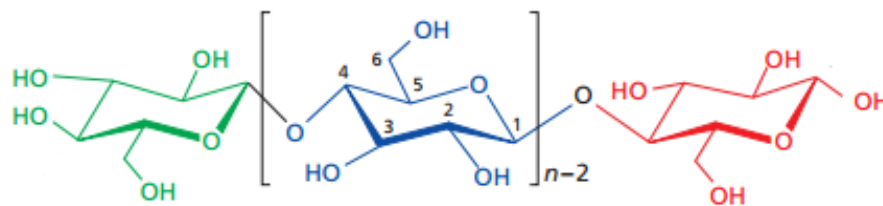


Figura 4. Estructura molecular de la celulosa. Adaptado de Wertz et al., 2010.

**4.3.4. Lignina.** Esta sustancia se encuentra junto a la hemicelulosa y celulosa en la mayor parte de las fibras naturales y es la encargada de reforzar las paredes celulares del material vegetal. Es muy resistente, por lo que es muy difícil de degradar debido a que los enlaces químicos por los que está formada son muy resistentes a cambios de pH, además, es un material hidrofóbico. Su estructura es muy compleja, está formada por la unión de varios polímeros amorfos y tridimensionales consistentes en fenilpropanos (McCrary, 1991). Existen muchos tipos de ligninas y ellas dependen de la naturaleza de la especie de la planta que provenga. Además, se ha mostrado que es una sustancia versátil que posee varias

propiedades como antioxidante, antifúngico y antibiótico. Por lo que se ha implementado su uso en la estabilización de alimentos y en algunos casos en tratamientos médicos (Dumitriu & Popa, 2013).

**4.3.5. Hemicelulosa.** La hemicelulosa es otro componente importante de las paredes celulares de las plantas, por ende, de las fibras naturales. Consiste en una cadena polimérica de hexosas (glucosa, manosa, galactosa, entre otras) y pentosas (xilosa y arabinosa), aunque su monómero principal es la xilanos. Debido a que forma una cadena ramificada, no tiene una estructura cristalina y por lo tanto es fácil de degradar (Stuart & El-Halwagi, 2012). Es una de las sustancias más abundantes en materiales vegetales, dependiendo de la especie, la hemicelulosa constituye alrededor del 20-30% del total de la biomasa lignocelulósica (Thakur & Thakur, 2015).

#### **4.4. Métodos de soporte de líquidos iónicos**

La creación de nuevos materiales a partir de líquidos iónicos que reduzcan costos y sean de fácil manejo ha sido de gran utilidad en los últimos años. SILs como se conocen por sus siglas en inglés (Supported ionic liquids), pueden ser preparados por dos métodos de inmovilización, química y física.

**4.4.1. Soporte químico de líquidos iónicos.** Los líquidos iónicos soportados (SILs) preparados por métodos químicos pueden generar nuevos materiales de intercambio iónico. Estos materiales se dan por una interacción química del fragmento de líquido iónico con la superficie de la matriz en que se esté soportando. Una de sus ventajas es que cuando el

material entra en contacto con agua o soluciones acuosas, no hay pérdida de líquido iónico (Zhu, Guo, Zhang, Chen, & Zhang, 2012). Además, en ciertos casos y para mejorar las condiciones de soporte del líquido iónico, es conveniente modificar la superficie de la matriz sólida con ciertos grupos que provean una interacción más eficiente, es decir, un soporte efectivo con el líquido iónico (Bernard et al., 2016).

**4.4.2. Soporte físico de líquidos iónicos.** Cuando se habla de soportar un líquido iónico por métodos físicos, se hace referencia a la inmovilización del líquido sobre una matriz o sólido poroso, en donde la matriz es impregnada o dopada con el líquido iónico formándose una capa fina o película del líquido en la superficie del soporte o simplemente llenando los poros del material. En este caso es muy común emplear líquidos iónicos funcionalizados para tareas específicas (TSIL por sus siglas en inglés) que provean un nuevo material capaz de extraer o capturar sólo la sustancia que se necesite. Sin embargo, los materiales preparados por métodos de soporte físicos pueden tener pérdidas del líquido iónico al entrar en contacto con soluciones acuosas o agua, debido a la afinidad del líquido iónico con agua y otros solventes polares (Zhu et al., 2012).

## 5. Estado del Arte

Los líquidos iónicos se han vuelto cada vez más populares y su estudio se ha incrementado en diversos campos de la química. Actualmente, están sujetos a grandes investigaciones internacionales y ya no son considerados sólo como disolventes. El primer líquido iónico fue reportado por Gabriel y Weiner en 1888, pero fue debatido por mucho tiempo, por lo tanto, el

líquido iónico que es conocido como el primero es el nitrato de etilamonio y fue descrito por Walden en 1914, su punto de fusión es 12 °C y se prepara fácilmente por una reacción entre ácido nítrico y etilamina. Entre 1970 y 1980 se prepararon algunos cationes imidazolio y piridinio sustituidos con cadenas de alquilo y se trabajaron junto con aniones como haluros y tetrahaloaluminatos, estos fueron utilizados como electrolitos en baterías de carros. Los primeros líquidos iónicos utilizados como disolventes fueron los cloroaluminatos de amonio. Ellos fueron preparados con tricloruro de aluminio y el correspondiente cloruro de amonio. Dependiendo de la estequiometría, se podían obtener complejos como  $\text{AlCl}_4^-$ ,  $\text{Al}_2\text{Cl}_7^-$ , entre otros. El hecho de que estas sustancias fueran líquidas a temperatura ambiente llamó mucho la atención entre los químicos, así que en esa época su aplicación principal se dio como solventes verdes constituidos por variedad de aniones y cationes. Ya en los 90s, Wilkes y Zavarotko prepararon líquidos aniónicos utilizando por primera vez el hexafluorofosfato ( $\text{PF}_6^-$ ) y el tetrafluoroborato ( $\text{BF}_4^-$ ) como aniones y abrieron un poco más las expectativas del uso de estos compuestos. El término líquido iónico empezó a utilizarse a partir de 1942 y desde entonces se han desarrollado cantidad de sustancias variando sus aniones y cationes (Ameta & Ameta, 2013; Poux et al., 2015). A partir de febrero de 2007 la literatura sobre estas sustancias empezó a ser limitada, sólo para darlos en aplicación en campos de la química y la ingeniería química. Pero desde hace aproximadamente 10 años, organizaciones internacionales como la IUPAC han trabajado en conocer las propiedades fisicoquímicas de los líquidos iónicos y en la actualidad se encuentra información masiva de ellos en bases de datos como el NIST (Koel, 2009).

Actualmente, los líquidos iónicos son utilizados con variadas aplicaciones en el campo ambiental y sus características son llamativas para crear materiales que tengan aplicaciones

específicas. Recientemente, se han creado compositos dados por matrices porosas y líquidos iónicos con el fin de capturar dióxido de carbono. En 2014 se reportó un trabajo titulado “*Novel CO<sub>2</sub>-Capture Derived from the Basic Ionic Liquids Orientated on Mesoporous Materials*” el cual pretendió buscar nuevos materiales formados por líquidos iónicos inmovilizados en alúmina promoviendo la captura de CO<sub>2</sub> a través de su adsorción en una muestra de gas (Wan et al., 2014). En el año siguiente, bajo la misma finalidad se reportó el artículo “*Porous Solids Impregnated with Task-Specific Ionic Liquids as Composite Sorbents*”, en este se analizó la capacidad de captura de dióxido de carbono por medio de compositos formados por seis líquidos iónicos específicos (Task Specific Ionic Liquids) sobre una matriz de sílice (Ruckart et al., 2015).

La implementación de matrices porosas que sirvan de lugar de anclaje de los líquidos iónicos no sólo concierne a matrices de tipo inorgánico. También se han conocido estudios del uso de sustancias biodegradables como celulosa, extraída de material vegetal para crear ese tipo de compositos. El trabajo reportado en 2008 “*A facile preparation of gel materials from a solution of cellulose in ionic liquid*” muestra la capacidad de formar materiales sólidos aun partiendo de la disolución de celulosa en los líquidos iónicos (Kadokawa, Murakami, & Kaneko, 2008). El artículo titulado “*New cellulose based ionic compounds as low-cost sorbents for CO<sub>2</sub> capture*” publicado recientemente, muestra la creación de compositos para captura de dióxido de carbono a partir de celulosa extraída de cascarilla de arroz, una evidencia más de la capacidad de adsorción de estos materiales (Bernard et al., 2016). Además, el Laboratorio de Investigación en Química Sostenible (LIQS) de la Universidad Industrial de Santander ha desarrollado estudios donde se muestra la preparación de nanopartículas de polilíquidos iónicos y su aplicación para la contaminación con dióxido de

carbono, este trabajo es denominado “*Poly(ionic liquid)s as efficient catalyst in transformation of CO<sub>2</sub> to cyclic carbonate*” (Fernandez et al., 2014).

Las fibras naturales, por otro lado, han dado tenido éxito como agentes de refuerzo de variedad de polímeros. Entre las fibras naturales trabajadas se encuentran fibras de fique, yute, plátano, caña y piña. Las fibras de piña han sido implementadas para el refuerzo de estos materiales poliméricos y uno de los estudios más completos sobre su uso se titula “*Mechanical and Thermal Properties of Josapine Pineapple Leaf Fiber (PALF) and PALF-reinforced Vinyl Ester Composites*” que evidencia todo el trabajo realizado con las fibras desde su extracción manual y sus posteriores tratamientos (Mohamed, Sapuan, & Khalina, 2014). Finalmente, en 2015 se publicó una revisión detallada sobre el estudio de las fibras de piña en la creación de composites y soporte de diferentes materiales poliméricos, mostrando las ventajas de este tipo de fibras naturales para la creación de materiales compuestos (Asim et al., 2015).

## 6. Metodología

### 6.1. Recolección, extracción y limpieza de las hojas y fibras de piña

Con el fin de aprovechar los desechos producidos por la comercialización de piña, se recolectaron coronas o cogollos del fruto de piña MD2, *Ananas comosus*, comúnmente conocida como oro miel, de puestos de venta de la plaza de mercado San Francisco en Bucaramanga. Las hojas fueron cortadas del tallo de la corona y lavadas con agua para eliminar arena y otro tipo de suciedad obtenida del lugar de cultivo.

Posteriormente, se extrajeron las fibras de celulosa por medio de un método manual, removiendo la mayor parte del material vegetal y finalmente, separando las pequeñas fibras observadas en el interior de las hojas. Las fibras extraídas se lavaron con agua destilada y a continuación se llevaron en un baño a ultrasonido a 50 Hz por 1 hora a temperatura ambiente y se secaron a 60 °C durante 24 horas en un horno (M. M. Kabir, Wang, Lau, & Cardona, 2013; Li, Tabil, & Panigrahi, 2007).

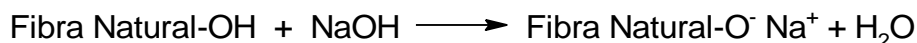


*Figura 5.* a) Remoción del material vegetal en la superficie de la hoja, b) Extracción final de fibras de celulosa

## 6.2. Tratamiento químico de fibras extraídas

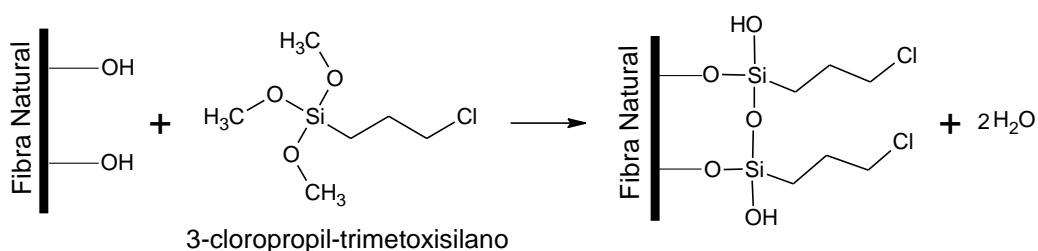
**6.2.1. Tratamiento alcalino.** Las fibras limpias se sometieron a un tratamiento alcalino sumergiéndolas en solución de NaOH 5% durante 3 horas, esto con el fin de eliminar restos de material vegetal, lignina, hemicelulosa y clorofila. Terminado el tratamiento alcalino las fibras se lavaron con abundante agua destilada y se secaron durante 24 horas en un horno a 60 °C (M. M. Kabir et al., 2013; Li et al., 2007). Este tratamiento además de limpiar puede

provocar una modificación superficial de las fibras de celulosa cationizando la fibra tal como se ilustra en el *figura 6*.



*Figura 6.* Modificación superficial de fibras de celulosa con hidróxido de sodio. Adaptado de Li et al., 2007.

**6.2.2. Tratamiento de silanización.** Este tratamiento se empleó con el fin de mejorar las propiedades mecánicas de las fibras, así como para generar un carácter hidrofóbico gracias a la red de grupos silanoles que se posan en la superficie de las mismas (*Figura 7*). Para ello, se tomaron fibras limpias y tratadas previamente con NaOH 5% y se sumergieron en una solución de 3-cloropropil-trimetoxisilano al 3% en solución de etanol 60% durante 3 horas a temperatura ambiente. Terminado este tiempo, las fibras se lavaron con abundante agua destilada y se llevaron durante 24 horas a un horno a 60 °C (Cho, Kim, & Drzal, 2014).



*Figura 7.* Modificación superficial de fibras de celulosa con 3-cloropropil-trimetoxisilano.

Adaptado de Cho et al., 2014.

### 6.3. Composición química de las fibras de celulosa de piña

**6.3.1. Determinación del contenido de humedad.** El proceso de determinación del contenido de humedad en las fibras se realizó según la norma ASTM D2216. Se pesaron alrededor de 0,1 g de fibras sin tratar, fibras tratadas con NaOH 5% y fibras tratadas con Silano. Cada una, por aparte en una caja Petri, se secaron en un horno a 105 °C por 3 horas. Transcurrido este tiempo, se llevaron a un desecador hasta alcanzar temperatura ambiente y finalmente, se pesaron varias veces hasta obtener un peso constante (Abdel-Halim, 2014).

El contenido de humedad fue calculado por medio de la ecuación (1), donde P1 es el peso de la muestra húmeda y P2 el peso de la muestra seca. Mediante este cálculo se determinó el porcentaje de humedad para las fibras sin tratamiento, fibras con tratamiento alcalino y fibras con tratamiento de silano (Abdel-Halim, 2014).

$$\% \text{ Humedad} = \frac{P1 - P2}{P1} * 100 \quad (1)$$

**6.3.2. Determinación del contenido de cenizas.** Siguiendo la norma ASTM D2866, en un crisol de porcelana se pesaron aproximadamente 0,1 g de fibra. Igualmente se determinó el contenido de cenizas para fibras sin tratar, fibras tratadas con NaOH 5% y fibras tratadas con Silano. Las muestras fueron llevadas a una mufla manteniendo una temperatura de 625 ± 25 °C durante 12 horas. Luego se enfriaron a temperatura ambiente en un desecador y finalmente, se pesaron los crisoles con las cenizas (Abdel-Halim, 2014).

El contenido de cenizas fue determinado por cálculos gravimétricos, teniendo en cuenta el peso del crisol empleado para el proceso. La ecuación (2), expresa la forma en que se realizó el cálculo correspondiente, donde A corresponde al peso del crisol, B al peso del crisol con la muestra inicial y C el peso final del crisol con las cenizas (Abdel-Halim, 2014).

$$\% \text{ Cenizas} = \frac{C - A}{B - A} * 100 \quad (2)$$

**6.3.3. Determinación de lignina.** El contenido de lignina presente en las fibras se determinó por el método de lignina Klason dado por el Instituto Químico del Papel en Wisconsin reportado por Abdel-Halim et al. (2014). Para ello se pesaron alrededor de 0,5 g de muestra, a la cual se añadieron 10 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 72% gota a gota con agitación constante. Terminada la adición del ácido se dejó reposar por 2 horas y posteriormente, la muestra se diluyó con la cantidad de agua necesaria para obtener H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 3%, la solución se dejó durante 4 horas en calentamiento a 100°C. Finalmente, se filtró, se lavó con agua caliente hasta neutralidad y se pesó el residuo seco en el papel de filtro (Abdel-Halim, 2014).

Para la determinación de lignina se realizan cálculos gravimétricos teniendo en cuenta el residuo final obtenido y la masa de muestra inicial empleada, así:

$$\% \text{ Lignina} = \frac{\text{Peso del residuo}}{\text{Peso de la muestra}} * 100 \quad (3)$$

**6.3.4. Determinación de hemicelulosa.** Para determinar el contenido de hemicelulosa en las fibras se empleó la metodología propuesta por Abdel-Halim et al. (2014). En este caso, se pesaron aproximadamente 0,5 g de muestra, a los cuales se adicionaron 10mL de KOH 10% y se dejaron durante 10 horas en calentamiento a 50 °C. Seguidamente, se filtró y el filtrado fue acidificado hasta pH 6 con ácido acético. Se adicionó 2 veces su volumen de etanol y se dejó reposar hasta observar un precipitado. Finalmente, se filtró y pesó el precipitado seco (Abdel-Halim, 2014).

El cálculo respectivo para obtener el contenido de hemicelulosa en la muestra se basa en la ecuación (4), donde se tiene en cuenta la masa inicial de muestra y el residuo final obtenido.

$$\% \text{ Hemicelulosa} = \frac{\text{Peso del residuo}}{\text{Peso de la muestra}} * 100 \quad (4)$$

Cada una de las medidas se realizó tres veces. A partir de los valores obtenidos para humedad, cenizas, lignina y hemicelulosa, se puede conocer el contenido de celulosa en la muestra, restando los valores mencionados previamente a un 100 por ciento de masa de muestra.

## **6.4. Inmovilización del líquido iónico y mezclas en fibras de piña por métodos físicos**

**6.4.1. Preparación de mezclas LI-Alcanolaminas.** Con el fin de mejorar la capacidad de captura del LI al introducir grupos amino dentro del material, se prepararon las mezclas del líquido iónico tetrafluoroborato de 1-butil-3-metilimidazolio, alcanolaminas y agua en tres

relaciones diferentes, tomando como base la relación de la mezcla empleada por Yang et al. (2014) así:

Tabla 2. *Relaciones de las mezclas LI-Alcanolaminas empleadas*

<b>Relación</b>	<b>Proporción LI (% peso)</b>	<b>Proporción MEA / TEA (% peso)</b>	<b>Proporción Agua (% peso)</b>
1	40	30	30
2	30	40	30
3	35	35	30

**6.4.2. Metodología de inmovilización del líquido iónico y las mezclas.** Para la inmovilización de las mezclas se emplearon fibras modificadas con NaOH y fibras modificadas con silano. Para ello, se tomó aproximadamente 1 gramo de fibra y gota a gota se adicionó cada solución preparada hasta que las fibras fueran impregnadas completamente, posteriormente, las muestras fueron llevadas a la estufa durante 30 minutos a 60 °C. La composición final del composito está dada por un 30% de mezcla o líquido iónico según el caso. Las muestras fueron denominadas según la modificación superficial realizada y la cantidad de alcanolamina en la mezcla así: FX(YZ), donde X representa el tratamiento de NaOH (N) o silano (S), Y hace referencia a la alcanolamina empleada (MEA o TEA) y Z indica la cantidad de alcanolamina (30,35 o 40%).

### **6.5. Inmovilización del líquido iónico en fibras de piña por métodos químicos.**

Como ensayo adicional, se estudió la posibilidad de soporte químico de un líquido iónico en fibras de celulosa por medio de la modificación superficial de las mismas. En este caso se empleó anhídrido maleico para la modificación superficial y el líquido iónico cloruro de 1-

butil-3-metilimidazolio para ser soportado, proporcionando la interacción de los grupos ácidos del anhídrido maleico con el catión del líquido iónico. Se optó por el uso del líquido iónico [BMIM][Cl] para evitar la producción de subproductos peligrosos como puede ocurrir si se emplea el [BMIM][BF<sub>4</sub>] debido a las características del anión que lo constituye y la posible formación de HBF<sub>4</sub> en la reacción, ya que se ha reportado que este ácido es altamente corrosivo (Sigma-Aldrich, 2014).

**6.5.1. Modificación superficial de fibras de piña con anhídrido maleico.** Se modificó la superficie de las fibras con anhídrido maleico con el fin de incorporar grupos ácido a la fibra para promover una interacción química con el líquido iónico (Figura 8). El figura de esta modificación superficial tiene como punto de referencia la maleación de un poliol como lo reporta Mazo, Estenoz, Sponton, & Rios, (2012). Para ello, se tomaron 2 gramos de anhídrido maleico y se disolvieron en 20 mL de acetona, a esa solución se adicionaron 2 g de fibra previamente tratada con NaOH al 5% y se dejó en agitación a temperatura ambiente durante 1 hora. Posteriormente, la mezcla se llevó a la estufa a 60 °C durante 1 hora y luego al vacío en un desecador por 30 minutos más. Finalmente, se lavó con agua desionizada y acetona para eliminar el anhídrido maleico que no reaccionó. Finalmente, las fibras se secaron a 60 °C durante 24 horas (Bernard et al., 2016; Vieira et al., 2014).

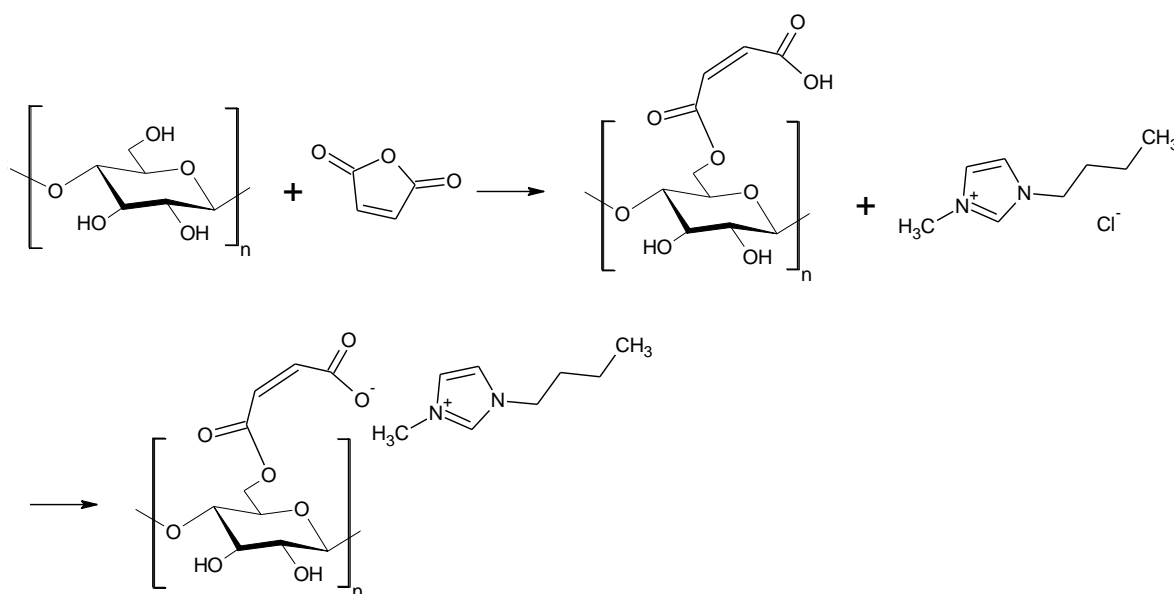


Figura 8. Interacción de fibras de celulosa modificadas con anhídrido maleico y el líquido iónico cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio.

**6.5.2. Cuantificación de grupos ácidos en las fibras modificadas con anhídrido maleico.** Una vez modificadas las fibras, se determinó la cantidad de grupos ácidos en la superficie de ellas según el método de titulación Boehm reportado por Goertzen, Thériault, Oickle, Tarasuk, & Andreas, (2010). Para ello, se tomó 1 g de fibras modificadas, las cuales se depositaron en un vaso de precipitados junto con 50 mL de solución NaOH 0,1 M. La solución se tapó y se dejó durante 5 días a una temperatura de 30 °C con agitación constante. Finalizado este tiempo, se tomó una alícuota de 10 mL de la muestra y se tituló por retroceso con solución estándar de HCl.

**6.5.3. Cuantificación del líquido iónico a soportar.** El número de equivalentes de ácido por cantidad en gramo de fibra se calculó por la diferencia de los equivalentes totales adicionados con la solución inicial (50 mL NaOH 0,1 M) y los equivalentes gastados de

solución titulante, en este caso HCl 0,1 M. Por consiguiente, el cálculo de la cantidad de líquido iónico a soportar se realizó según la relación 1:1 en equivalentes de grupos ácidos presentes por gramo de fibra tratada con anhídrido maleico y equivalentes del líquido iónico cloruro de 1-butil-3-metil imidazolio.

**6.5.4. Inmovilización del líquido iónico en fibras con anhídrido maleico.** El proceso de inmovilización del cloruro de 1-butil-3-metil imidazolio se llevó a cabo bajo atmósfera de nitrógeno (N<sub>2</sub>), a 1 g de fibra modificada se añadió la cantidad de líquido iónico calculada disuelta en 15 mL de DMF. La mezcla permaneció en agitación constante durante 2 horas a 40 °C. Terminado ese tiempo las fibras se retiraron de la solución y se lavaron con agua destilada y etanol. Finalmente, se secaron en la estufa a 60 °C durante 24 horas (Bernard et al., 2016).

## **6.6. Caracterización de los biocompositos preparados**

Se estudió la estructura y composición de los materiales por medio de espectroscopia infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR) en un espectrómetro Perkin-Elmer Spectrum 100 con celda de reflectancia total atenuada (ATR). Así mismo se evaluó la cristalinidad de cada biocomposito por medio de difracción de rayos X (DRX) en un difractorómetro de polvo marca BRUKER modelo D8 ADVANCE con geometría DaVinci. La morfología y conformación superficial de los materiales se estudió por microscopía electrónica de barrido de emisión de campo (FESEM) en un equipo Inspect F50 de FEI Instruments. Igualmente, se evaluó la estabilidad térmica y el proceso de degradación de los materiales a altas temperaturas por medio del análisis termogravimétrico en un equipo TGA SDT Q600 de TA Instruments, donde se determinaron las etapas de degradación que sufren los compositos. El

análisis de ángulo de contacto permitió verificar la mojabilidad de los compositos y el carácter hidrofílico o hidrofóbico de las fibras con tratamientos superficiales y de los compositos, este estudio se realizó por triplicado en un sistema de medición de ángulo de contacto modelo OCA 15 EC empleando agua desionizada como líquido de referencia.

Adicionalmente, se estudió la estabilidad química de los biocompositos frente al agua, para ello se empleó una bomba peristáltica Cole-Parmer donde a una pipeta Pasteur que contenía la muestra a estudiar se hicieron pasar 100 mL de agua destilada por una manguera Masterflex número 13. Posteriormente, la muestra fue secada en un horno durante 24 horas a 60 °C, terminado este tiempo se pesó nuevamente y se repitió el proceso anterior. Finalmente, por diferencia de peso luego del paso de agua se verificó la pérdida de líquido iónico o mezclas LI-alcanolaminas en los biocompositos.

## **6.7. Ensayos de captura de dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>)**

**6.7.1. Metodología de captura de CO<sub>2</sub> por el método de decaimiento de presión.** El método de decaimiento de presión asume cualquier caída de presión en el sistema como sorción de gas por parte del material estudiado. En este caso, se evaluó la capacidad de captura de dióxido de carbono tanto de los compositos preparados como de las fibras de piña tratadas y sin tratar, evaluando la caída de presión del sistema. Para ello, se empleó una célula de equilibrio con dos compartimientos como se muestra en la *figura 9* a una temperatura constante de 25 °C proporcionada por un baño de agua en el que se sumergió el sistema. Inicialmente se inyectó el gas en el primer compartimiento a una presión de 25 bar y por

medio de una válvula se liberó el paso del gas a través del segundo compartimiento que contenía la muestra. Luego del tiempo establecido para el ensayo se registró la presión final alcanzada por el sistema (Richards, 2001). Este ensayo fue realizado en los laboratorios de la Escuela de Química de la Pontificia Universidad Católica de Rio Grande del Sur, en Porto Alegre, Brasil.



*Figura 9.* Sistema de doble compartimiento para sorción de dióxido de carbono. 1) Celda de carga del gas (CO<sub>2</sub>); 2) Celda de muestra.

**6.7.2. Estudio del potencial de re-uso de biocompositos.** Para procesos industriales es importante evaluar si el material preparado es reusable. Por lo tanto, se realizaron 5 mediciones de captura de CO<sub>2</sub> del composito tratado con NaOH y con la mezcla de mayor concentración de trietanolamina (FN(TEA40)). El ensayo se llevó a cabo a una temperatura de 25 °C y presión inicial de 25 bar. Luego de cada medida, se realizó el proceso de despresurización para liberar el gas capturado del compartimiento de la muestra y nuevamente se inyectó el gas. De esta forma se realizaron cuatro ensayos adicionales.

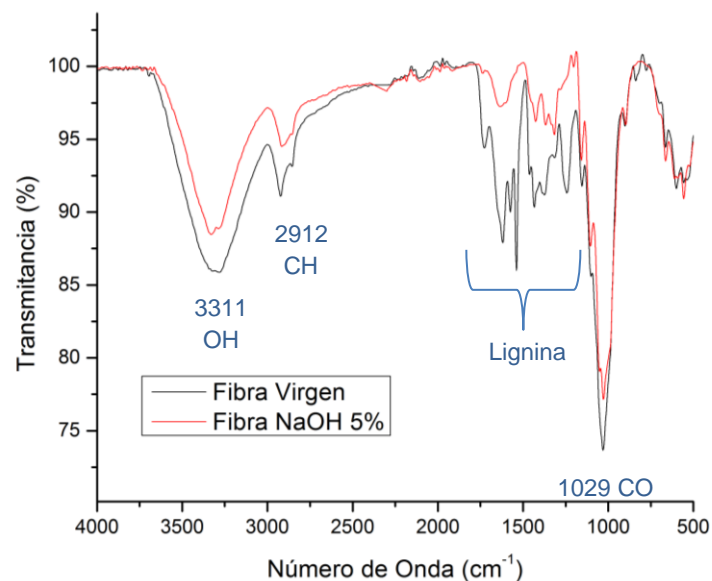
**6.7.3. Estudio de la selectividad de los biocompositos.** Se evaluó la selectividad del material por el dióxido de carbono en una mezcla estándar de 35% mol de CO<sub>2</sub> y 65% mol de CH<sub>4</sub>; ésta concentración es similar a la de los gases emitidos en procesos de generación de

energía a nivel industrial (Fonseca, Bidart, Passarelli, Nunes, & Oliveira, 2012). El proceso se realizó a una temperatura constante de 25 °C y 40 bar de presión, empleando aproximadamente 1 gramo de muestra FN(TEA40). Posteriormente, se tomó una muestra de la mezcla de gases presente en el compartimiento 2 y se inyectó en un cromatógrafo de gases con detector de conductividad térmica para conocer la concentración final de la mezcla gaseosa y determinar las moles de CO<sub>2</sub> absorbidas por el composito.

## 7. Análisis de Resultados

### 7.1. Caracterización química de las fibras de piña tratadas y sin tratar

**7.1.1. Caracterización por Espectroscopia Infrarroja.** La caracterización química de las fibras de celulosa extraídas de las hojas de piña y luego de los diferentes tratamientos químicos con NaOH 5% y silano se realizó por espectroscopia infrarroja con el fin de observar los cambios químicos que sufren las fibras en su composición. Las *figuras* 10 y 11 muestran los espectros infrarrojos correspondientes al tratamiento alcalino de las fibras de celulosa y las fibras tratadas con Silano, respectivamente, comparados con los espectros de la fibra extraída de la hoja de piña.



*Figura 10.* Espectro infrarrojo de las fibras de piña sin tratamiento comparado con las fibras de piña con tratamiento alcalino.

Las fibras naturales están compuestas en su mayoría por celulosa, lignina, hemicelulosa, peptinas, clorofila, entre otros. El espectro infrarrojo de las fibras con tratamiento alcalino permite observar la desaparición de bandas típicas de componentes como lignina, y peptinas entre 1400-1800 cm<sup>-1</sup>. Es importante mencionar que las bandas típicas de la hemicelulosa se superponen con las señales de celulosa y lignina por lo que no son apreciables claramente en el espectro. Igualmente, se observa que el tratamiento alcalino reduce la intensidad de la banda OH en 3311 cm<sup>-1</sup> al remover los grupos hidroxilo presentes en la hemicelulosa y la lignina y como era de esperarse la banda en 1029 cm<sup>-1</sup> dada por el enlace C-O de la celulosa permanece luego del tratamiento alcalino (Fan, Dai, & Huang, 2012).

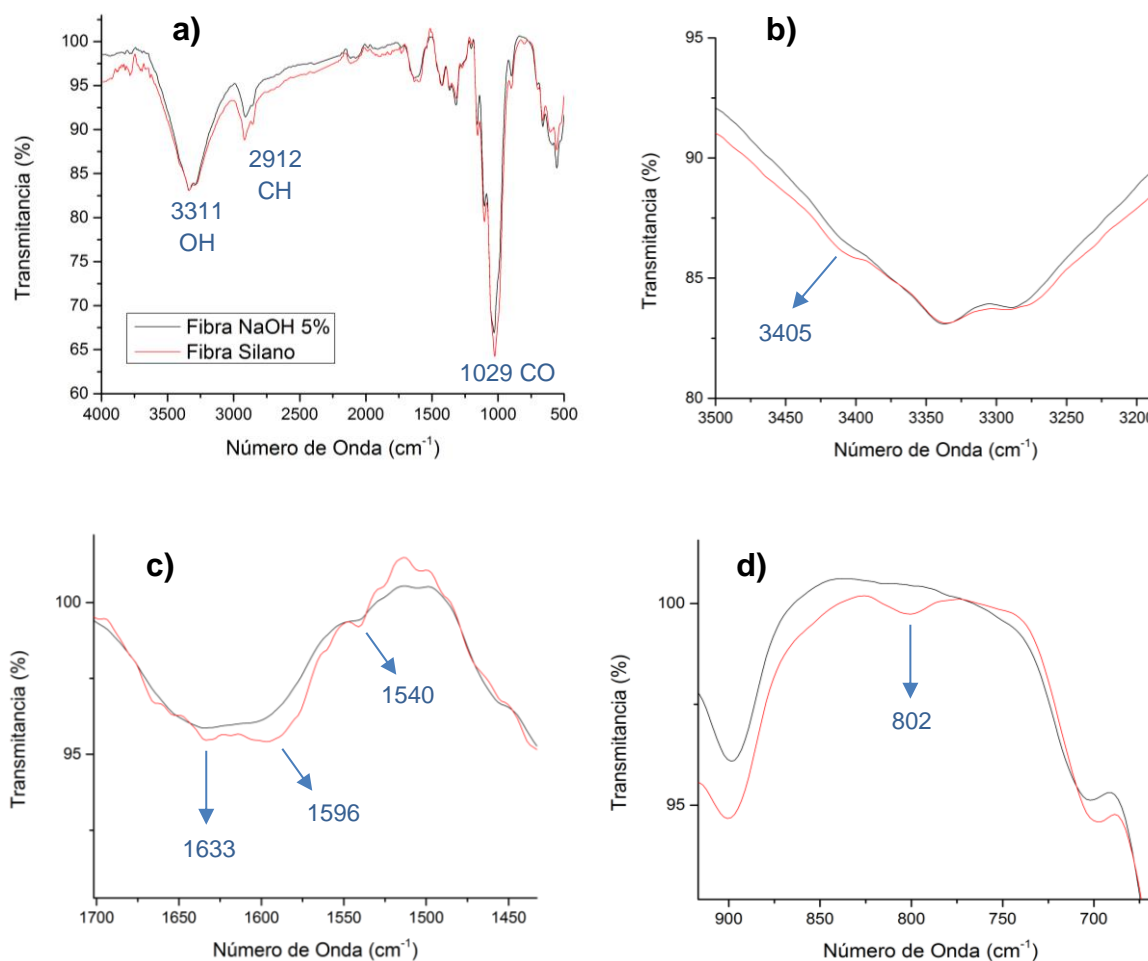


Figura 11. Espectro infrarrojo de fibras con tratamiento alcalino y con tratamiento de silano. a) Fibra NaOH 5% y Fibra Silano. b), c) y d) Imagen ampliada de espectros de Fibra NaOH 5% y Fibra Silano.

A simple vista, los espectros infrarrojos de las fibras con NaOH y fibras silanizadas no presentan diferencias. Por lo que es necesario observar de forma ampliada las señales para verificar la presencia de los grupos silanoles en las fibras. Inicialmente, en la figura 10a se observan las señales típicas de la celulosa (Abdel-Halim, 2014; Fan et al., 2012; Mohammad Mazedul Kabir, 2012). La imagen 8b permite observar un pequeño hombro en 3405 cm<sup>-1</sup> que se asigna a la interacción puente de hidrógeno entre los grupos silanol y los OH de la

celulosa. Igualmente, la imagen ampliada en el rango 1700-1450 cm<sup>-1</sup> (*figura 10c*) muestra las señales de estos grupos silanoles que provocan un corrimiento en las bandas observadas para fibras con tratamiento alcalino.

La *figura 11d* confirma la presencia del enlace Si-C en 802 cm<sup>-1</sup> en las fibras tratadas, esto corresponde a la cadena enlazada al Si que interacciona con la estructura de la celulosa (Shao, He, & Ma, 2016; Sheltami, Kargarzadeh, & Abdullah, 2015). En 1157 cm<sup>-1</sup> se encuentra la banda característica del enlace C-O-C de la celulosa para fibras con tratamiento alcalino. Para fibras con tratamiento silano se observa un corrimiento a 1154 cm<sup>-1</sup> que puede estar influenciado por la presencia del enlace Si-O-Si de la red de polisiloxanos que reacciona con la superficie de las fibras formando enlaces covalentes estables (Cho et al., 2014; Muñoz, Hidalgo, & Mina, 2014) Además, la banda en 1029 cm<sup>-1</sup> correspondiente al enlace CO de la celulosa presenta corrimiento a 1024 cm<sup>-1</sup> que puede estar igualmente relacionado con la presencia del Si(OH)<sub>4</sub> del grupo silanol que aparece normalmente a 945 cm<sup>-1</sup>, la presencia de esta nueva banda implica un interacción entre los dos grupos mencionados.

**7.1.2. Determinación de humedad, cenizas, contenido de lignina, hemicelulosa y celulosa en las fibras de piña.** Los resultados obtenidos para la composición química de las fibras se observan a continuación en la *tabla 3*, obteniendo el promedio y desviación estándar para cada tipo de fibra estudiada (Abdel-Halim, 2014).

Tabla 3. *Composición química de fibras de piña sin tratamiento, con tratamiento alcalino y con tratamiento de silano.*

Muestra	% Humedad	% Cenizas	% Lignina	% Hemicelulosa	% Celulosa
<b>Fibra Virgen</b>	8,09 ± 0,36	1,43 ± 0,22	17 ± 2,22	10,89 ± 0,72	62,18 ± 0,88
<b>Fibra NaOH</b>	7,18 ± 0,56	1,75 ± 0,50	9 ± 2,01	12 ± 1,07	68 ± 1,04
<b>Fibra Silano</b>	5 ± 1,15	1,16 ± 0,12	11 ± 3,51	6 ± 1,92	75 ± 1,67

Los resultados obtenidos están sujetos a errores de medición debido al manejo de bajas cantidades de muestra para la determinación, además, dentro del valor obtenido para el contenido de celulosa mostrado en la tabla, posiblemente se encuentran peptinas, clorofila y demás componentes vegetales que pueden estar presentes en las fibras y que no se determinaron de forma individual. Aun así, se observa que el contenido de lignina era mayor para la fibra sin tratamiento en comparación con las fibras tratadas. Igualmente, los valores obtenidos en este trabajo se encuentran dentro del rango de valores reportados por Asim et al (2015), donde el contenido de celulosa en fibras de piña oscila entre un 85-67% y el contenido de lignina entre un 14-4%. Las fibras de hojas de piña presentan mayor contenido de celulosa comparadas con otras fibras naturales como fibras de palma de aceite, de plátano y coco, lo que las hace resistentes al peso que soportan del fruto (Khalil, Alwani, & Mohd Omar, 2006).

## **7.2. Caracterización química, morfológica y térmica de biocompositos preparados por métodos de soporte físicos.**

**7.2.1. Caracterización química de compositos por espectroscopia infrarroja.** Tanto los compositos preparados con tratamiento alcalino como los preparados con tratamiento de silano fueron evaluados por espectroscopia infrarroja con el fin de observar señales características del líquido iónico [BMIM][BF<sub>4</sub>] y de los grupos funcionales amino dependiendo de la alcanolamina empleada.

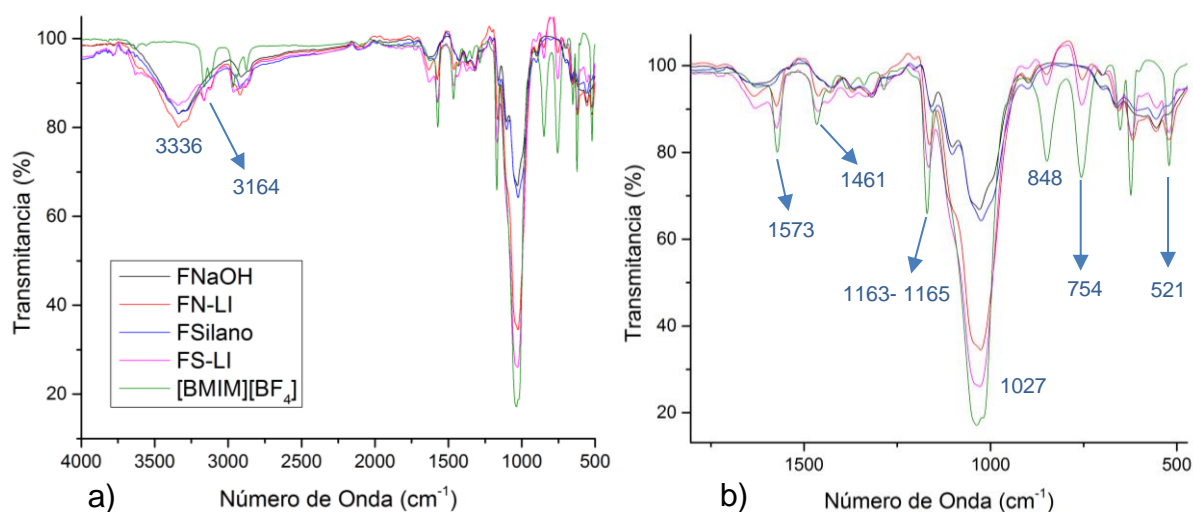


Figura 12. a) Espectros infrarrojo de compositos preparados con el líquido iónico [BMIM][BF<sub>4</sub>]. b) Espectro ampliado de compositos con líquido iónico.

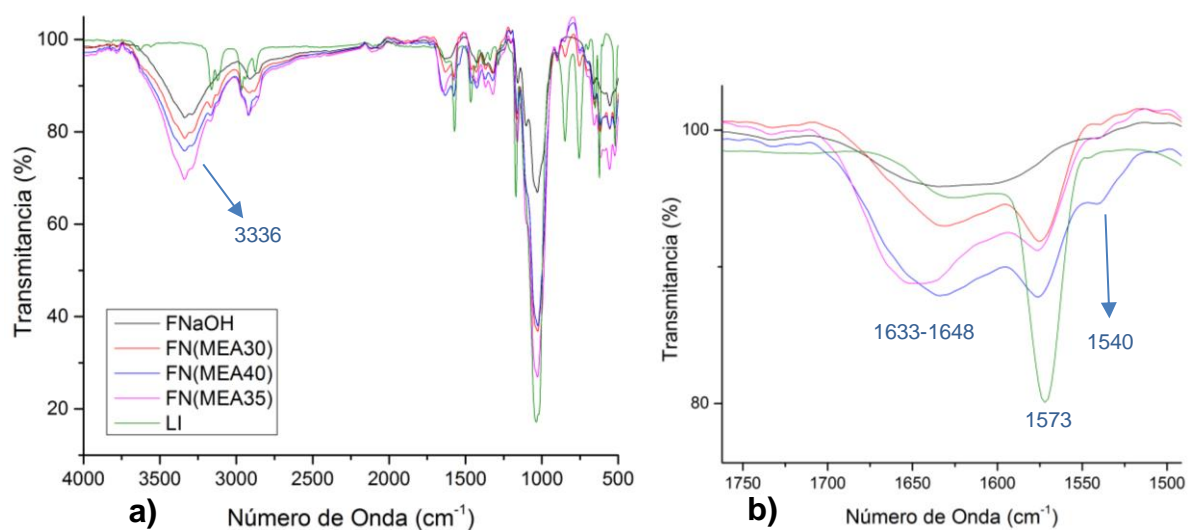
La figura 12a muestra los espectros infrarrojos de los compositos preparados sólo con el líquido iónico [BMIM][BF<sub>4</sub>], en ellos se observan tanto señales típicas de la celulosa como señales típicas del líquido iónico. La comparación que se obtiene con las fibras con y sin líquido iónico, permite verificar la presencia del mismo en los compositos. A diferencia de las fibras sin líquido iónico, se observa en los compositos una señal en 3164 cm<sup>-1</sup> correspondiente a la formación de la sal de amina cuaternaria con el BF<sub>4</sub> (Dharaskar, Wasewar, Varma, Shende, & Yoo, 2016), las señales en 2964 cm<sup>-1</sup> correspondientes al enlace

CH del anillo del líquido iónico y señales características del anillo imidazol en 1573 cm<sup>-1</sup> (Heimer, Del Sesto, Meng, Wilkes, & Carper, 2006). Además, el aumento en la intensidad de la banda típica del enlace CO de la celulosa en 1027 cm<sup>-1</sup> en los compositos por la superposición de la banda característica de deformación del anillo imidazol en la misma región del espectro como se observa en la *figura 12b* puede confirmar la presencia del [BMIM][BF<sub>4</sub>] (Heimer et al., 2006).

La banda ubicada en 1163 cm<sup>-1</sup> para fibras con tratamiento alcalino, puede indicar una interacción muy débil dada por puentes de hidrógeno entre los H activos de los carbonos C2, C4 y C5 del anillo imidazol, con los OH (principalmente (O6)H) de la celulosa según es reportado por Yuling Zhao, Liu, Wang, & Zhang, (2012), pero esta interacción se ve opacada por la cadena de cuatro carbonos unida al anillo imidazol, pues su longitud tiene un efecto limitante sobre la movilidad del catión, impidiendo la formación de los enlaces puente de hidrógeno (C-H···O) tal como establece Rabideau, Agarwal, & Ismail, (2014). Además, el tratamiento con NaOH tiene la capacidad de cationizar la fibra, por lo que se generarían interacciones repulsivas entre el catión imidazol y la superficie de la celulosa, por lo tanto, son las interacciones electrostáticas las que priman entre el catión del LI y la cadena de celulosa (Pinkert, Marsh, Pang, & Staiger, 2009).

Por otro lado, se ha reportado que la principal interacción que ocurre entre el LI y la celulosa se obtiene por enlaces puente de hidrógeno entre el anión BF<sub>4</sub><sup>-</sup> y los OH de la celulosa, principalmente con los oxígenos O2, O3 y O6 según establecen Yuling Zhao et al., (2012) y Rabideau & Ismail, (2015). Esta interacción es confirmada por la presencia de las bandas típicas del anión BF<sub>4</sub><sup>-</sup> en 754 y 521 cm<sup>-1</sup> en los compositos.

Para las fibras con silano, puede establecerse que la banda en 1165 cm<sup>-1</sup> se genera por la interacción electrostática del catión del LI con los grupos silanol de la superficie, formando una bicapa electrónica débil como es reportado por Han & Row, (2010), esto puede promover a otras interacciones repulsivas e hidrófobas con diferentes compuestos que entren en contacto con la superficie del material. Finalmente, en 617 y 620 cm<sup>-1</sup> para la fibra FN-LI y FS-LI respectivamente, se observa una pequeña banda que puede ser asignada a la interacción de la flexión de anillo del [BMIM][BF<sub>4</sub>] con la matriz de celulosa en sus enlaces CO (Cho et al., 2014; Heimer et al., 2006; Poletto, Júnior, & Zattera, 2014). El apéndice A muestra la asignación de todas las señales en el espectro.



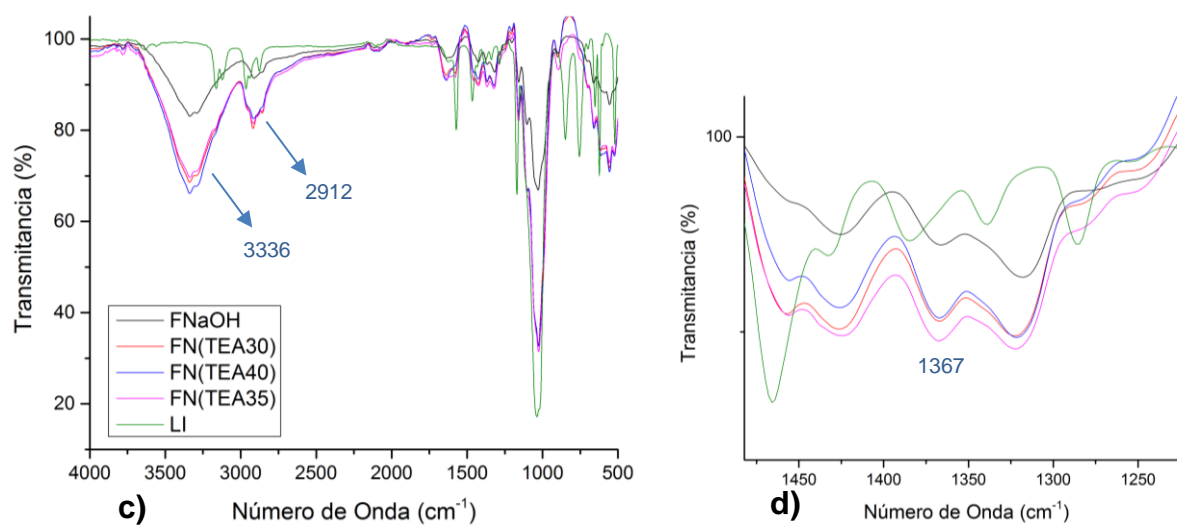


Figura 13. Espectros infrarrojos de compositos preparados con tratamiento alcalino. a) Espectros infrarrojo de compositos con MEA. b) Espectro ampliado de compositos con MEA. c) Espectros infrarrojo de compositos TEA. d) Espectro ampliado de compositos con TEA.

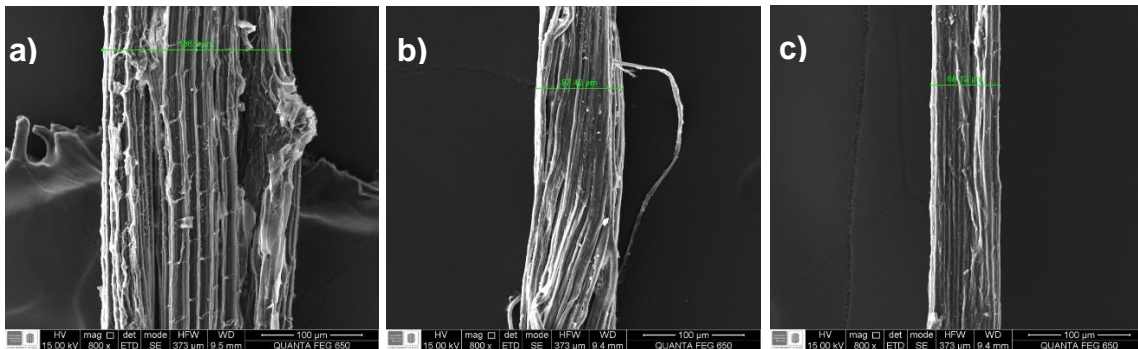
Se estudió la composición química por espectroscopia infrarroja de aquellos compositos preparados con alcanolaminas, teniendo en cuenta el tratamiento superficial al cual fueron sometidos. La *figura 13* muestra los espectros infrarrojos de las fibras con tratamiento alcalino y mezclas de líquido iónico- alcanolaminas. En ellos se puede confirmar la presencia del líquido iónico por medio de las señales típicas de la interacción con el anión  $\text{BF}_4^-$  y las bandas que evidencian la presencia del anillo imidazol como se reporta en el apéndice B (Heimer et al., 2006; Poletto et al., 2014). Así mismo, el aumento de intensidad y corrimiento de la banda entre  $1633\text{-}1648\text{ cm}^{-1}$  se genera por la presencia de la señal de aminas por el enlace  $\text{CH}_2\text{-NH}_2$  y el movimiento de tijera del enlace  $\text{H-N-H}$  en la misma región para los biocompositos hechos con MEA (Jackson, Robinson, Puxty, & Attalla, 2009) y la banda que puede atribuirse a aminas terciarias en  $1367\text{ cm}^{-1}$  por la deformación asimétrica  $\text{CH(N-CH}_2\text{)}$  confirmando la presencia de TEA en los compositos (Jackson et al., 2009).

El aumento de intensidad de la banda OH en 3336 cm<sup>-1</sup> también puede hacer referencia a la presencia de TEA que aporta más grupos hidroxilo al composito. De igual forma, el aumento en la intensidad de la banda cerca de 2900 cm<sup>-1</sup> en estos compositos, indica la presencia de la amina con la matriz, pues en esa región del espectro aparecen señales del estiramiento del CH<sub>2</sub> presente en la trietanolamina. Además, para el composito con mayor cantidad de MEA se observa otra pequeña señal en 1540 cm<sup>-1</sup> que confirma la presencia de grupos amino.

Los compositos con tratamiento de silano fueron evaluados mediante la misma técnica espectroscópica. En los espectros se observan las mismas bandas y señales características del líquido iónico y alcanolaminas tal y como se muestran para los compositos preparados con tratamiento alcalino. Los espectros y tablas de asignación de señales correspondientes a estos compositos se muestran en los apéndices C y D. Es importante aclarar que en estos materiales también se observan señales que evidencian la presencia de grupos silanoles como se presentó previamente en la *figura 11* y que dichas señales no son opacadas por aquellas correspondientes al [BMIM][BF<sub>4</sub>], MEA o TEA. Así que, para estos compositos se confirma igualmente la presencia de los grupos amino y la interacción del líquido iónico gracias a su anión y aumento de intensidad de las señales típicas dadas por el catión de este compuesto.

**7.2.2. Caracterización morfológica de compositos por microscopía electrónica de barrido de emisión de campo (FESEM).** Las imágenes obtenidas con electrones secundarios por microscopía electrónica de barrido permiten observar la estructura y morfología de las fibras previas a tratamientos, fibras modificadas, así como cada uno de los

biocompositos preparados y la variación de su morfología cuando la fibra entra en contacto con las mezclas LI-alcanolaminas.



*Figura 14.* Imágenes FESEM de fibras de piña. a) Fibra sin tratamiento. b) Fibra tratada con NaOH. c) Fibra tratada con Silano.

Inicialmente, se observa para las fibras sin tratamiento una estructura sólida unida posiblemente por lignina y hemicelulosa que actúan como cemento entre las fibras. Para las fibras con tratamientos superficiales se observa una estructura microfibrilada que tiene relación con la remoción de lignina y hemicelulosa, pues estas sustancias proveen una estructura más firme a la fibra (*figura 14*) (Bernard et al., 2016). Además, se observa la disminución del diámetro de la fibra. Para una fibra de piña sin tratamiento, el diámetro es de 186,9  $\mu\text{m}$ . A diferencia de esto, las fibras con tratamiento alcalino y tratamiento de silano presentan un diámetro de 87,42  $\mu\text{m}$  y 68,12  $\mu\text{m}$  respectivamente. Lo que evidencia que el tratamiento alcalino remueve efectivamente aquellas sustancias que proveen una estructura firme a las fibras de piña, dejando libre microfibrillas de celulosa y disminuyendo igualmente su espesor (Rodríguez Sepúlveda, 2014).

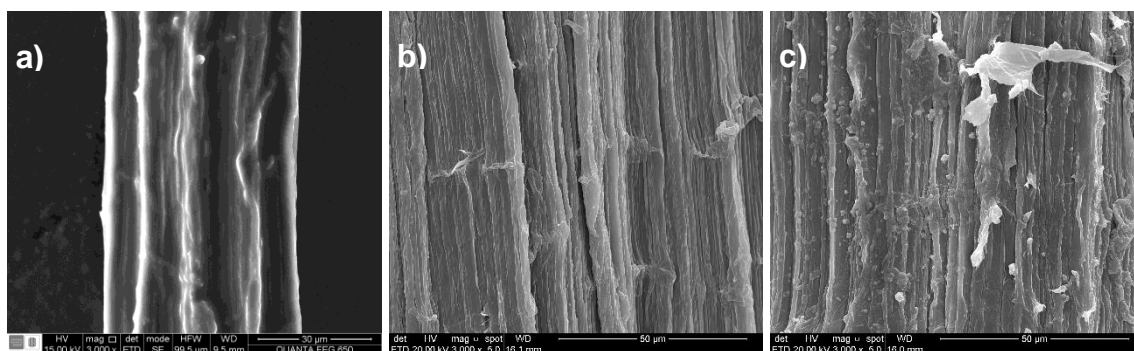


Figura 15. Imágenes FESEM de biocompositos tratados con NaOH. a) FN-LI, b) FN(MEA35), c) FN(TEA35).

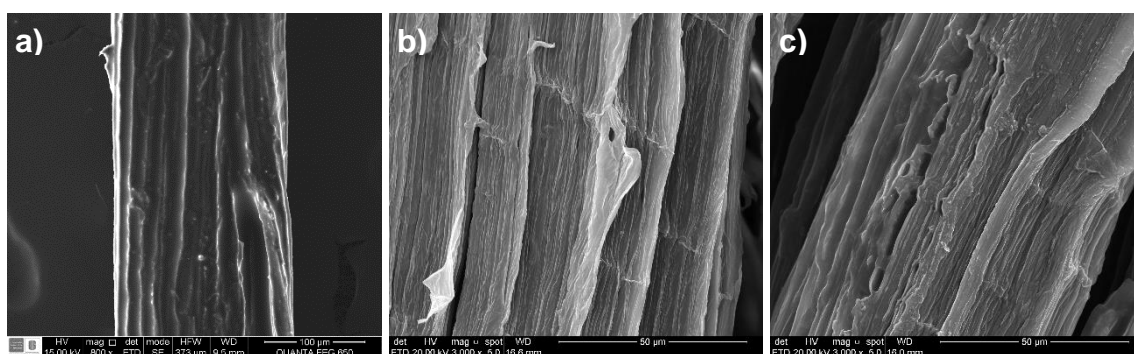


Figura 16. Imágenes FESEM de biocompositos tratados con Silano. a) FS-LI, b) FS(MEA35), c) FS(TEA35).

Las figuras 15 y 16 muestran los compositos formados con el líquido iónico y con mezclas de LI-MEA y LI-TEA según la tercera relación de mezcla (Tabla 2). Para todas las imágenes se observa una superficie más lisa, que está relacionada con el recubrimiento que hacen las mezclas y líquido iónico sobre las fibras. Así mismo es posible observar para algunos compositos como el FN(TEA35), pequeñas partículas que pueden constituir parte de la mezcla con trietanolamina y [BMIM][BF<sub>4</sub>] que se posa sobre las fibras, al ser una mezcla conformada por líquidos de mayor viscosidad y baja volatilidad. El recubrimiento que se

observa en las fibras tiene efectos sobre la porosidad del material, la capa de líquido o mezclas que recubre la superficie de ellas, disminuye el área superficial y por lo tanto la porosidad del material, lo que puede influenciar la capacidad de los compositos para absorber gases como CO<sub>2</sub>.

**7.2.3. Caracterización de compositos por difracción de rayos X (DRX): Estudio de la cristalinidad.** Se determinó la cristalinidad de las fibras de celulosa sin tratamiento, modificadas y de los compositos por medio del método de Segal, Creely, Martin, & Conrad, (1959), utilizando las siguientes ecuaciones:

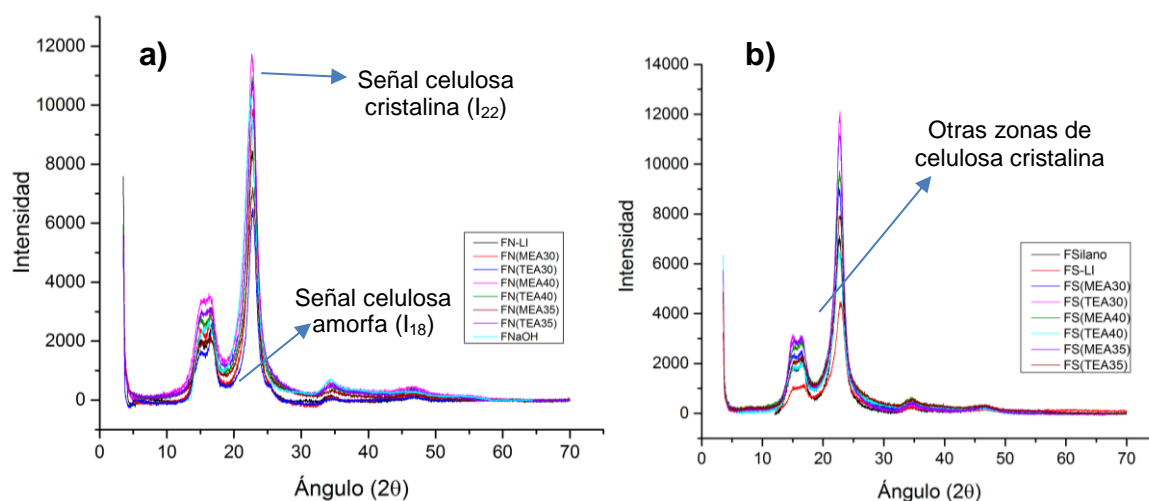
$$\%Cr = \frac{I_{22}}{I_{22} + I_{18}} * 100 \quad (4)$$

$$I. C. = \frac{I_{22} - I_{18}}{I_{22}} \quad (5)$$

Donde  $I_{22}$  es el valor de la intensidad de la señal de celulosa cristalina e  $I_{18}$  corresponde al valor de intensidad de la zona amorfa. Estos valores se muestran en la tabla 4.

En la *figura 17* se encuentran los patrones de difracción de los compositos con tratamiento alcalino y de silano. En ellos se observan las señales correspondientes a la región cristalina y la región amorfa de la celulosa. Además, pueden identificarse diferentes zonas cristalinas dadas por otros picos en el difractograma, como las regiones entre 14,5°-15,3° 2 $\theta$  y 15,7°-16,30 2 $\theta$  (Poletto et al., 2014), estas regiones no son estudiadas por el método de Segal et al

(1959). La relación entre la señal cristalina y la señal amorfa permitió obtener los valores de cristalinidad e índices de cristalinidad presentados en la tabla 4 (Dourado, Gama, Chibowski, & Mota, 1998). Para todos los materiales se obtuvo una cristalinidad superior a 80%, lo que indica que el contenido de celulosa cristalina es mayor que la amorfa. El valor más alto del índice de cristalinidad fue 0,95 correspondiente a la muestra FN(MEA30), lo que permite establecer, que estas fibras presentan una estructura más ordenada y rígida, pues la rigidez de un material aumenta de acuerdo a la relación de celulosa cristalina y amorfa que presente (Poletto et al., 2014).



*Figura 17.* Patrón de difracción de biocompositos a) Compositos con tratamiento alcalino. b) Compositos con tratamiento de silano.

El apéndice E muestra los patrones de difracción de las fibras tratadas en comparación con las fibras de pinya de partida, donde se observa un aumento en las propiedades cristalinas luego de la remoción de lignina y hemicelulosa, que hacen parte de los componentes amorfos de las fibras naturales. Dichos resultados de cristalinidad obtenidos se muestran en la tabla 4.

Tabla 4. Porcentaje de cristalinidad e índice de cristalinidad para todos los materiales preparados.

Muestra	I <sub>22</sub> (escala 2θ)	I <sub>18</sub> (escala 2θ)	%Cr	I.C.
<b>FV</b>	3710,83	481,61	88,51%	0,87
<b>FNaOH</b>	10352,19	1010,37	91,11%	0,90
<b>FN-LI</b>	8333,094	576,75	93,53%	0,93
<b>FN(MEA30)</b>	9643,49	446,53	95,57%	0,95
<b>FN(TEA30)</b>	6458	447,14	93,52%	0,93
<b>FN(MEA40)</b>	11698	1253,22	90,32%	0,89
<b>FN(TEA40)</b>	10985	974,94	91,85%	0,91
<b>FN(MEA35)</b>	7213,43	848,34	89,48%	0,88
<b>FN(TEA35)</b>	10841,43	1165,84	90,29%	0,89
<b>Fsilano</b>	7140,65	620,89	92,00%	0,91
<b>FS-LI</b>	4466,81	519,79	89,58%	0,88
<b>FS(MEA30)</b>	8798,69	758,15	92,07%	0,91
<b>FS(TEA30)</b>	11898,59	849,86	93,33%	0,93
<b>FS(MEA40)</b>	9732,65	1170,72	89,26%	0,88
<b>FS(TEA40)</b>	6511,18	968,63	87,05%	0,85
<b>FS(MEA35)</b>	11217,68	1099,51	91,07%	0,90
<b>FS(TEA35)</b>	7920,22	1136,6	87,45%	0,86

En general, los compositos preparados con tratamiento alcalino presentan mayores índices y porcentajes de cristalinidad que aquellos preparados con tratamiento de silano, esto indica que efectivamente con NaOH 5% se remueven los componentes amorfos del material y que posiblemente las redes de siloxanos aumenten las regiones amorfas en las fibras. Aunque algunos autores como Xu, Shi, & Wang, (2013), consideran que el método de Segal et al. (1959) no es del todo fiable para determinar la relación de cantidad de materia amorfa y cristalina en las fibras, pues no considera todas las zonas de celulosa cristalina que se pueden obtener en los difractogramas, sirve como método comparativo respecto a otros materiales. En este caso, los biocompositos preparados con fibras de hojas de piña presentan mejores propiedades cristalinas que fibras de sisal tratadas igualmente con NaOH 5% y fibras modificadas con peróxido como lo reporta Kaushik, Kumar, & Kalia, (2012). Igualmente, es

posible decir que tanto el líquido iónico como las alcanolaminas adicionadas a los compositos promueven la remoción del material amorfo en las fibras, por lo que se presentan un mayor porcentaje de cristalinidad.

#### **7.2.4. Caracterización térmica de compositos por análisis termogravimétrico TGA.**

La *figura 18* muestra los termogramas obtenidos para los compositos preparados con tratamiento alcalino y silano. Para los dos tipos de tratamientos, los termogramas presentan comportamientos similares. En ellos se observan las diferentes etapas de degradación que sufren los materiales en un rango de temperatura de 0 a 800 °C, donde la mayor pérdida de masa ocurre entre 210-380 °C por la degradación del material lignocelulósico, debido a que los compositos están constituidos principalmente por una matriz biodegradable como las fibras de hojas de piña.

En los apéndices F y G se observan las etapas de degradación de los compositos con los rangos de temperatura y la pérdida de masa correspondiente. Para todos los materiales se obtuvieron cuatro etapas de degradación. La primera etapa es atribuida a la pérdida de agua en las fibras por la absorción de humedad en un rango de 40-120 °C, para todas las muestras esta etapa corresponde a la pérdida de 2 a 6 % del peso original.

Para las fibras sin tratamiento, la siguiente etapa de degradación corresponde al inicio de la depolimerización del enlace glucosídico de los componentes como celulosa, lignina y hemicelulosa, por ello, corresponde a la mayor pérdida de masa como registra el termograma. En este rango también es catalogada la degradación de los extractivos como ceras residuales, azúcares, almidones, peptinas y clorofila que están presentes y que no logran ser removidos

con la extracción manual de las fibras (Rodríguez Sepúlveda, 2014). La degradación de hemicelulosa se da alrededor de 300 °C, lo que establece la tercera etapa de degradación en las fibras sin tratamiento (Poletto et al., 2014). Posteriormente, la cuarta etapa se asigna a la degradación de celulosa que inicia por encima de 350 °C y finalmente a lignina, cuya degradación se da en un rango más amplio de temperatura (250-900 °C) (Poletto et al., 2014; Rodríguez Sepúlveda, 2014; M. M. Kabir et al., 2013)

El orden en que ocurre la degradación de hemicelulosa, lignina y celulosa obedece a la estructura química que presentan. La hemicelulosa es fácilmente hidrolizada debido a su estructura amorfa. La lignina, por el contrario, está compuesta por tres unidades de benceno-propano que le otorgan un peso molecular más alto, por lo tanto, la lignina tiene una alta estabilidad térmica que la hace difícil de descomponer. Y la celulosa es un polímero largo y ordenado de unidades de glucosa, considerada como la parte cristalina de las fibras naturales que mejora la estabilidad térmica del material (Poletto et al., 2014).

Las etapas de descomposición para las fibras sólo con tratamiento alcalino y de silano varían un poco. En este caso se observa que la etapa de degradación mayormente asignada a hemicelulosa y extractivos desaparece, quedando entonces tres etapas de degradación en total, atribuidas a la absorción de agua, el inicio del rompimiento de los enlaces glucosídicos de la celulosa, y finalmente a restos de lignina y la descomposición final de la celulosa (Muñoz et al., 2014).

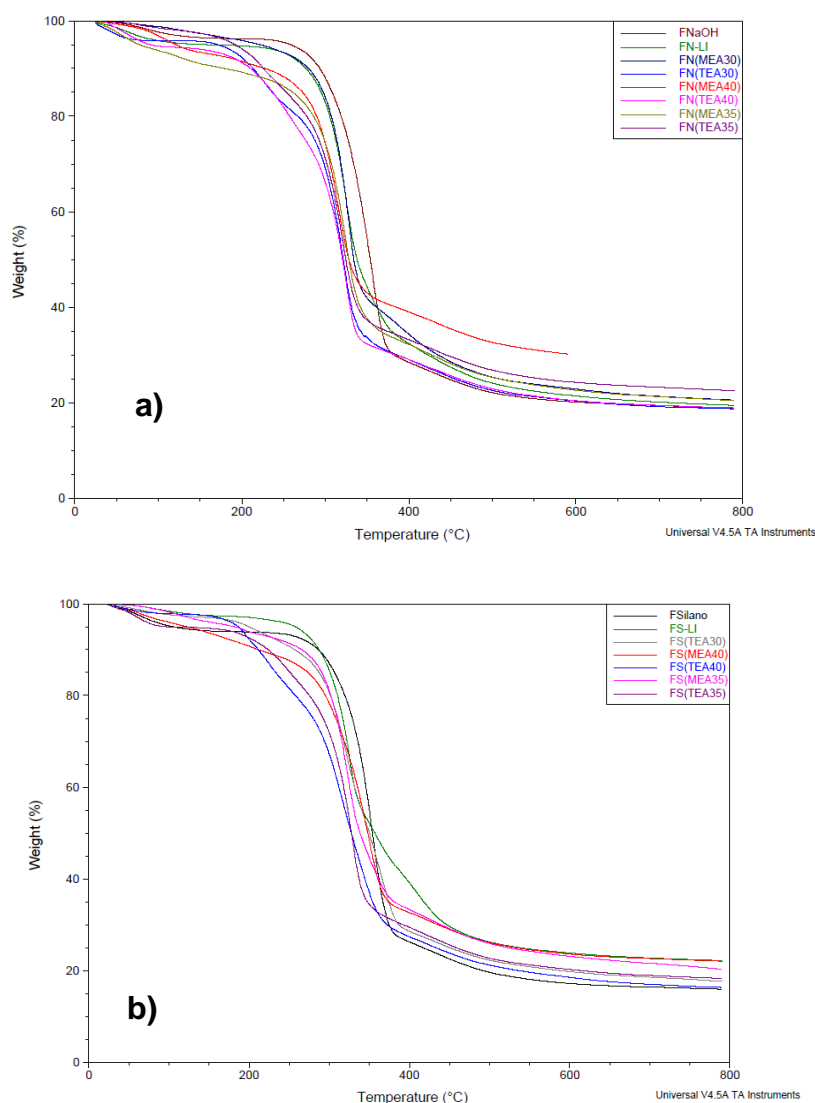


Figura 18. Termogramas de compositos. a) Compositos con tratamiento alcalino.

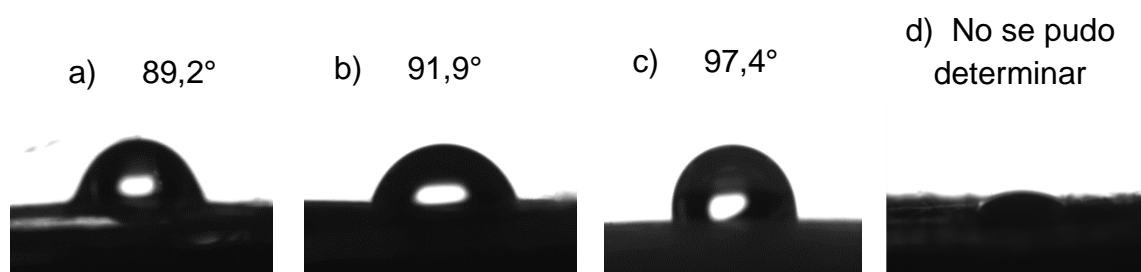
b) Compositos con tratamiento de silano.

Por otro lado, todos los compositos preparados con alcanolaminas presentan una etapa de degradación previa a la degradación de la matriz. Según lo reportado por Ilican & Caglar, (2008), la monoetanolamina se descompone en un rango de 175 a 300 °C. De Ávila, Logli, & Matos, (2015) establecieron una temperatura máxima de degradación de MEA en 142 °C y entre 178 y 325 °C para la descomposición de la TEA. Por lo anterior, la etapa de

degradación dada alrededor de 140-265°C se asigna a la descomposición de las aminas presentes en los compositos. Además, se observó que el porcentaje de pérdida de masa para compositos hechos con MEA fue menor en comparación con los compositos con TEA. Esto puede darse por la pérdida de monoetanolamina gracias a su naturaleza volátil (Yang et al., 2014), en diversos procesos experimentales o en su tratamiento a vacío como se requiere previo a los ensayos de captura de dióxido de carbono. Finalmente, la degradación del líquido iónico a causa del catión imidazol ocurre a temperaturas superiores a 200 °C como lo reporta Fernández et al. (2014), por lo tanto, la cuarta etapa de degradación observada en los biocompositos corresponde a la pérdida del líquido iónico que permanece en la matriz de celulosa y de igual forma esto explica el aumento de pérdida de masa para los compositos en esta etapa donde comúnmente finaliza la degradación de la celulosa.

#### 7.2.5. Caracterización superficial de compositos por análisis de ángulo de contacto.

La *figura 19* muestra los resultados de las medidas de ángulo de contacto para las fibras sin tratamiento y con tratamiento. No fue posible determinar el ángulo de contacto de las fibras impregnadas con líquido iónico o alcanolaminas, pues la gota de agua fue absorbida inmediatamente por el material impidiendo así la determinación de la misma.



*Figura 19.* Imágenes de la medida de ángulo de contacto. a) Fibra sin tratamiento. b) Fibra con tratamiento alcalino. c) Fibra con tratamiento de silano. d) FN(MEA40).

Las fibras de piña sin tratamiento, mostraron un ángulo de contacto de 89,2°, similar a las fibras de bambú (87,7°) (Fuentes et al., 2011), por debajo de fibras como las de plátano (Rodríguez Sepúlveda, 2014) y mayor a las de fique (Muñoz et al., 2014). Estas fibras se considera que poseen un alto carácter hidrofílico debido a la polaridad de componentes como lignina y hemicelulosa que con su estructura, aportan mayor cantidad de grupos OH incrementando su afinidad por el agua (Gañán & Mondragon, 2002).

Las fibras con tratamiento alcalino y tratamiento de silano presentaron un ángulo de contacto de 91,9° y 97,4°, respectivamente. Estas fibras pueden ser consideradas como materiales con tendencia hidrofóbica ya que un material se considera mayormente hidrofóbico cuando el ángulo de contacto es mayor a 90° (Rodríguez Sepúlveda, 2014; Poletto et al., 2014). Lo anterior indica que los tratamientos superficiales aplicados a las fibras reducen la polaridad del material al remover la lignina y reducir sitios activos de interacción con las moléculas de agua para el caso de las fibras tratadas con NaOH (Rodríguez Sepúlveda, 2014; Gañán & Mondragon, 2002). Para las fibras con silano, puede explicarse la reducción de grupos OH libres en la celulosa por la formación de nuevos enlaces con los grupos silanol como se ha mencionado previamente, además la cadena carbonada que se enlaza por medio del Si (Figura 7, sección 6.2.2) disminuye la polaridad del material, aumentando su carácter hidrofóbico y por consiguiente reduciendo su afinidad por el agua (Muñoz et al., 2014; Rodríguez Sepúlveda, 2014).

Los compositos preparados contienen líquido iónico [BMIM][BF<sub>4</sub>] y alcanolaminas, lo cual incrementa la polaridad del material y promueve su favorable interacción con moléculas de agua. La hidrofiliidad de los materiales explica por qué no fue posible determinar el

ángulo de contacto e igualmente indica que todos los compositos preparados presentan una alta humectabilidad y polaridad.

### 7.3. Caracterización química, morfológica y térmica de biocompositos preparados por métodos de soporte químicos.

#### 7.3.1. Determinación de grupos ácidos en las fibras tratadas con anhídrido maleico.

Se determinó la cantidad de grupos ácidos en las fibras de piña sin tratar, tratadas con NaOH y con anhídrido maleico. Los resultados de la tabla 5 permiten verificar que el tratamiento superficial con anhídrido maleico efectivamente incrementó los sitios ácido activos en las fibras para su interacción con el líquido iónico como se plantea en la figura 8 en la sección 6.5.1.

Tabla 5. *Cuantificación de grupos ácido para fibras sin tratamiento, fibras con tratamiento alcalino y fibras con tratamiento de anhídrido maleico.*

Muestra	Grupos ácidos (número de equivalentes por gramo promedio)	Grupos ácidos (mg/g)
<b>Fibra sin tratamiento</b>	$1,41 \times 10^{-3} \pm 1,27 \times 10^{-4}$	$122 \pm 9,05$
<b>Fibra NaOH</b>	$2,17 \times 10^{-3} \pm 4,24 \times 10^{-5}$	$176 \pm 3,04$
<b>Fibra AM</b>	$2,58 \times 10^{-3} \pm 4,03 \times 10^{-4}$	$207 \pm 30,75$

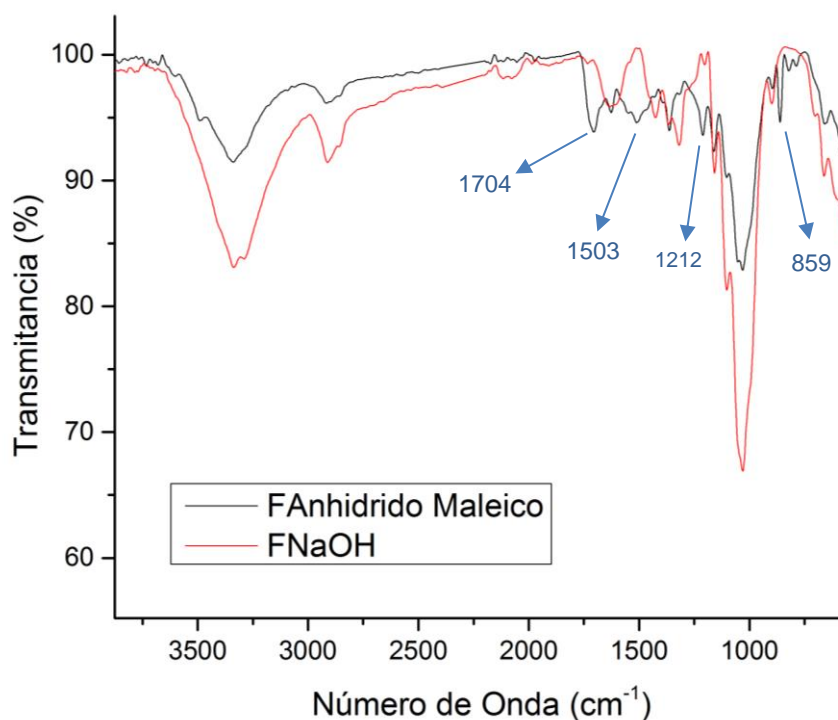
A partir de los resultados se puede establecer que los tratamientos superficiales incrementan los sitios ácidos activos en las fibras. Principalmente, se observa que las fibras modificadas con anhídrido maleico tienen una mayor cantidad de grupos ácido como se esperaba y por lo tanto mejoran el soporte químico del líquido iónico. Las fibras con

tratamiento alcalino también presentaron un incremento en los grupos ácidos respecto a las fibras sin tratamiento, esto puede darse por la remoción de componentes amorfos como lignina, hemicelulosa, peptinas, entre otros, que dejan de forma más expuesta los sitios activos de la cadena de celulosa.

Según el resultado obtenido en la tabla 5 y la relación 1:1 de grupos ácidos y líquido iónico, se determinó que la cantidad máxima de líquido iónico que se puede inmovilizar en la matriz es 0,45 g por gramo de fibra con anhídrido maleico.

**7.3.2. Caracterización química de composites por espectroscopia infrarroja.** El análisis del espectro infrarrojo de las fibras con anhídrido maleico permitió verificar la modificación en la estructura de la celulosa por la presencia de los grupos ácidos cuantificados anteriormente. En la *figura 20* se encuentran los espectros de las fibras antes y después del tratamiento; en donde se puede observar la aparición de cuatro bandas específicas para fibras con anhídrido maleico en relación a las fibras con tratamiento alcalino. La primera banda ubicada en  $1704\text{ cm}^{-1}$  corresponde al estiramiento simétrico del enlace C=O de los grupos COOH y éster generados por la modificación superficial de la celulosa (Bernard et al., 2016; Vieira et al., 2014). Así mismo, la banda en  $1503\text{ cm}^{-1}$  es asignada al enlace C=C del fragmento 1,4-dicarbonílico proveniente del anhídrido maleico como se muestra en el *figura 8* (sección 6.5.1). La banda en  $1212\text{ cm}^{-1}$  correspondiente al estiramiento del enlace C-O confirma la presencia del éster obtenido en la modificación (Barra, Crespo, Bertolino, Soldi, & Pires, 1999).

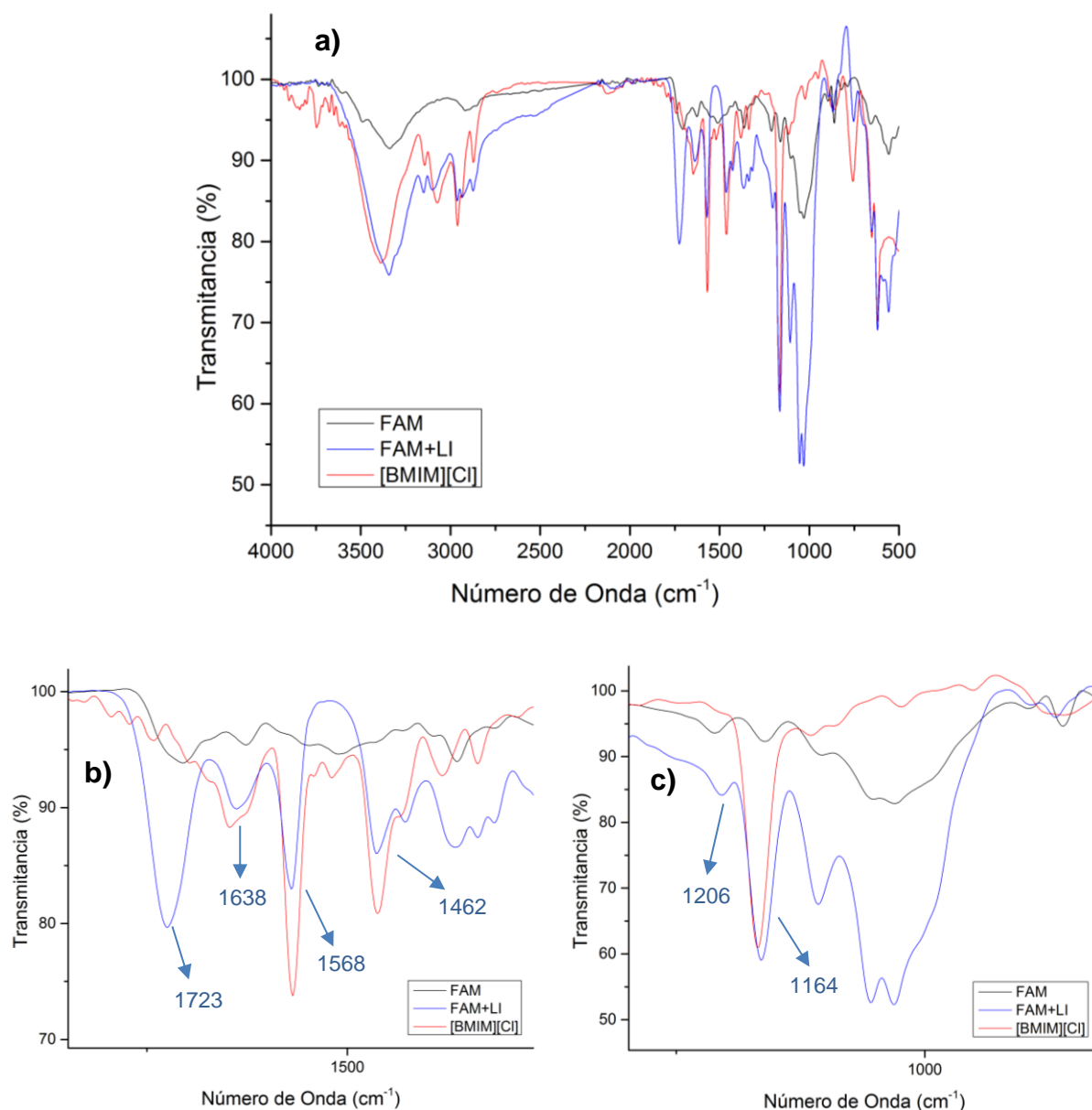
Finalmente, en 859 cm<sup>-1</sup> se identifica la banda típica de la presencia de ácidos carboxílicos. Además, la reducción de la banda correspondiente al OH en 3336 cm<sup>-1</sup> corrobora la disminución de la cantidad de estos grupos en la celulosa debido a la formación de enlaces tipo éster con el anhídrido maleico en la superficie de las fibras. Finalmente, la ausencia de bandas entre 1780 y 1850 cm<sup>-1</sup> indica que no hay anhídrido maleico sin reaccionar en el material según Vieira et al., (2014). Las demás bandas observadas en los espectros de la *figura 20* corresponden a señales típicas de la celulosa como se ha estudiado previamente y se encuentran tabuladas en el apéndice A.



*Figura 20.* Espectros de fibras con tratamiento alcalino y anhídrido maleico.

Posteriormente, se verificó la inmovilización del líquido iónico en las fibras modificadas. El espectro infrarrojo correspondiente se muestra en la *figura 21*, donde se observan las bandas mencionadas previamente como referentes de los grupos ácido en las fibras y otras

nuevas bandas indicando la interacción química prevista entre la matriz y el catión del líquido iónico. La asignación de señales correspondientes a los espectros de las *figuras 20 y 21* se muestra el apéndice H.



*Figura 21.* a) Espectros de fibras tratadas con anhídrido maleico y con [BMIM][Cl] soportado. b) y c) Ampliación de espectros de fibras con AM y LI.

Las imágenes ampliadas de la *figura 21* permiten comparar las bandas típicas de los ácidos carboxílicos presentes en las fibras con anhídrido maleico con las nuevas bandas obtenidas luego de la inmovilización del líquido iónico. Por un lado, las bandas ubicadas en 1723 y 1206 cm<sup>-1</sup> correspondientes al enlace tipo éster, siguen presentes en el composito confirmando la presencia del anhídrido, por otro lado, aparecen nuevas señales que sugieren la interacción iónica entre la matriz y el catión del líquido iónico. Estas señales son: en 1638 cm<sup>-1</sup> la señal correspondiente a la formación del grupo carboxilato característico de este tipo de compuestos iónicos como lo reporta Bernard et al., (2016), la cual verifica la interacción de la fibra con el [BMIM]<sup>+</sup>.

En 1568 cm<sup>-1</sup> se observa una banda que confirma la presencia del catión imidazol por el estiramiento del enlace CN. Se observa que la banda en 1164 cm<sup>-1</sup> tiene mayor intensidad respecto a la banda en 1160 cm<sup>-1</sup> de la celulosa modificada, lo que estaría relacionado con la superposición en esa misma región del espectro con la banda característica de la deformación de los CH del anillo imidazol en 1167 cm<sup>-1</sup> observado para [BMIM][Cl]. Además, la señal ubicada en 1462 cm<sup>-1</sup> perteneciente a los grupos CH<sub>3</sub> del líquido iónico, la banda en 650 cm<sup>-1</sup> relacionada con la vibración CH del enlace C=C del imidazolio y la banda que aparece en 620 cm<sup>-1</sup> correspondiente a la flexión del anillo, indican que el líquido iónico se encuentra presente en los compositos preparados por métodos de soporte químico.

Finalmente, se podría inferir que el aumento de intensidad y resolución de las bandas entre 3200 y 2800 cm<sup>-1</sup> se obtienen debido a la presencia del estiramiento simétrico del enlace CH alifático de los grupos metilo de la cadena carbonada enlazada al anillo imidazol, y el incremento en la intensidad de la banda en 3340 cm<sup>-1</sup> perteneciente a los grupos OH de la

celulosa junto con la formación de la amina cuaternaria según Dharaskar, Varma, Shende, Yoo, & Wasewar, (2013).

**7.3.3. Caracterización de compositos por difracción de rayos X (DRX): Estudio de la cristalinidad.** Se estudió la cristalinidad de los compositos preparados con tratamiento de AM, empleando el método de Segal et al., (1959), donde se utilizan las ecuaciones 4 y 5 (Sección 7.2.3). En este caso el valor de la escala  $2\theta$  para la zona de celulosa cristalina es 23 y para la zona de celulosa amorfa es 15 como se observa en la *figura 22*, esto se debe posiblemente al manejo de otra especie de fibras de piña en la preparación de los compositos, además, dicha señal puede variar según los componentes que contengan las fibras (Poletto et al., 2014). A partir de los datos de intensidad en estas zonas se obtuvo la tabla de resultados que se muestra a continuación:

Tabla 6. *Cristalinidad e índice de cristalinidad para compositos con tratamiento de anhídrido maleico.*

Muestra	I <sub>23</sub> (escala 20)	I <sub>15</sub> (escala 20)	%Cr	I.C.
FAM	11490,5	2826,37	80,26%	0,75
FAM+LI	13979,77	2168,19	86,57%	0,84

El porcentaje de cristalinidad obtenido para los compositos con [BMIM][Cl] es mayor que para las fibras tratadas sólo con AM, esto podría explicarse por la capacidad que tienen los líquidos iónicos, principalmente basados en el catión imidazolio, para disolver y separar biomasa o materiales lignocelulósicos, algunos, aún a temperatura ambiente (Reddy, 2015).

Por otro lado, se observó que los materiales preparados con tratamiento de anhídrido maleico y con anclaje químico del LI tienen menores índices y porcentajes de cristalinidad que aquellos preparados por métodos de soporte físico como se mostró previamente (Tabla 4). Lo que puede indicar que el enlace que se genera entre la celulosa y el anhídrido maleico proporciona zonas amorfas en el material, como también sucede con el tratamiento de silano. Entonces, puede establecerse que la cristalinidad de los composites incrementa cuando se tienen cadenas de celulosa libres, sin lignina, hemicelulosa, redes de siloxano o anhídrido maleico (Poletto et al., 2014).

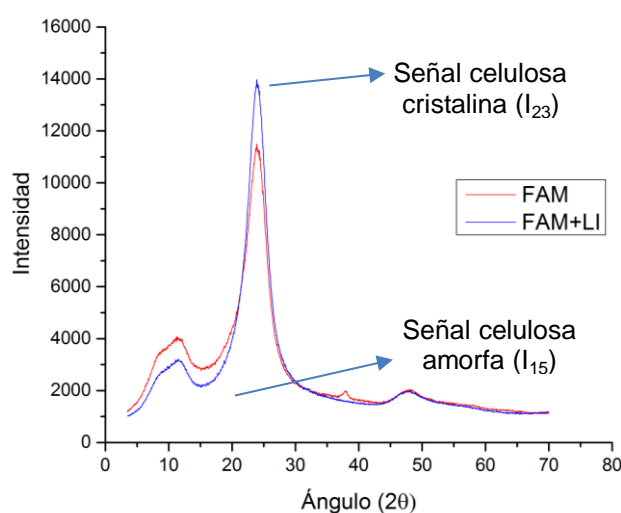
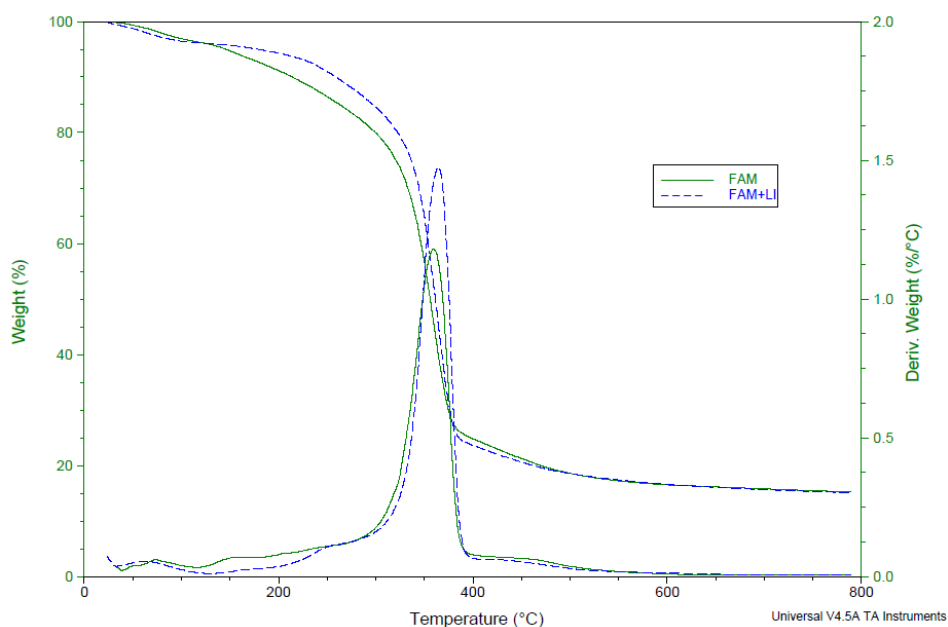


Figura 22. Patrón de difracción de fibras con AM y composites preparados con AM.

#### 7.3.4. Caracterización térmica de composites por análisis termogravimétrico TGA.

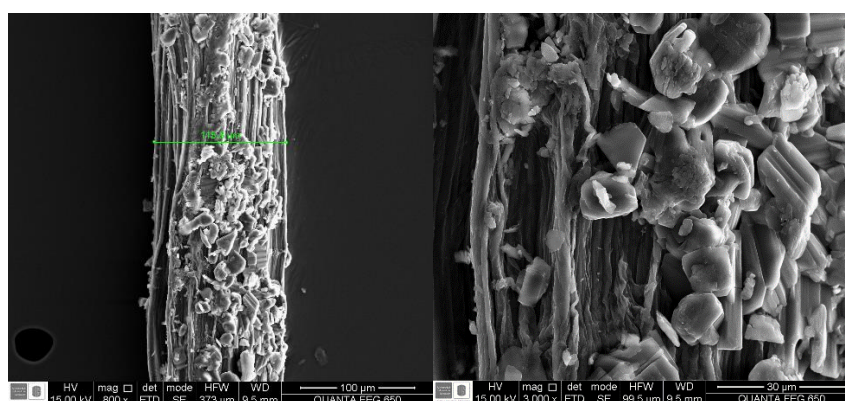
Se estudió el comportamiento de los materiales anclados químicamente frente a altas temperaturas (Figura 23). El análisis termogravimétrico permitió observar tres etapas de degradación para las fibras con y sin líquido iónico. La primera etapa se debe a la pérdida de masa (cerca del 3,3%) correspondiente a la desorción de agua, en la segunda etapa de

degradación se presentó la mayor pérdida de peso (por encima del 70%) en una temperatura máxima de degradación entre 360-364 °C, correspondiente al rompimiento del enlace glucosídico de la cadena de celulosa (Poletto et al., 2014). Es preciso notar que la degradación en esta etapa ocurre a temperaturas mayores con respecto a las fibras con tratamiento alcalino como se observa en el apéndice B. Esto se debe a la adición de los grupos ácido a la superficie de la celulosa, que hace más estable al material (Bernard et al., 2016). La tercera etapa de degradación (entre 396 y 500 °C) es asignada a la degradación final de la celulosa y parte del líquido iónico (Fernandez et al., 2014). Finalmente, se observa para las fibras tratadas con AM y líquido iónico un pequeño porcentaje de pérdida entre 200 y 300 °C (lo cual se aprecia más fácilmente en la curva de la derivada del peso con respecto a la temperatura en la *figura 23*, según Bernard et al., (2016), esto puede darse por la interacción anión-catión que ocurre en el compuesto FAM+LI.



*Figura 23.* Termogramas de fibras tratadas con anhídrido maleico y compositos a partir de fibras con anhídrido maleico y [BMIM][Cl].

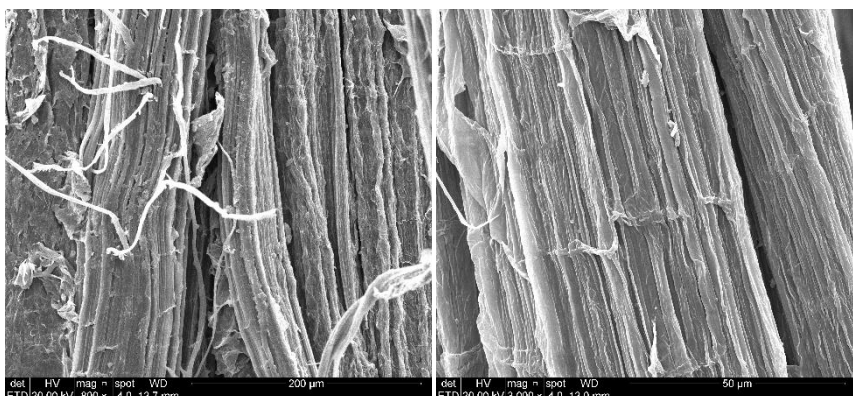
**7.3.5. Caracterización morfológica de composites por microscopía electrónica de barrido de emisión de campo (FESEM).** La morfología de las fibras luego del tratamiento con anhídrido maleico y posterior soporte del catión del líquido iónico se observó a través de FESEM. En la *figura 24* se observan las imágenes obtenidas para las fibras modificadas con anhídrido maleico.



*Figura 24.* Imágenes FESEM de fibras modificadas superficialmente con anhídrido maleico.

En las imágenes se observan pequeñas partículas sobre la superficie de las fibras. Estas pueden corresponder a anhídrido maleico que provee una superficie mayormente rugosa a las fibras como también sucede con otros tratamientos superficiales en fibras de yute como lo reporta Corrales et al., (2007). Además, se observan bajo dichas partículas las microfibrillas de celulosa que pueden apreciarse luego del tratamiento alcalino (Bernard et al., 2016; Rodríguez Sepúlveda, 2014). En este caso, la presencia de las partículas en la superficie puede estar relacionada con el incremento del diámetro de la fibra, de 87,42 µm en fibras con tratamiento alcalino a 115,8 µm en fibras con AM.

Los composites preparados por métodos de anclaje químico presentan una morfología superficial diferente a las fibras tratadas con AM, como se puede apreciar en la *figura 25*. En ellos se observa una menor cantidad de partículas sobre la superficie y una apariencia que no es completamente lisa, lo que sugiere que la interacción del líquido iónico y la matriz de celulosa modificada fue efectiva. En la *figura 25* se observan las imágenes FESEM de los composites preparados. Estos muestran una superficie es un poco más rugosa que la de las fibras sin tratamiento, aunque igualmente se logra observar algunas pequeñas partículas que podrían corresponder a excesos de anhídrido maleico que quedaron en las fibras (Corrales et al., 2007).



*Figura 25.* Imágenes FESEM para fibras con AM y líquido iónico [BMIM][Cl].

#### **7.4. Estabilidad química de los composites frente al agua.**

Como ensayo final, se determinó que tanta pérdida de líquido iónico sucede cuando se pasa un flujo de agua por los composites. Se estudió para los composites preparados por métodos físicos, la muestra FN(TEA40) que tiene el mayor contenido de TEA con tratamiento

alcalino. Así mismo, se estudió el composito FAM-LI con anclaje químico. Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 7.

Tabla 7. *Pérdida de peso de compositos frente al agua.*

Muestra	% Pérdida de peso			% Pérdida total
	1er Ciclo	2do Ciclo	3er Ciclo	
FN(TEA40)	36,5	6,8	2,4	45,7
FAM+LI	15,8	2,1	1,2	19,1

El porcentaje de pérdida de peso en los compositos implica mayoritariamente, pérdida de líquido iónico o mezclas en los mismos. Para compositos preparados con tratamiento alcalino y silano se esperaba que el flujo de agua removiera las mezclas de la matriz de celulosa, pues al no haber una interacción química fuerte entre la matriz y el líquido iónico o alcanolaminas, el agua puede promover a que se desplacen los componentes impregnados en las fibras. Por lo tanto, puede establecerse que la interacción principal observada para las mezclas y fibras con tratamiento alcalino y de silano es física, dada principalmente por atracciones electrostáticas. Además, el porcentaje de pérdida del 45% en peso del composito FN(TEA40) también puede relacionarse con la gran capacidad que tienen las fibras de celulosa para absorber humedad.

Respecto a los compositos preparados mediante anclaje, se observa un menor porcentaje de pérdida de peso con respecto a los compositos con NaOH y Silano. Estos compositos presentan en su totalidad un 30% de LI soportado según la relación 1:1 de grupos ácido y LI

como se mostró previamente. Por lo tanto, la pérdida total obtenida de 19% puede constituir tanto LI como humedad que las fibras puedan absorber. Esto implica que existen tanto interacciones físicas, como químicas entre el catión inmovilizado y la matriz de celulosa como es propuesto en la figura 8 y que, de igual modo, las interacciones químicas promueven a que el composito interactúe con el CO<sub>2</sub> en el proceso de sorción. Finalmente, es necesario decir que la estabilidad química frente al agua es mejor para compositos preparados por métodos químicos y que se puede verificar que la modificación con anhídrido maleico provee cierto tipo de interacciones iónicas entre la matriz y el catión del [BMIM][Cl] que no se alteran por la presencia de agua (Bernard et al., 2016; Torralba-Calleja, Skinner, & Gutiérrez-Tauste, 2013; Zhu et al., 2012).

## **7.5. Captura de dióxido de carbono para todos los compositos preparados.**

**7.5.1. Resultados de captura de dióxido de carbono por el método de decaimiento de presión.** Los resultados obtenidos en este ensayo se basan en el delta de presión del sistema una vez finalizado el proceso para cada muestra (Czichos, Saito, & Smith, 2011). Para realizar los cálculos respectivos, además de la variación de presión, es necesario conocer la densidad del material. En este ensayo, se empleó la densidad aparente de los materiales (Apéndice I), ya que se obtuvo un material poroso a partir de varias capas de fibras, y por medio de esta se puede calcular el volumen que ocupa la muestra dentro de la célula de medida (Mas, Mestres, & Puente, 1962).

Para conocer la cantidad final de gas en la muestra, se verificó el factor de compresibilidad que depende de la presión y la temperatura del gas. Este factor es un parámetro importante en cálculos termodinámicos, pues permite obtener expresiones para gases no ideales como CO<sub>2</sub>, mediante el ajuste de las ecuaciones de gases ideales (Ball, 2003). Así, el factor de compresibilidad Z está dado por la siguiente ecuación:

$$Z = \frac{PV}{nRT} \quad (6)$$

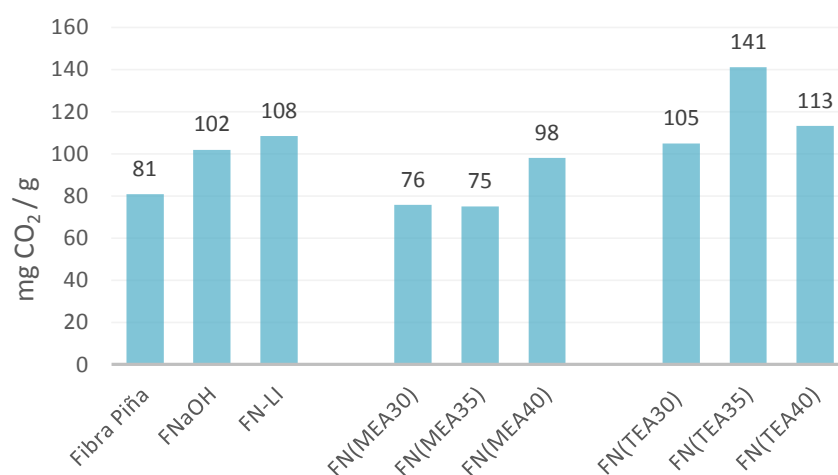
Donde, P es la presión del gas, V es el volumen, n las moles del gas, R la constante de los gases ideales, y T la temperatura del sistema (Wang, 2015). Conociendo este valor, se calcularon las moles de CO<sub>2</sub> iniciales en el primer compartimiento del sistema (*figura 9*), así como las moles finales del gas en el segundo compartimiento, donde se depositó la muestra. De esta forma, al restar el número de moles finales de CO<sub>2</sub> con el número de moles iniciales de CO<sub>2</sub>, se obtuvo el total de moles absorbidas por la muestra, según como se indica en las siguientes ecuaciones:

$$nCO_{2i} = \frac{P_i V_{ci}}{Z_i RT} \quad (7) \quad nCO_{2f} = \frac{P_f V_{cf}}{Z_f RT} \quad (8)$$

$$nCO_{2 \text{ en el composito}} = nCO_{2f} - nCO_{2i} \quad (9)$$

Los resultados de captura de CO<sub>2</sub> de los diferentes compositos preparados por inmovilización física se muestran en los gráficos de barras de las *figuras 26 y 27*. La *figura 23* muestra la cantidad de CO<sub>2</sub> capturado por los compositos con tratamiento alcalino, en

ellos se observa que la máxima capacidad de captura es 141 mg de CO<sub>2</sub> obtenida para el composito FN(TEA35), el cual fue preparado con una mezcla en proporción 35% TEA, 35% [BMIM][BF<sub>4</sub>] y 30% agua. En general, se observa que los compositos preparados con tratamiento alcalino y con mezcla de LI+TEA+H<sub>2</sub>O presentan mejor capacidad de captura de CO<sub>2</sub> que aquellos preparados con mezclas LI+MEA+H<sub>2</sub>O. Esto puede estar relacionado con la pérdida de monoetanolamina en debido a su naturaleza volátil, que afecta su desempeño en el proceso de captura (Yang et al., 2014). Además, los resultados previos obtenidos por el análisis TGA de los compositos confirman que la cantidad de MEA presente afecta directamente su capacidad de captura, pues para todas las fibras con MEA se obtuvo un porcentaje de pérdida de masa entre 5,4-7,2% menor al obtenido por fibras con TEA, entre 14,6-18,5%. Por lo tanto, los compositos con MEA contienen una menor concentración de aminas en los materiales, que igualmente se refleja en una menor interacción en la captura del dióxido de carbono.



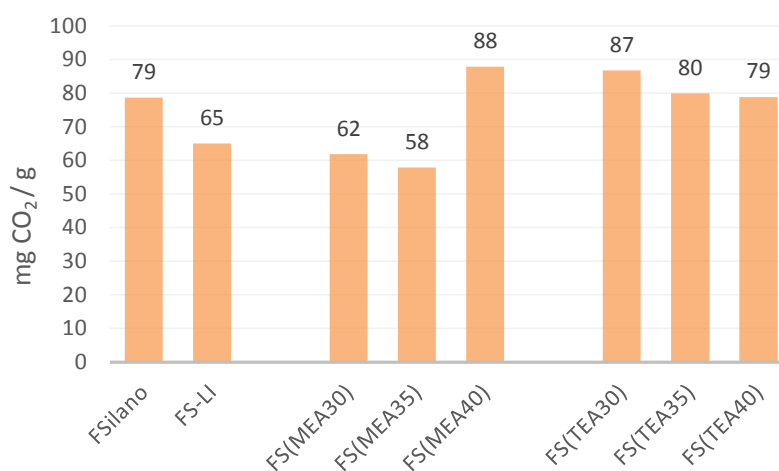
*Figura 26.* Captura de dióxido de carbono en compositos preparados con tratamiento alcalino.

Contrario a esto, la TEA es un compuesto más viscoso y menos volátil que permanece con más seguridad en las fibras de piña. Teniendo en cuenta lo anterior, se espera que las mezclas [BMIM][BF<sub>4</sub>] + TEA + H<sub>2</sub>O tengan mayor viscosidad con respecto a mezclas con MEA como lo reporta Yansong Zhao et al., (2010). Esto puede mejorar la capacidad de captura de compositos con TEA como se observa en la *figura 26*. Los datos obtenidos están acordes a lo reportado por Yansong Zhao et al., (2010), donde se observa que las soluciones preparadas con el líquido iónico [BMIM][BF<sub>4</sub>], TEA y agua tienen una mayor capacidad de captura que empleando el líquido iónico o soluciones de alcanolaminas (MEA o TEA) por si solas, así mismo sucede con las mezclas soportadas en la matriz de celulosa.

Los compositos con tratamiento de silano muestran un comportamiento similar a los compositos con tratamiento alcalino respecto a las mezclas con alcanolaminas en los resultados de captura de CO<sub>2</sub>. El mayor contenido de CO<sub>2</sub> en los compositos fue logrado por la muestra FS(MEA40), pero es un valor que se diferencia muy poco de los obtenidos por los compositos FS(TEA30) y FS(TEA35) como se observa en la *figura 27*. Sin embargo, las cantidades de CO<sub>2</sub> obtenidas por estos compositos están por debajo de las obtenidas con tratamiento alcalino, y algunos presentan incluso menor capacidad de captura que las fibras de piña sin tratamiento, debido a que dichas fibras tienen mayor porosidad que los compositos preparados.

La diferencia más significativa que puede dar explicación al resultado obtenido para compositos con silano, es la densidad que presentan. Ellos tienen una densidad más alta que los compositos con tratamiento alcalino y según es observado, a mayor densidad del material se obtiene menor captura del gas. Por lo tanto, el tratamiento de silano, que provee una red de

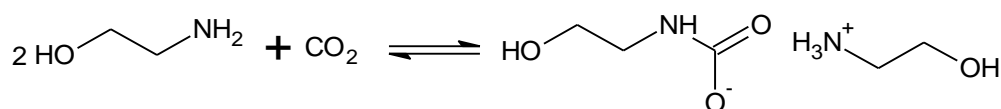
grupos silanoles en la superficie de las fibras (Cho et al., 2014), aumenta la densidad del material y probablemente reduce la porosidad afectando la capacidad de captura del mismo. Aun así, puede exponerse que las mezclas de LI-TEA mejoran la capacidad de absorción de CO<sub>2</sub> por parte del material como lo reporta Yansong Zhao et al., (2010).



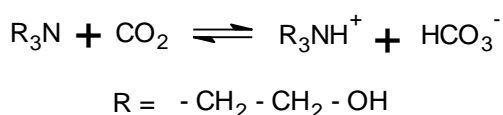
*Figura 27.* Captura de dióxido de carbono en composites preparados con tratamiento de silano.

Autores como Camper et al., (2008) expresan que el uso de mezclas LI-alcanolaminas beneficia la captura de CO<sub>2</sub> porque se promueven tanto interacciones químicas, como físicas, aprovechando la reactividad de las aminas y la estabilidad de los líquidos iónicos. El producto que se obtiene luego de la absorción de dióxido de carbono es un carbamato por para mezclas con MEA como es reportado por Camper et al., (2008) y Lv, Guo, Zhou, & Jing, (2015) y posiblemente un carbonato para mezclas con TEA según Littel, Van Swaaij, & Versteeg, (1990) y Yang, Yu, An, Tu, & Yan, (2017) es importante mencionar que para la formación del carbonato con mezclas LI+TEA se requiere la presencia de agua, por lo que se

asume que las moléculas de agua presentes en el composito debido a la humedad o por la mezcla soportada, sean las que promuevan la reacción. Las figuras 28 y 29 muestran la reacción de dichas interacciones.



*Figura 28.* Reacción de CO<sub>2</sub> con MEA para la producción de carbamato.



*Figura 29.* Reacción de CO<sub>2</sub> con TEA para la producción de carbonato.

Por medio de FTIR se confirmó la producción de carbonato en la muestra FN(TEA40), el espectro correspondiente se muestra en la *figura 30*. A simple vista el espectro no presenta cambios, pero al ampliar la región entre 1300- 1800 cm<sup>-1</sup> se observa la formación 2 pequeñas bandas que pueden confirmar la presencia de carbonatos en la muestra. Estas son: la banda ubicada en 1640 cm<sup>-1</sup> corresponde al C=O y la banda en 1335 cm<sup>-1</sup> correspondiente al enlace C-OH, asignadas a la formación de carbonatos (Aboudi & Vafaezadeh, 2015; Choi et al., 2016). La intensidad de las bandas obtenidas es muy pequeña, esto puede darse por las bajas cantidad de TEA en la muestra, pues la mezcla fue soportada en una matriz de celulosa que corresponde a la mayor parte del composito.

El líquido iónico también cumple un papel importante en la captura de dióxido de carbono, autores como Yang et al., (2017) establecen que el [BMIM][BF<sub>4</sub>] complementa la capacidad de captura de las alcanolaminas por medio de interacciones físicas. Según es reportado por Palomar, Gonzalez-Miquel, Polo, & Rodriguez, (2011) el anión del líquido iónico juega el papel más importante en este proceso, pues interactúa con el dióxido de carbono principalmente por interacciones de van der Waals e interacciones electrostáticas, dejando en un segundo papel al catión [BMIM]<sup>+</sup> con quien se generan interacciones electrostáticas repulsivas. Además, los iones BF<sub>4</sub><sup>-</sup> actúan como bases de Lewis fuertes y pueden interactuar con el CO<sub>2</sub>, tal como plantean Sánchez-Fuentes et al., (2016) y Kazarian, Briscoe, & Welton, (2000).

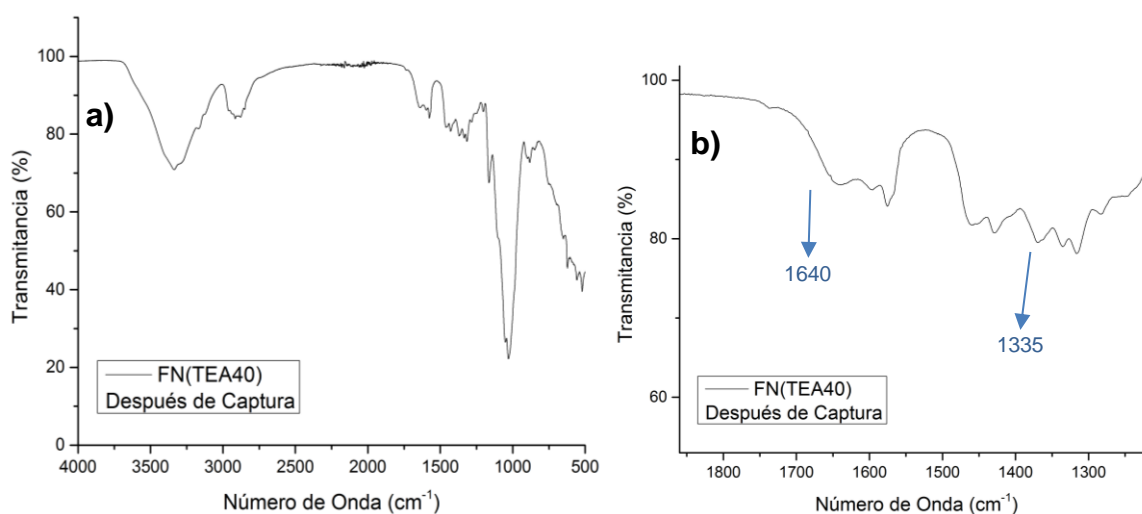


Figura 30. a) Espectro infrarrojo de la muestra FN(TEA40) después del ensayo de captura de CO<sub>2</sub>. b) Ampliación del espectro.

El uso de mezclas LI-alcanolaminas le da un valor industrial significativo a la creación del material reportado en este trabajo y sus aplicaciones, donde se busca reducir gastos

energéticos en la regeneración de soluciones de aminas, que es el mayor inconveniente actual en ese campo (Luis, 2016). Aunque los resultados obtenidos no alcanzan el máximo logrado por la MEA, que tiene la capacidad de capturar 360 mg de CO<sub>2</sub> en la relación 2:1, se cree que estos materiales resultan promisorios para ser empleados en procesos industriales.

Los resultados de captura de dióxido de carbono para compositos preparados por métodos químicos mediante la modificación superficial de fibras con anhídrido maleico se muestran en la tabla 8. Los valores obtenidos muestran que estos compositos presentan una capacidad de captura menor comparados con los compositos preparados por métodos físicos. Principalmente esta diferencia puede estar dada por la presencia de grupos amino provistos por las alcanolaminas en los compositos con NaOH y Silano, que, sin duda, mejoran las capacidades de captura de CO<sub>2</sub> (Yansong Zhao et al., 2010). Los compositos con AM presentan mayor densidad que todos los demás (Tabla 7), lo que igualmente influencia la baja captura de CO<sub>2</sub> obtenida. La alta densidad del materia puede explicarse por los grupos ácidos enlazados a la superficie de la cadena de celulosa (Barra et al., 1999), que aumenta el peso y volumen de las fibras, por ende la densidad del material. Lo mismo puede ocurrir para el composito con [BMIM][Cl], pues la interacción provocada incrementa tanto la masa como el volumen del material provocando el aumento en su densidad.

Tabla 8. Captura de CO<sub>2</sub> para compositos preparados por métodos de soporte químicos.

<b>Muestra</b>	<b>Masa de muestra (g)</b>	<b>Densidad de muestra (g/cm<sup>3</sup>)</b>	<b>Delta Presión (bar)</b>	<b>mg CO<sub>2</sub>/g muestra</b>
<b>FAM</b>	0,5765	0,9389	11,42	32,18
<b>FAM+LI</b>	0,6696	1,005	11,47	27,97

Por otro lado, es importante mencionar que en los procesos de absorción de gases es importante el área superficial que entra en contacto con el gas. Lo que pudo influenciar este resultado como lo reporta Bernard et al., (2016) y Kaithwas, Prasad, Kulshreshtha, & Verma, (2012) pues estas muestras fueron compactadas y las imágenes SEM permiten observar que la porosidad de estos materiales disminuye, limitando el área de contacto del gas con el material y posiblemente el paso de CO<sub>2</sub> a través del mismo. Además, el composito FAM muestra mayor capacidad de captura que el que contiene LI soportado, esto podría explicarse según lo reportado por Bernard et al., (2016) donde expresa que las moléculas de CO<sub>2</sub> tienen la capacidad de interactuar fuertemente con la cadena de celulosa gracias a los grupos ácidos presentes en ella, por lo tanto, el líquido iónico estabiliza la carga del compuesto iónico formado. De igual forma, no es posible especificar que los resultados obtenidos en este trabajo para compositos sintetizados por métodos de soporte químico concuerden con los resultados obtenidos para este tipo de materiales como lo reporta Kaithwas et al., (2012) y Bernard et al., (2016).

**7.5.2. Resultados del ensayo re-uso de biocompositos.** Con el fin de evaluar la consistencia en la capacidad de captura de los materiales se estudió por 5 ciclos la absorción de CO<sub>2</sub> por la muestra con delta de presión mostrada en el estudio. Este decaimiento de presión se expone como la mayor absorción por parte del sistema, por lo tanto, se evaluó la reutilización del composito FN(TEA40) que además es el composito con tratamiento alcalino de mayor concentración de trietanolamina. Los resultados correspondientes se muestran en la *figura 31*.

Los valores de captura de CO<sub>2</sub> correspondientes se muestran en el apéndice J. En general, se observa que todos los valores obtenidos son similares al inicial, las diferencias entre ellos se encuentran catalogadas dentro del error típico de la medida. Los procesos de captura de CO<sub>2</sub> con interacciones químicas y físicas son reversibles. Si en el caso del composito FN(TEA40) la captura se obtuvo por interacciones químicas como se expresaron en la sección anterior, quizá fue posible revertir la captura por procesos de desorción a vacío como se implementó en este ensayo luego de cada ciclo de re-uso para despresurizar la celda (Barzagli, Lai, & Mani, 2014; Lv et al., 2015).

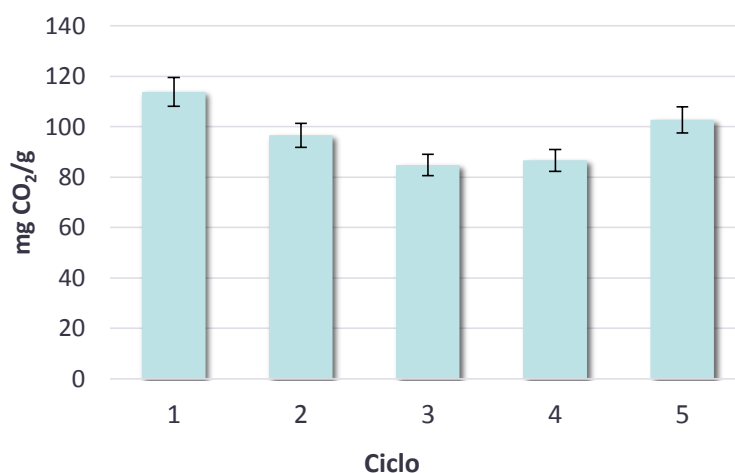


Figura 31. Resultados de re-uso del composito FN(TEA40).

Sin embargo, y teniendo en cuenta lo anterior se observa que en este caso priman las interacciones físicas, que pueden ser provistas tanto por la TEA en ausencia de agua como por el líquido iónico, tal como se planteó anteriormente. Los materiales mantienen su capacidad de captura y nuevamente pueden ser empleados en el proceso sin haber sufrido daño alguno, por lo tanto, se establece que es un material estable y capaz de ser re-usado (Bernard et al., 2016; Fernandez et al., 2014).

**7.5.3. Resultados de la selectividad de biocompositos.** Este estudio se llevó a cabo bajo el mismo método de decaimiento de presión en el mismo sistema mostrado en la *figura 9*. Al tratarse de una mezcla inicial de gases 35% CO<sub>2</sub>/ 65% CH<sub>4</sub>, se tuvo en cuenta que el factor de compresibilidad varía (Rios et al., 2013) y que el número de moles finales del gas depende de la fracción molar del CO<sub>2</sub> en el compartimiento de muestra al finalizar el ensayo (Azimi & Mirzaei, 2016). A partir de las fracciones molares se expresa la selectividad respecto al CO<sub>2</sub> del material tal como lo reporta Azimi et al., (2016) la ecuación correspondiente se muestra a continuación:

$$S = \frac{X_{CO_2}/Y_{CO_2}}{X_{CH_4}/Y_{CH_4}} \quad (10)$$

En este trabajo se estudió la selectividad del composito FN(TEA40) comparado con la selectividad que tienen las fibras de piña sin tratamiento. Los resultados mostrados en la tabla 9 permiten observar que el composito es mayormente selectivo para CO<sub>2</sub> en comparación con las fibras de partida. La selectividad de líquidos iónicos ha sido ampliamente estudiada, autores como Ramdin, de Loos, & Vlugt, (2012) consideran que la selectividad para CO<sub>2</sub> con el líquido iónico [BMIM][BF<sub>4</sub>] que fue el empleado en este ensayo, puede mejorar con mezclas de otros líquidos iónicos con más átomos de nitrógeno en su estructura, en este caso, las alcanolaminas pueden aportar los átomos de nitrógeno que mejoran el proceso; sin embargo, los valores de selectividad de este trabajo no se asemejan a los reportados para diferentes materiales según Bara et al., (2010). De lo anterior, se aplica que el material preparado a partir de materias biodegradables y mezclas líquido iónico-alcanolaminas tiene características prometedoras para la selectividad de CO<sub>2</sub> en mezclas de gases como es necesario en procesos industriales.

Tabla 9. *Selectividad de compositos para la mezcla CO<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub>.*

<b>Muestra</b>	<b>Peso (g)</b>	<b>mg CO<sub>2</sub>/g</b>	<b>mg CH<sub>4</sub>/g</b>	<b>Selectividad</b>
Fibra sin tratar	1,1592	66,37	37,84	1,25
FN(TEA40)	1,1477	83,99	24,20	2,94

## 8. Conclusiones

Se prepararon compositos con una matriz de fibras de celulosa de hojas de piña empleando tratamientos superficiales de NaOH y Silano y el soporte físico de mezclas de [BMIM][BF<sub>4</sub>] y alcanolaminas.

Se observó que el tratamiento alcalino removió efectivamente lignina, hemicelulosa y otros componentes vegetales de las fibras de piña extraídas.

Se confirmó por medio de espectroscopia infrarroja la presencia de la red de grupos polisiloxanos que reaccionaron con los OH de la celulosa luego del tratamiento de silanización. Y que el catión del líquido iónico interactúa electrostáticamente con estos grupos.

Los compositos obtenidos por inmovilización del LI [BMIM][BF<sub>4</sub>] fueron caracterizados química, estructural y morfológicamente por técnicas espectroscópicas como DRX, FESEM,

TGA, AC, FTIR. La caracterización demostró la presencia del líquido iónico y alcanolaminas en los compositos. Además, estos materiales son estables térmicamente y presentan una morfología porosa que disminuye con la presencia de las mezclas.

La modificación química de la superficie de las fibras mediante tratamiento con anhídrido maleico permitió preparar compositos por inmovilización química del líquido iónico [BMIM][Cl]. Mediante la caracterización por FTIR y SEM se demostró que el anhídrido maleico modificó la superficie de las fibras y que el catión del LI interactúa químicamente con los grupos ácidos presentes en ellas.

Se obtuvo una captura máxima de 141 mg de dióxido de carbono para el composito preparado con tratamiento alcalino y mezclas de igual proporción TEA y [BMIM][BF<sub>4</sub>], gracias a la influencia de la alcanolamina y el líquido iónico en la interacción con el CO<sub>2</sub>.

Los compositos con tratamiento de silano y anhídrido maleico presentan menor capacidad de captura de dióxido de carbono debido a que presentan mayor densidad y menor porosidad que los compositos con tratamiento alcalino.

Se concluye que los materiales preparados pueden ser reutilizados para procesos de captura de CO<sub>2</sub>, manteniendo su capacidad de captura a través de varios ciclos. Además, estos compositos son selectivos para CO<sub>2</sub>.

## 9. Recomendaciones

La preparación de los compositos impregnando las fibras con las mezclas preparadas requiere de cálculos adecuados para que no se obtengan excesos de líquido iónico o alcanolaminas, se sugiere soportar un máximo de 30% de mezclas en las fibras. Igualmente, es recomendable trabajar con mezclas compuestas por TEA, ya que hay menos pérdida de ellas en el proceso de vacío necesario para el estudio de captura de CO<sub>2</sub> y los compositos con estas mezclas presentan los mejores resultados en el ensayo.

Se requiere que el material sea poroso para que se mejoren los procesos físicos de captura del gas, por lo tanto, sería recomendable aumentar el área superficial del material para generar mayor interacción de éste con el CO<sub>2</sub>. En los compositos preparados sólo con LI y tratamientos superficiales como silano, se observa que disminuye la porosidad, lo que podría impedir el flujo del gas a través de la muestra, por lo mismo, es mejor trabajar con mezclas de LI-alcanolaminas en fibras con tratamiento alcalino. De igual forma se recomienda preparar materiales que sean menos densos como los obtenidos en este trabajo para promover mejores resultados en captura de dióxido de carbono.

## 10. Divulgación de Resultados

Los resultados obtenidos en este proyecto fueron presentados en el “5th Iberoamerican Meeting on Ionic Liquids (IMIL 2017)”, desarrollado en la ciudad de Santos, Sao Paulo,

Brasil en abril de 2017. Con el trabajo titulado **“Evaluation of the IL 1-butyl-3-methylimidazolium Tetrafluoroborate [BMIM][BF<sub>4</sub>] mixed with alkanolamines supported on fibers from pineapple leaves for CO<sub>2</sub> capture”**, bajo la modalidad de Presentación Oral Rápida. El certificado de dicho evento se presenta en el apéndice K.

### Referencias Bibliográficas

- Abdel-Halim, E. S. (2014). Chemical modification of cellulose extracted from sugarcane bagasse: Preparation of hydroxyethyl cellulose. *Arabian Journal of Chemistry*, 7(3), 362–371. <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2013.05.006>
- Aboudi, J., & Vafaezadeh, M. (2015). Efficient and reversible CO<sub>2</sub> capture by amine functionalized-silica gel confined task-specific ionic liquid system. *Journal of Advanced Research*, 6(4), 571–577. <https://doi.org/10.1016/j.jare.2014.02.001>
- Ahmady, A., Hashim, M. A., & Aroua, M. K. (2010). Experimental Investigation on the Solubility and Initial Rate of Absorption of CO<sub>2</sub> in Aqueous Mixtures of Methyl-diethanolamine with the Ionic Liquid 1-Butyl-3-methylimidazolium Tetrafluoroborate. *Journal of Chemical & Engineering Data*, 55(12), 5733–5738. <https://doi.org/10.1021/je1006949>
- Amestoy Alonso, J. (2010). El Planeta Tierra en peligro: Calentamiento Global, Cambio Climático, Soluciones. In Editorial Club Universitario (Ed.) (pp. 109–114). Tomado de [https://books.google.com.co/books/about/El\\_Planeta\\_tierra\\_en\\_peligro\\_Calentamiento.html?id=A6vXg35c8LIC&redir\\_esc=y](https://books.google.com.co/books/about/El_Planeta_tierra_en_peligro_Calentamiento.html?id=A6vXg35c8LIC&redir_esc=y)
- Ameta, S. C., & Ameta, R. (2013). Green chemistry : fundamentals and applications. En Taylor and Francis Group (Ed.) (pp. 109–136). Canadá: Apple Academic Press.
- Asim, M., Abdan, K., Jawaid, M., Nasir, M., Dashtizadeh, Z., Ishak, M. R., & Hoque, M. E. (2015). A Review on Pineapple Leaves Fibre and Its Composites. *International Journal of Polymer Science*, 2015, 1–17. <https://doi.org/10.1155/2015/950567>
- Azimi, A., & Mirzaei, M. (2016). Experimental evaluation and thermodynamic modeling of hydrate selectivity in separation of CO<sub>2</sub> and CH<sub>4</sub>. *Chemical Engineering Research and Design*, 111, 262–268. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2016.05.005>
- Ball, D. W. (2003). Physical Chemistry. En Thomson (Ed.) (pp. 680–682). United States: Brooks/Cole.
- Bara, J. E., Camper, D. E., Gin, D. L., & Noble, R. D. (2010). Room-Temperature Ionic Liquids and Composite Materials: Platform Technologies for CO<sub>2</sub> Capture. *Accounts of Chemical Research*, 43(1), 152–159. <https://doi.org/10.1021/ar9001747>
- Barra, G. M. O., Crespo, J. S., Bertolino, J. R., Soldi, V., & Pires, A. T. N. (1999). Maleic Anhydride Grafting on EPDM: Qualitative and Quantitative Determination. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, 10(1), 31–34. <https://doi.org/10.1590/S0103-50531999000100006>
- Bartolomé Muñoz, C., Mora Peris, P., & Recalde Rodríguez, J. D. (2010). *Estado del arte de*

*las tecnologías de captura y almacenamiento de CO<sub>2</sub> en la industria del cemento.*

- Barzagli, F., Lai, S., & Mani, F. (2014). Novel non-aqueous amine solvents for reversible CO<sub>2</sub> capture. *Energy Procedia*, 63, 1795–1804. <https://doi.org/10.1016/j.egypro.2014.11.186>
- Bernard, F. L., Rodrigues, D. M., Polesso, B. B., Donato, A. J., Seferin, M., Chaban, V. V., Einloft, S. (2016). New cellulose based ionic compounds as low-cost sorbents for CO<sub>2</sub> capture. *Fuel Processing Technology*, 149, 131–138. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2016.04.014>
- Botkin, D. B., Saxe, H., Araújo, M. B., Betts, R., Bradshaw, R. H. W., Cedhagen, T., STOCKWELL, D. R. B. (2007). Forecasting the Effects of Global Warming on Biodiversity. *BioScience*, 57(3), 227. <https://doi.org/10.1641/B570306>
- Camper, D., Bara, J. E., Gin, D. L., & Noble, R. D. (2008). Room-Temperature Ionic Liquid - Amine Solutions : Tunable Solvents for Efficient and Reversible Capture of CO<sub>2</sub>, 8496–8498.
- Campilho, R. D. S. G. (2015). Natural fiber composites. En Taylor and Francis Group (Ed.) (pp. 1–34). CRC Press.
- Chapin, F. S., Zavaleta, E. S., Eviner, V. T., Naylor, R. L., Vitousek, P. M., Reynolds, H. L., Díaz, S. (2000). Consequences of changing biodiversity. *Nature*, 405(6783), 234–42. <https://doi.org/10.1038/35012241>
- Cho, D., Kim, H., & Drzal, L. T. (2014). Surface Treatment and Characterization of Natural Fibers : Effects on the Properties of Biocomposites. *Polymer Composites*, 3, 133–177. <https://doi.org/10.1002/9783527674220.ch4>
- Choi, Y. J., Sivanesan, D., Lee, J., Youn, M. H., Park, K. T., Kim, H. J., Jeong, S. K. (2016). Influences of zinc–metal complex on the carbon dioxide regeneration behaviors of alkanolamine absorbents. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 34(November 2015), 76–83. <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2015.10.037>
- Church, J. A., & White, N. J. (2006). A 20th century acceleration in global sea-level rise. *Geophysical Research Letters*, 33(1), 1–4. <https://doi.org/10.1029/2005GL024826>
- Corrales, F., Vilaseca, F., Llop, M., Gironès, J., Méndez, J. A., & Mutjè, P. (2007). Chemical modification of jute fibers for the production of green-composites. *Journal of Hazardous Materials*, 144(3), 730–735. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2007.01.103>
- Czichos, H., Saito, T., & Smith, L. R. (2011). *Springer handbook of metrology and testing*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg.
- Daud, Z., Mohd Hatta, M. Z., Kassim, A. S. M., & Aripin Mohd, A. (2014). Analysis of the chemical compositions and fiber morphology of pineapple (*Ananas comosus*) leaves in Malaysia. *Jurnal of Applied Science*, 14(12), 1355–1358. <https://doi.org/10.3923/jas.2014.1355.1358>

- de Ávila, S. G., Logli, M. A., & Matos, J. R. (2015). Kinetic study of the thermal decomposition of monoethanolamine (MEA), diethanolamine (DEA), triethanolamine (TEA) and methyldiethanolamine (MDEA). *International Journal of Greenhouse Gas Control*, 42, 666–671. <https://doi.org/10.1016/j.ijggc.2015.10.001>
- Dharaskar, S. A., Varma, M. N., Shende, D. Z., Yoo, C. K., & Wasewar, K. L. (2013). Synthesis, characterization and application of 1-butyl-3 methylimidazolium chloride as green material for extractive desulfurization of liquid fuel. *The Scientific World Journal*, 2013. <https://doi.org/10.1155/2013/395274>
- Dharaskar, S. A., Wasewar, K. L., Varma, M. N., Shende, D. Z., & Yoo, C. (2016). Synthesis, characterization and application of 1-butyl-3-methylimidazolium tetrafluoroborate for extractive desulfurization of liquid fuel. *Arabian Journal of Chemistry*, 9(4), 578–587. <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2013.09.034>
- Dourado, F., Gama, F. M., Chibowski, E., & Mota, M. (1998). Characterization of cellulose surface free energy. *Journal of Adhesion Science and Technology*, 12(10), 1081–1090. <https://doi.org/10.1163/156856198X00740>
- Dumitriu, S., & Popa, V. I. (2013). Polymeric biomaterials (pp. 709–738). CRC Press. Retrieved from <https://www.crcpress.com/Polymeric-Biomaterials-2-Volume-Set-Third-Edition/Dumitriu-Popa/p/book/9781420094725>
- Espinal, L., Poster, D. L., Wong-ng, W., Allen, A. J., & Green, M. L. (2013). Measurement, Standards, and Data Needs for CO<sub>2</sub> Capture Materials: A Critical Review. *Environment Science Technology*, 47, 11960–11975.
- Fan, M., Dai, D., & Huang, B. (2012). Fourier Transform Infrared Spectroscopy for Natural Fibres. In S. M. Salih (Ed.), *Fourier Transform: Materials Analysis*. En Tech Open Access Croatian Publisher.
- Fernandez, M., Bernard, F. L., Aquino, A., Borges, J., Vecchia, F. D., Menezes, S., Einloft, S. (2014). Poly(ionic liquid)s as efficient catalyst in transformation of CO<sub>2</sub> to cyclic carbonate. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 392, 83–88. <https://doi.org/10.1016/j.molcata.2014.05.007>
- Fonseca, A., Bidart, A., Passarelli, F., Nunes, G., & Oliveira, R. (2012). *Offshore gas-to-liquids: Modular solution for associated gas with variable CO<sub>2</sub> content*. World gas conference. Kuala Lumpur.
- Fuentes, C. A., Tran, L. Q. N., Dupont-Gillain, C., Vanderlinden, W., De Feyter, S., Van Vuure, A. W., & Verpoest, I. (2011). Wetting behaviour and surface properties of technical bamboo fibres. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 380(1), 89–99. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2011.02.032>
- Gañán, P., & Mondragon, I. (2002). Surface modification of fique fibers. Effect on their physico-mechanical properties. *Polymer Composites*, 23(3), 383–394. <https://doi.org/10.1002/pc.10440>

- Goertzen, S. L., Thériault, K. D., Oickle, A. M., Tarasuk, A. C., & Andreas, H. A. (2010). Standardization of the Boehm titration. Part I. CO<sub>2</sub> expulsion and endpoint determination. *Carbon*, 48(4), 1252–1261. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2009.11.050>
- Halmann, M., & Steingberg, M. (1999). Greenhouse Gas Carbon Dioxide Mitigation: Science And Technology (pp. 135–138). Israel: Lewis Publishers. Retrieved from [https://www.researchgate.net/publication/255223054\\_Greenhouse\\_Gas\\_Carbon\\_Dioxide\\_Mitigation\\_Science\\_And\\_Technology](https://www.researchgate.net/publication/255223054_Greenhouse_Gas_Carbon_Dioxide_Mitigation_Science_And_Technology)
- Han, D., & Row, K. H. (2010). Recent Applications of Ionic Liquids in Separation Technology. *Molecules*, 15(4), 2405–2426. <https://doi.org/10.3390/molecules15042405>
- Heimer, N. E., Del Sesto, R. E., Meng, Z., Wilkes, J. S., & Carper, W. R. (2006). Vibrational spectra of imidazolium tetrafluoroborate ionic liquids. *Journal of Molecular Liquids*, 124(1–3), 84–95. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2005.08.004>
- Herman, C. S. J. (1994). Literature Review. En *Control and Game Models of the Greenhouse Effects* (pp. 13–69). Alemania: Springer-Verlag. [https://doi.org/10.1007/978-3-642-45738-8\\_2](https://doi.org/10.1007/978-3-642-45738-8_2)
- Hikita, H., Asai, S., Katsu, Y., & Ikuno, S. (1979). Absorption of carbon dioxide into aqueous monoethanolamine solutions. *AIChE Journal*, 25(5), 793–800. <https://doi.org/10.1002/aic.690250507>
- Ilican, S., & Caglar, M. (2008). Preparation and characterization of ZnO thin films deposited. *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials*, 10(10), 2578–2583.
- Jackson, P., Robinson, K., Puxty, G., & Attalla, M. (2009). In situ Fourier Transform-Infrared (FT-IR) analysis of carbon dioxide absorption and desorption in amine solutions. *Energy Procedia*, 1(1), 985–994. <https://doi.org/10.1016/j.egypro.2009.01.131>
- Jeffs, E. J. (2010). Green energy: sustainable electricity supply with low environmental impact. In Taylor and Francis Group (Ed.) (pp. 13–40). CRC Press.
- Kabir, M. M. (2012). *Effects of Chemical Treatments on Hemp Fibre Reinforced Polyester Composites*. University of Southern Queensland.
- Kabir, M. M., Wang, H., Lau, K. T., & Cardona, F. (2013). Tensile properties of chemically treated hemp fibres as reinforcement for composites. *Composites Part B: Engineering*, 53, 362–368. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2013.05.048>
- Kadokawa, J. ichi, Murakami, M. aki, & Kaneko, Y. (2008). A facile preparation of gel materials from a solution of cellulose in ionic liquid. *Carbohydrate Research*, 343(4), 769–772. <https://doi.org/10.1016/j.carres.2008.01.017>
- Kaithwas, A., Prasad, M., Kulshreshtha, A., & Verma, S. (2012). Industrial wastes derived solid adsorbents for CO<sub>2</sub> capture: A mini review. *Chemical Engineering Research and Design*, 90(10), 1632–1641. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2012.02.011>
- Karadas, F., Atilhan, M., & Aparicio, S. (2010). Review on the Use of Ionic Liquids (ILs) as

- Alternative Fluids for CO<sub>2</sub> Capture and Natural Gas Sweetening. *Energy & Fuels.*, 24(11), 5817–5828. <https://doi.org/10.1021/ef1011337>
- Kaushik, V. K., Kumar, A., & Kalia, S. (2012). Effect of Mercerization and Benzoyl Peroxide Treatment on Morphology, Thermal Stability and Crystallinity of Sisal Fibers. *International Journal of Textile Science*, 1(6), 101–105. <https://doi.org/10.5923/j.textile.20120106.07>
- Kazarian, S. G., Briscoe, B. J., & Welton, T. (2000). Combining ionic liquids and supercritical fluids: in situ ATR-IR study of CO<sub>2</sub> dissolved in two ionic liquids at high pressures. *Chemical Communications*, (20), 2047–2048. <https://doi.org/10.1039/b005514j>
- Khalil, H. P. S. A., Alwani, M. S., & Mohd Omar, A. K. (2006). Chemical composition, anatomy, lignin distribution, and cell wall structure of Malaysian Plant waste fibers. *BioResources*, 1(2), 220–232. Retrieved from [https://www.ncsu.edu/bioresources/BioRes\\_01/BioRes\\_01\\_2/BioRes\\_01\\_2\\_220\\_232\\_AbdulKhalil\\_SM\\_MalaysionPlantCellWalls.pdf](https://www.ncsu.edu/bioresources/BioRes_01/BioRes_01_2/BioRes_01_2_220_232_AbdulKhalil_SM_MalaysionPlantCellWalls.pdf)
- Knuutila, H., Svendsen, H., & Anttila, M. (2009). CO<sub>2</sub> capture from coal-fired power plants based on sodium carbonate slurry; a systems feasibility and sensitivity study. *International Journal of Greenhouse Gas Control*, 3(2), 143–151. <https://doi.org/10.1016/j.ijggc.2008.06.006>
- Koel, M. (2009). Ionic liquids in chemical analysis. In Taylor and Francis Group (Ed.) (pp. 1–71). CRC Press.
- Kramer, F. (2003). Educación ambiental para el desarrollo sostenible. In Editorial Catarata (Ed.) (pp. 76–77). Retrieved from <https://www.casadellibro.com/libro-educacion-ambiental-para-el-desarrollo-sostenible/9788483191651/927335>
- La Roche, P. (2012). Carbon-neutral architectural design. In Taylor and Francis Group (Ed.) (pp. 1–15). CRC Press.
- Lait, S. M., Rankic, D. A., & Keay, B. A. (2007). 1,3-Aminoalcohols and Their Derivatives in Asymmetric Organic Synthesis. *Chemical Reviews*, 107(3), 767–796. <https://doi.org/10.1021/cr050065q>
- Lan, W., Liu, C., & Sun, R. (2011). Fractionation of Bagasse into Cellulose, Hemicelluloses, and Lignin with Ionic Liquid Treatment Followed by Alkaline Extraction. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 59(16), 8691–8701. <https://doi.org/10.1021/jf201508g>
- Lewin, M. (2007). Handbook of fiber chemistry (pp. 842–845). United States of America: Taylor & Francis.
- Li, X., Tabil, L. G., & Panigrahi, S. (2007). Chemical treatments of natural fiber for use in natural fiber-reinforced composites: A review. *Journal of Polymers and the Environment*, 15(1), 25–33. <https://doi.org/10.1007/s10924-006-0042-3>

- Littel, R. J., Van Swaaij, W. P. M., & Versteeg, G. F. (1990). Kinetics of Carbon Dioxide with tertiary Amines in aqueous solution. *AIChE Journal*, 36(11), 1633–1640. <https://doi.org/10.1002/aic.690361103>
- Luis, P. (2016). Use of monoethanolamine (MEA) for CO<sub>2</sub> capture in a global scenario: Consequences and alternatives. *Desalination*, 380, 93–99. <https://doi.org/10.1016/j.desal.2015.08.004>
- Lv, B., Guo, B., Zhou, Z., & Jing, G. (2015). Mechanisms of CO<sub>2</sub> Capture into Monoethanolamine Solution with Different CO<sub>2</sub> Loading during the Absorption/Desorption Processes. *Environmental Science and Technology*, 49(17), 10728–10735. <https://doi.org/10.1021/acs.est.5b02356>
- Manahan, Stanley, E., Science, & Technology. (2000). *Environmental Science, Technology, and Chemistry. Environmental Chemistry*. CRC Press LLC. Retrieved from <http://www.chemistry.uoc.gr/courses/xhm405/01> Environmental Chemistry Manahan.pdf
- Mas, G., Mestres, J., & Puente, A. (1962). Determinación ponderal de fibras en una mezcla y relación entre diámetro y densidad de la lana. *Laboratorio de Química Analítica Y Análisis Químico Textil*.
- Mazo, P., Estenoz, D., Sponton, M., & Rios, L. (2012). Kinetics of the transesterification of castor oil with maleicanhydride using conventional and microwave heating. *JAOCs, Journal of the American Oil Chemists' Society*, 89(7), 1355–1361. <https://doi.org/10.1007/s11746-012-2020-3>
- McCrary, E. (1991). The Nature of Lignin. In *Alkaline Paper Advocate* (pp. 33–34). United States of America. Retrieved from <http://cool.conservation-us.org/byorg/abbey/ap/ap04/ap04-4/ap04-402.html>
- McCrellis, C., Taylor, S. F. R., Jacquemin, J., & Hardacre, C. (2016). Effect of the Presence of MEA on the CO<sub>2</sub> Capture Ability of Superbase Ionic Liquids. *Journal of Chemical & Engineering Data*, 61(3), 1092–1100. <https://doi.org/10.1021/acs.jced.5b00710>
- Mohamed, A. R., Sapuan, S. M., & Khalina, A. (2014). Mechanical and thermal properties of josapine pineapple leaf fiber (PALF) and PALF-reinforced vinyl ester composites. *Fibers and Polymers*, 15(5), 1035–1041. <https://doi.org/10.1007/s12221-014-1035-9>
- Mohanty, A. K., Misra, M., & Drzal, L. T. (2005). *Natural fibers, biopolymers, and biocomposites*. (C. Press, Ed.). Taylor & Francis.
- Morales, H., Torres, C., & Muñoz, C. M. (2008). Tecnologías de captura y secuestro de CO<sub>2</sub> (p. 52).
- Muñoz, M., Hidalgo, M., & Mina, J. (2014). Fibras de Fique una alternativa para el reforzamiento de plásticos. *Rev. Bio. Agro*, 12(2), 60–70.
- NASA's Jet Propulsion Laboratory. (2017). Climate Change: Vital Signs of the Planet: Carbon Dioxide. Consultado en Marzo 29, 2017, en <https://climate.nasa.gov/vital->

signs/carbon-dioxide/

- NASA's Jet Propulsion Laboratory. (2017). Climate Change: Vital Signs of the Planet: Global Temperature. Consultado en Marzo 29, 2017, en <https://climate.nasa.gov/vital-signs/global-temperature/>
- Owen, A. D., & Hanley, N. (2004). Global Warming. In Editorial Matter and Selection (Ed.), *The Economics of Climate Change* (pp. 6–14). Londres: Taylor & Francis. Retrieved from [http://iklim.cob.gov.tr/iklim/Files/eKutuphane/the\\_economics\\_of\\_climate\\_change.pdf](http://iklim.cob.gov.tr/iklim/Files/eKutuphane/the_economics_of_climate_change.pdf)
- Palomar, J., Gonzalez-Miquel, M., Polo, A., & Rodriguez, F. (2011). Understanding the Physical Absorption of CO<sub>2</sub> in Ionic Liquids Using the COSMO-RS Method. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 50(6), 3452–3463. <https://doi.org/10.1021/ie101572m>
- Pinkert, A., Marsh, K. N., Pang, S., & Staiger, M. P. (2009). Ionic Liquids and Their Interaction with Cellulose. *Chemical Reviews*, 109(12), 6712–6728. <https://doi.org/10.1021/cr9001947>
- Poletto, M., Júnior, H., & Zattera, A. (2014). Native Cellulose: Structure, Characterization and Thermal Properties. *Materials*, 7(9), 6105–6119. <https://doi.org/10.3390/ma7096105>
- Poux, M., Cognet, P., & Gourdon, C. (2015). Green process engineering : from concepts to industrial applications. In Taylor and Francis Group (Ed.) (pp. 267–291). CRC Press.
- Rabideau, B. D., Agarwal, A., & Ismail, A. E. (2014). The role of the cation in the solvation of cellulose by imidazolium-based ionic liquids. *Journal of Physical Chemistry B*, 118(6), 1621–1629. <https://doi.org/10.1021/jp4115755>
- Rabideau, B. D., & Ismail, A. E. (2015). Mechanisms of hydrogen bond formation between ionic liquids and cellulose and the influence of water content. *Phys. Chem. Chem. Phys.*, 17(8), 5767–5775. <https://doi.org/10.1039/C4CP04060K>
- Raksajati, A., Ho, M. T., & Wiley, D. E. (2016). Understanding the Impact of Process Design on the Cost of CO<sub>2</sub> Capture for Precipitating Solvent Absorption. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 55(7), 1980–1994. <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.5b03633>
- Ramdin, M., de Loos, T. W., & Vlucht, T. J. H. (2012). State-of-the-Art of CO<sub>2</sub> Capture with Ionic Liquids. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 51(24), 8149–8177. <https://doi.org/10.1021/ie3003705>
- Reddy, P. (2015). A critical review of ionic liquids for the pretreatment of lignocellulosic biomass. *South African Journal of Science*, 111(11–12), 1–9. <https://doi.org/10.17159/sajs.2015/20150083>
- Richards, E. V. (2001). *Design of an apparatus to measure gas solubilities in polymers*. University of Toronto.

- Rios, R., Stragliotto, F., Peixoto, H., Torres, A., Bastos-Neto, M., Azevedo, D. C. ., & Cavalcante, C. (2013). Studies on the adsorption behavior of CO<sub>2</sub>-CH<sub>4</sub> mixtures using activated carbon. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, 30(4), 939–951.
- Rodríguez Sepúlveda, L. J. (2014). *Elaboración de un material biocompuesto a partir de la fibra de plátano*. Universidad Nacional de Colombia.
- Ruckart, K. N., O'Brien, R. A., Woodard, S. M., West, K. N., & Glover, T. G. (2015). Porous Solids Impregnated with Task-Specific Ionic Liquids as Composite Sorbents. *Journal of Physical Chemistry C*, 119(35), 20681–20697. <https://doi.org/10.1021/acs.jpcc.5b04646>
- Sánchez-Fuentes, C. E., Pergher, S. B., Gutiérrez-Arzaluz, M., Mugica-Álvarez, V., Terrés, E., & Torres-Rodríguez, M. (2016). Interactions between the Ionic Liquid and the ZrO<sub>2</sub> Support in Supported Ionic Liquid Membranes for CO<sub>2</sub> Separation. *Technologies*, 4(4), 32. <https://doi.org/10.3390/technologies4040032>
- Segal, L., Creely, J. J., Martin, A. E., & Conrad, C. M. (1959). An Empirical Method for Estimating the Degree of Crystallinity of Native Cellulose Using the X-Ray Diffractometer. *Textile Research Journal*, 29(10), 786–794. <https://doi.org/10.1177/004051755902901003>
- Shannon, M. S., & Bara, J. E. (2011). Properties of Alkylimidazoles as Solvents for CO<sub>2</sub> Capture and Comparisons to Imidazolium-Based Ionic Liquids. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 50(14), 8665–8677. <https://doi.org/10.1021/ie200259h>
- Shao, X., He, L., & Ma, L. (2016). Water Absorption and FTIR Analysis of Three Type Natural Fiber Reinforced Composites. *2nd International Forum on Electrical Engineering and Automation*, 269–272.
- Sheltami, R. M., Kargarzadeh, H., & Abdullah, I. (2015). Effects of Silane Surface Treatment of Cellulose Nanocrystals on the Tensile Properties of Cellulose-Polyvinyl Chloride Nanocomposite. *Sains Malaysiana*, 44(6), 801–810. Retrieved from [http://www.ukm.my/jsm/pdf\\_files/SM-PDF-44-6-2015/05 Rasha M. Sheltami.pdf](http://www.ukm.my/jsm/pdf_files/SM-PDF-44-6-2015/05 Rasha M. Sheltami.pdf)
- Sigma-Aldrich. (n.d.). Amino Alcohols - Oxygen Compounds | Sigma-Aldrich. Consultado en Marzo 29, 2017, en <http://www.sigmaaldrich.com/chemistry/chemistry-products.html?TablePage=16244877>
- Sigma-Aldrich. (2014). HBF<sub>4</sub> | Sigma-Aldrich Safety Data Sheet. Consultado en Abril 21, 2017, en <http://www.sigmaaldrich.com/catalog/search?term=HBF4&interface=All&N=0+&mode=partialmax&lang=en&region=CO&focus=product>
- Singer, M. (2013). Respiratory health and ecosyndemics in a time of global warming. *Health Sociology Review*, 22(1), 98–111. <https://doi.org/10.5172/hesr.2013.22.1.98>
- Stuart, P. R., & El-Halwagi, M. M. (2012). Integrated biorefineries : design, analysis, and optimization (pp. 461–468). CRC Press.
- Survilienè, S., Eugénio, S., & Vilar, R. (2011). Chromium electrodeposition from

- [BMIm][BF<sub>4</sub>] ionic liquid. *Journal of Applied Electrochemistry*, 41(1), 107–114. <https://doi.org/10.1007/s10800-010-0218-3>
- Thakur, V. K., & Thakur, M. K. (2015). Handbook of sustainable polymers : processing and applications. In Taylor and Francis Group (Ed.) (pp. 305–340). Pan Stanford Publishing Pte. Ltda.
- Torralba-Calleja, E., Skinner, J., & Gutiérrez-Tauste, D. (2013). CO<sub>2</sub> Capture in Ionic Liquids: A Review of Solubilities and Experimental Methods. *Journal of Chemistry*, 1–16. <https://doi.org/10.1155/2013/473584>
- University of East Anglia, S. of E. S. (2017). Climate Research Unit. Consultado en Marzo 29, 2017, en <http://www.cru.uea.ac.uk/>
- Vieira, A. P., Santana, S. A. A., Bezerra, C. W. B., Silva, H. A. S., Santos, K. C. A., Melo, J. C. P., Airoidi, C. (2014). High performance maleated lignocellulose epicarp fibers for copper ion removal. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, 31(1), 183–193. <https://doi.org/10.1590/S0104-66322014000100017>
- Wan, M. M., Zhu, H. Y., Li, Y. Y., Ma, J., Liu, S., & Zhu, J. H. (2014). Novel CO<sub>2</sub> -Capture Derived from the Basic Ionic Liquids Orientated on Mesoporous Materials. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 6(15), 12947–12955. <https://doi.org/10.1021/am5028814>
- Wang, Y. (2015). *Fundamental Understanding of Methane-Carbon Dioxide-Water (CH<sub>4</sub>-CO<sub>2</sub>- H<sub>2</sub>O) Interactions in Shale Nanopores under Reservoir Conditions*. United States.
- Weissermel, K., & Arpe, H.-J. (1981). *Química orgánica industrial : productos de partida e intermedios más importantes*. Reverté S.A.
- Wertz, J.-L., Bédoué, O., & Mercier, J.-P. (2010). Cellulose science and technology (pp. 21–22). EPFL Press.
- Xu, F., Shi, Y.-C., & Wang, D. (2013). X-ray scattering studies of lignocellulosic biomass: A review. *Carbohydrate Polymers*, 94(2), 904–917. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.02.008>
- Yang, J., Yu, X., An, L., Tu, S.-T., & Yan, J. (2017). CO<sub>2</sub> capture with the absorbent of a mixed ionic liquid and amine solution considering the effects of SO<sub>2</sub> and O<sub>2</sub>. *Applied Energy*, 194(2), 9–18. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2017.02.071>
- Yang, J., Yu, X., Yan, J., & Tu, S. (2014). CO<sub>2</sub> Capture Using Amine Solution Mixed with Ionic Liquid. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 53(7), 2790–2799. <https://doi.org/10.1021/ie4040658>
- Zhao, Y., Liu, X., Wang, J., & Zhang, S. (2012). Effects of Cationic Structure on Cellulose Dissolution in Ionic Liquids: A Molecular Dynamics Study. *ChemPhysChem*, 13(13), 3126–3133. <https://doi.org/10.1002/cphc.201200286>
- Zhao, Y., Zhang, X., Zeng, S., Zhou, Q., Dong, H., Tian, X., & Zhang, S. (2010). Density, Viscosity, and Performances of Carbon Dioxide Capture in 16 Absorbents of Amine +

Ionic Liquid + H<sub>2</sub>O, Ionic Liquid + H<sub>2</sub>O, and Amine + H<sub>2</sub>O Systems. *Journal of Chemical & Engineering Data*, 55(9), 3513–3519. <https://doi.org/10.1021/je100078w>

Zhu, L. L., Guo, L., Zhang, Z. J., Chen, J., & Zhang, S. M. (2012). The preparation of supported ionic liquids (SILs) and their application in rare metals separation. *Science China Chemistry*, 55(8), 1479–1487. <https://doi.org/10.1007/s11426-012-4632-8>

## Apéndices

Apéndice A. Tabla de asignación de señales en el espectro infrarrojo de fibra NaOH, fibra

Silano, fibra NaOH + Líquido iónico, fibra Silano + Líquido iónico y [BMIM][BF<sub>4</sub>].

Asignación	FNaOH	FSilano	FNLI	FSLI	[BMIM][BF <sub>4</sub> ]
Silanol-OH	-	3405	-	3405	-
OH (Celulosa)	3336	3336	3336	3336	-
Amina cuaternaria	-	-	3164	3164	3161
con BF <sub>4</sub>	-	-	3123	3123	3120
CH (Alifático LI)	-	-	2960	2960	2964
	-	-	2877	2877	2875
CH (Celulosa)	2912	2916	2918	-	-
	2854	2854	2854	-	-
Silanol	-	1633	-	1631	-
	-	1596	-	1573	-
	-	1540	-	1540	-
CN, CC (Imidazol)	-	-	1573	1573	1573
CH <sub>3</sub> CN (Líqu. Iónico)	-	-	1461	1461	1465
CH <sub>2</sub> (Celulosa) vib en el plano	1365	1365	1369	1375	-
CH <sub>2</sub> vib del C6	1316	1316	1316	1316	-
HCH, OCH vib. en plano	1424	1424	1429	1437	-
Butil, HCH, sim.	-	-	-	-	1284
C-O-C est. assim.	1156	1154	1163	1165	-
CH defor. Imidazol	-	-	1163	1165	1170
C-C, C-O, C-H vib. del anillo celulosa	1029	1024	1027	1027	-
Imidazol def. anillo.	-	-	1027	1027	1035
Silanol Si(OH) <sub>4</sub>	-	945	-	945	-
COC, CCO, CCH def. y est. (celulosa)	898	898	898	898	-
HCCH anillo imidazol	-	-	848	848	848
Flexión anillo (LI)	-	-	617	620	623
BF <sub>4</sub> est. asim.	-	-	754	754	754
BF <sub>4</sub> mov. tijera	-	-	521	521	521

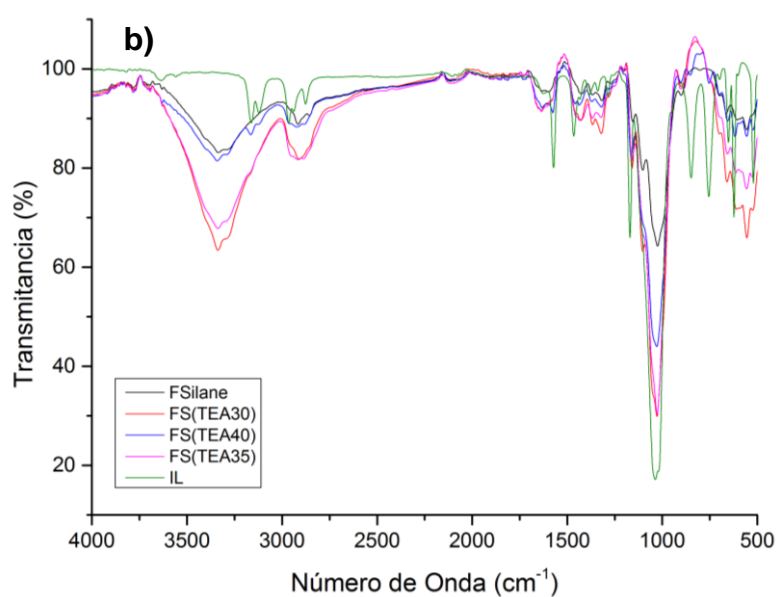
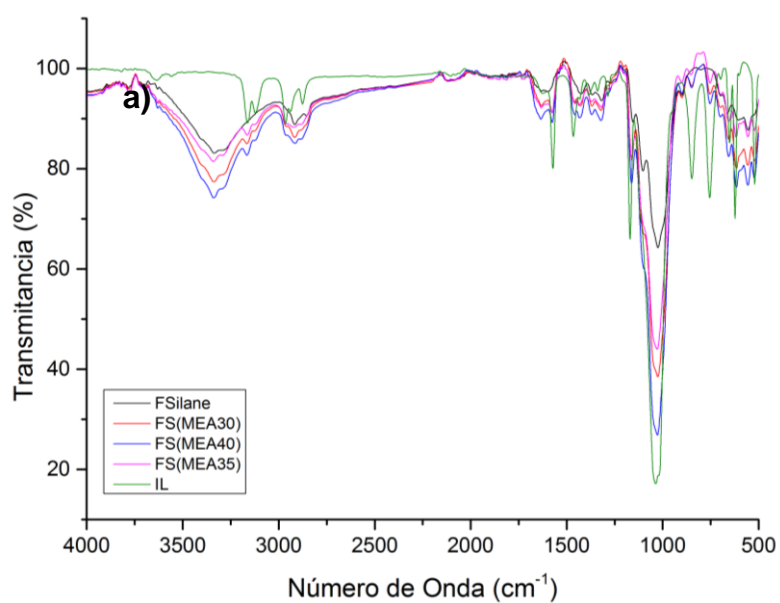
Apéndice B. Tabla de asignación de señales de espectros infrarrojo para biocompositos con tratamiento alcalino.

Asignación	FN(MEA30)	FN(MEA35)	FN(MEA40)	FN(TEA30)	FN(TEA35)	FN(TEA40)
OH (Celulosa)	3336	3338	3336	3336	3336	3336
Amina cuaternaria	3164	3164	3164	3163	3163	3163
Con BF <sub>4</sub>	3123	3123	3123	-	-	-
CH (Alifático LI)	2963	2963	2963	2960	2960	2960
	2877	2877	2877	-	-	-
CH (Celulosa)	2918	2918	2918	2918	2918	2918
	2854	2854	2854	2855	2855	2855
CH <sub>2</sub> -NH <sub>2</sub> (Am. Prim.), H-N-H tijera	1632	1648	1633			
CN, CC (Imidazol)	1573	1575	1575	1573	1573	1573
CH <sub>3</sub> (Líqu. Ionico)	1461	1461	1461	1457	1455	1457
NH de aminas (hom)	1540	1540	1540	-	-	-
C-H(N-CH <sub>2</sub> ) def. sim.	-	-	-	1367	1367	1367
CH <sub>2</sub> (Celulosa) vib en el plano	1368	1368	1368	1367	1367	1367
CH <sub>2</sub> vib del C6	1322	1319	1319	1320	1320	1320
HCH, OCH vib. en plano	1429	1429	1425	1425	1425	1425
C-O-C est. assim.	1162	1161	1161	1159	1159	1159
CH defor. Imidazol	1162	1161	1161	1159	1159	1159
C-C, C-O, C- H vib. del anillo celulosa	1027	1027	1026	1024	1024	1024
Imidazol def. anillo.	1027	1027	1026	1024	1024	1024
COC, CCO, CCH def. y est. (celulosa)	898	898	898	898	898	898
HCCH anillo imidazol	848	848	848	848	848	848

BF <sub>4</sub> est. asim.	754	754	754	754	754	754
BF <sub>4</sub> mov. tijera	521	521	521	521	521	521

Apéndice C. Espectros infrarrojo compositos tratados con silano. a) Compositos con MEA.

b) Compositos con TEA.

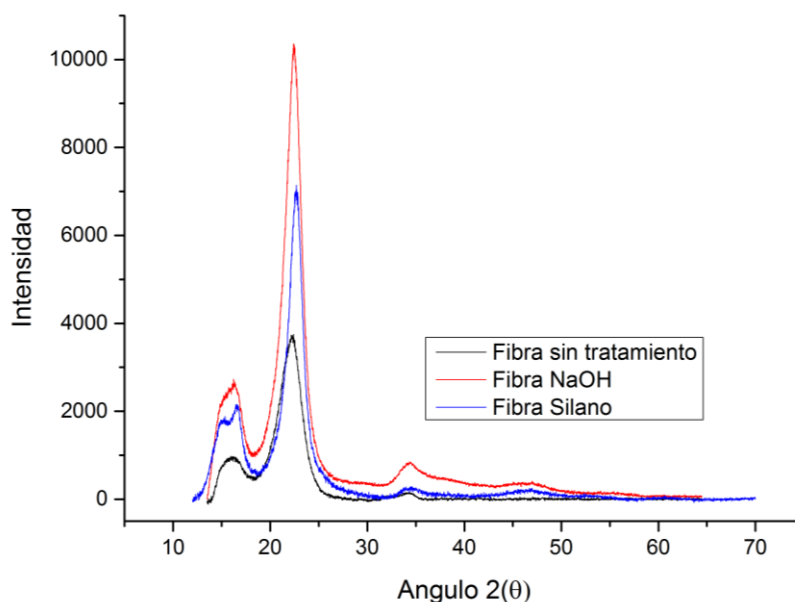


Apéndice D. Tabla de asignación de señales de espectros infrarrojo para biocompositos con tratamiento de silano.

Asignación	FS(MEA30)	FS(MEA35)	FS(MEA40)	FS(TEA30)	FS(TEA35)	FS(TEA40)
Silanol-OH	3405	3405	3405	3405	3405	3405
OH (Celulosa)	3336	3338	3336	3336	3336	3336
Amina cuaternaria	3164	3164	3164	3163	3163	3163
Con BF <sub>4</sub>	3123	3123	3123	-	-	-
CH (Alifático LI)	2963	2963	2963	2960	2960	2960
	2877	2877	2877	-	-	-
CH (Celulosa)	2918	2918	2918	2918	2918	2918
	2854	2854	2854	2855	2855	2855
Silanol	1631	1631	1631	1631	1631	1631
	1573	1573	1573	1573	1573	1573
	1540	1540	1540	1540	1540	1540
CH <sub>2</sub> -NH <sub>2</sub> (Am. Prim.)	1632	1648	1633	-	-	-
CN, CC (Imidazol)	1573	1575	1575	1573	1573	1573
CH <sub>3</sub> (Líqu. Iónico)	1461	1461	1461	1457	1455	1457
NH de aminas (hom)	1540	1540	1540	-	-	-
C-H(N-CH <sub>2</sub> ) def. sim.	-	-	-	1367	1367	1367
CH <sub>2</sub> (Celulosa) vib en el plano	1368	1368	1368	1367	1367	1367
CH <sub>2</sub> vib del C6	1322	1319	1319	1320	1320	1320
HCH, OCH vib. en plano	1429	1429	1425	1425	1425	1425
C-O-C est. assim.	1162	1161	1161	1159	1159	1159
CH defor. Imidazol	1162	1161	1161	1159	1159	1159
C-C, C-O, C-H vib. del anillo celulosa	1027	1027	1026	1024	1024	1024
Imidazol def. anillo.	1027	1027	1026	1024	1024	1024
COC, CCO, CCH def. y est. (celulosa)	898	898	898	898	898	898

HCCH anillo imidazol	848	848	848	848	848	848
BF <sub>4</sub> est. asim.	754	754	754	754	754	754
BF <sub>4</sub> mov. tijera	521	521	521	521	521	521

Apéndice E. Patrón de difracción de fibras sin tratamiento y fibras con tratamiento alcalino y de silano.



Apéndice F. Tabla de asignación de rangos de temperatura de degradación para compositos con tratamiento alcalino.

Muestra	Etapas de degradación	Ti (°C)	Tf (°C)	Pérdida de masa (%)	Asignación
Fibra sin tratamiento	1	60	120	5,67	Agua / Humedad
	2	120	340	50,04	Depolimerización del enlace glucosídico (Celulosa, lignina, hemicelulosa) / Extractivos
	3	340	390	18,62	Hemicelulosa
	4	390	550	14,69	Celulosa y lignina

FNaOH	1	66	123	3,39	Agua / Humedad
	2	123	382	66,46	Depolimerización del enlace glucosídico (Celulosa, lignina, hemicelulosa)
	3	382	500	9,73	Celulosa y lignina
FN-LI	1	53	100	4,4	Agua / Humedad
	2	100	340	48,98	Depolimerización del enlace glucosídico (Celulosa, lignina, hemicelulosa)
	3	340	400	13,81	[BMIM][BF <sub>4</sub> ]
	4	400	550	9,79	Celulosa y restos de lignina
FN(MEA30)	1	53	140	2,28	Agua / Humedad
	2	140	264	5,4	Alcanolamina (MEA)
	3	246	355	51,32	Depolimerización del enlace glucosídico (Celulosa, lignina, hemicelulosa)
	4	355	538	16,71	Celulosa y [BMIM][BF <sub>4</sub> ]
FN(TEA30)	1	46	134	2,79	Agua / Humedad
	2	134	265	15,73	Alcanolamina (TEA)
	3	265	334	45,97	Depolimerización del enlace glucosídico (Celulosa, lignina, hemicelulosa)
	4	334	380	4	[BMIM][BF <sub>4</sub> ]
	5	380	557	9,27	Celulosa y restos de lignina
FN(MEA40)	1	56	153	5,95	Agua / Humedad
	2	153	265	6,75	Alcanolamina (MEA)
	3	265	358	44,73	Depolimerización del enlace glucosídico (Celulosa, lignina, hemicelulosa)
	4	358	535	10,03	Celulosa y [BMIM][BF <sub>4</sub> ]
FN(TEA40)	1	60	120	3,97	Agua / Humedad
	2	120	272	18,5	Alcanolamina (TEA)
	3	272	367	45,03	Depolimerización del enlace glucosídico (Celulosa, lignina, hemicelulosa)
	4	367	550	10,13	Celulosa y [BMIM][BF <sub>4</sub> ]
FN(MEA35)	1	47	99	4,88	Agua / Humedad
	2	99	246	7,2	Alcanolamina (MEA)
	3	246	369	52,34	Depolimerización del enlace glucosídico (Celulosa, lignina, hemicelulosa)
	4	369	555	11,36	Celulosa y [BMIM][BF <sub>4</sub> ]
FN(TEA35)	1	67	119	1,65	Agua / Humedad
	2	119	262	14,65	Alcanolamina (TEA)

3	262	357	47,3	Depolimerización del enlace glucosídico (Celulosa, lignina, hemicelulosa)
4	357	538	11,43	Celulosa y [BMIM][BF <sub>4</sub> ]

Apéndice G. Tabla de asignación de rangos de temperaturas de degradación para compositos con tratamiento de silano.

Muestra	Etapa de degradación	Ti (°C)	Tf (°C)	Pérdida de masa (%)	Asignación
Fsilano	1	56,78	101	4,7	Agua / Humedad
	2	101	383	69,57	Depolimerización del enlace glucosídico (Celulosa, lignina, hemicelulosa)
	3	383	550	10,04	Celulosa y lignina
FS-LI	1	65	121	2,14	Agua / Humedad
	2	121	341	43,78	Depolimerización del enlace glucosídico (Celulosa, lignina, hemicelulosa)
	3	341	389	13,84	[BMIM][BF <sub>4</sub> ]
	4	389	505	15,64	Celulosa y restos de lignina
FS(TEA30)	1	60	90	1,8	Agua / Humedad
	2	90	246	6,41	Alcanolamina (TEA)
	3	246	337	34,53	Depolimerización del enlace glucosídico (Celulosa, lignina, hemicelulosa)
	4	337	396	27,82	[BMIM][BF <sub>4</sub> ]
	5	396	560	8,2	Celulosa y restos de lignina
FS(MEA40)	1	51	122	4,092	Agua / Humedad
	2	122	240	6,86	Alcanolamina (MEA)
	3	240	387	54,81	Depolimerización del enlace glucosídico (Celulosa, lignina, hemicelulosa)
	4	387	522	8,25	Celulosa y [BMIM][BF <sub>4</sub> ]
FS(TEA40)	1	48	125	1,55	Agua / Humedad
	2	125	260	18,22	Alcanolamina (TEA)
	3	260	400	52,24	Depolimerización del enlace glucosídico (Celulosa, lignina,

					hemicelulosa)
	4	400	550	7,78	Celulosa y [BMIM][BF <sub>4</sub> ]
FS(MEA35)	1	56	130	3,84	Agua / Humedad
	2	130	260	5,1	Alcanolamina (MEA)
	3	260	342	43,38	Depolimerización del enlace glucosídico (Celulosa, lignina, hemicelulosa)
	4	342	398	13,93	[BMIM][BF <sub>4</sub> ]
	5	398	555	9,5	Celulosa y restos de lignina
FS(TEA35)	1	50	108	3,87	Agua / Humedad
	2	108	262	12,83	Alcanolamina (TEA)
	3	262	365	50	Depolimerización del enlace glucosídico (Celulosa, lignina, hemicelulosa)
	4	365	540	10,07	Celulosa y [BMIM][BF <sub>4</sub> ]

Apéndice H. Tabla de asignación de señales de espectros infrarrojo de compositos con tratamiento de anhídrido maleico.

Asignación	FAM	FAM+LI	[BMIM][Cl]
OH (Celulosa)	3336	3340	-
Amina cuaternaria con Cl	-	3340	3386
Est. Asim. Etil HCH	-	3097	3074
Est. Asim. CH <sub>3</sub> HCH	-	3148	3145
Est. N <sup>+</sup> -H Sales	-	2959	2959
est. sim. y asim. C-H (LI)	-	2935	2935
	-	2873	2872
CH (Celulosa)	2914	2916	-
	2851	2853	-
Est. Sim. C=O (COOH)	1704	1723	-
Est. C=N, C=C (Imidazol), Carboxilato COO <sup>-</sup>	-	1638	1646
CN, CC (Imidazol)	-	1569	1568
CH <sub>3</sub> (LI), Def. asim. CH, CN	-	1462	1462
Est. CC, N-CH <sub>2</sub>	-	1426	1432
Def. asim. C-H (LI)	-	1364	1379
C=C del Anh. Maleico	1503	-	.

CH <sub>2</sub> (Celulosa) vib en el plano	1363	1364	-
CH <sub>2</sub> vib del C6	1313	1315	-
Butil, HCH, sim.	-	-	1288
Est. Sim. C-O grupo éster	1212	1206	-
C-O-C est. assim.	1160	1164	-
CH defor. Imidazol	-	1164	1167
C-C, C-O, C-H vib. del anillo celulosa	1029	1029	-
Est. CN	-	1029	1023
COC, CCO, CCH def. y est. (celulosa)	896	896	-
HCCH anillo imidazol	-	868	858
COOH libre	859	868	-
Def. CH fuera del plano	-	753	758
Vib. CH del C=C	-	650	652
Flexión sim. fuera del plano CH <sub>2</sub> -N	-	620	620

*Apéndice I. Tabla de datos empleados en cálculos de captura de CO<sub>2</sub> de compositos preparados por métodos físicos.*

<b>Nombre</b>	<b>Masa (g)</b>	<b>Densidad (g/cm<sup>3</sup>)</b>	<b>Delta P (bar)</b>	<b>mg CO<sub>2</sub>/g</b>
<b>Fibra sin tratar</b>	0,6611	0,4519	11,59	80,83
<b>FNaOH</b>	0,6308	0,3389	12,04	101,90
<b>FN-LI</b>	0,6303	0,3994	11,90	108,30
<b>FN(MEA30)</b>	0,7808	0,4043	11,78	75,63
<b>FN(TEA30)</b>	0,8500	0,3482	12,11	104,86
<b>FN(MEA40)</b>	0,8252	0,4071	12,00	98,08
<b>FN(TEA40)</b>	0,6536	0,5451	12,45	113,13
<b>FN(MEA35)</b>	0,8258	0,6531	11,97	75,01
<b>FN(TEA35)</b>	0,5353	0,2834	12,00	141,11
<b>Fsilano</b>	0,4633	0,3746	11,65	78,59
<b>FS-LI</b>	0,6247	0,4740	11,92	65,02
<b>FS(MEA30)</b>	0,7717	0,4484	11,78	61,75
<b>FS(TEA30)</b>	0,7291	0,6115	12,02	86,66
<b>FS(MEA40)</b>	0,7824	0,3684	11,62	87,79

<b>FS(TEA40)</b>	0,8427	0,3955	11,63	78,82
<b>FS(MEA35)</b>	0,8580	0,4023	11,25	57,89
<b>FS(TEA35)</b>	0,8351	0,5021	11,52	79,93

*Apéndice J. Resultados de ensayos de re-uso en captura de dióxido de carbono del composito*

*FN(TEA40).*

<b>Ciclo</b>	<b>mg CO<sub>2</sub>/g</b>
<b>1</b>	113 ± 11
<b>2</b>	96,49 ± 0,26
<b>3</b>	84 ± 8
<b>4</b>	86 ± 7
<b>5</b>	102 ± 4

*Apéndice K. Certificado de participación “5th Iberoamerican Meeting on Ionic Liquids (IMIL 2017)”.*

