

**TRATAMIENTO DE AGUAS RESIDUALES CON OILGELES OBTENIDOS A  
PARTIR DE POLIGLICEROL**

**CRISTIAN ANDRES GARCIA CORREDOR  
CRISTIAN CAMILO BUITRAGO ESCAMILLA**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERIAS FISICOQUIMICAS  
ESCUELA DE INGENIERIA QUIMICA  
BUCARAMANGA**

**2015**

**TRATAMIENTO DE AGUAS RESIDUALES CON OILGELES OBTENIDOS A  
PARTIR DE POLIGLICEROL**

**CRISTIAN ANDRES GARCIA CORREDOR**

**CRISTIAN CAMILO BUITRAGO ESCAMILLA**

**Trabajo presentado como requisito de  
Ingeniero Químico**

**Director**

**GUSTAVO EMILIO RAMIREZ CABALLERO**

**Ingeniero Químico Ph. D**

**Codirector**

**HERNAN CAMILO CALDERON SARMIENTO**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERIAS FISICOQUIMICAS**

**ESCUELA DE INGENIERIA QUIMICA**

**BUCARAMANGA**

**2015**

## **AGRADECIMIENTOS**

A la Universidad Industrial de Santander y la Escuela de Ingeniería Química por aportarnos los conocimientos y enseñanzas para nuestra formación profesional y personal.

Al doctor Juan Carlos Sierra Ayala por darnos la oportunidad de realizar este proyecto en Ferticol S.A y por su compromiso y respaldo en el desarrollo del presente trabajo.

Al personal de Fertilizantes Colombianos S.A por su colaboración y asesoramiento.

Al Ingeniero Navarro por su apoyo, tiempo y conocimientos compartidos.

Al Doctor Gustavo Ramírez por permitirnos ser parte del grupo de investigación en polímeros y por su acompañamiento.

Al Ingeniero Hernán Camilo Calderón por su dedicación, constancia, esfuerzo, amistad y enseñanzas en la realización de este trabajo.

Al grupo de investigación en polímeros por el asesoramiento y confianza brindada.

## *DEDICATORIA*

*Dios por guiarme y permitirme aprender, conocer, superar y apreciar cada etapa de mi camino.*

*A mis padres por su amor incondicional, paciencia, esfuerzo, fortaleza, y dedicación, por ser la razón y el motivo de seguir adelante en mi crecimiento como persona y profesional.*

*A mis hermanos Adru y Natu por creer en mí, gracias por su comprensión, cariño y afecto en cada momento en que los he necesitado.*

*A mi cómplice Ingrid Sierra por su apoyo constante, por sus consejos en los momentos difíciles que hemos superado, y por las aventuras que han hecho de esta amistad una razón para creer y luchar por alcanzar nuestra felicidad.*

*Al mi compañero Cristian Buitrago por su amistad, dedicación y optimismo viendo en cada desafío una oportunidad más de mejorar y avanzar hasta lograr esta meta.*

*A mis amigos Ingrid Camargo, Paola Ibañez, Vanessa Blanco, Deisy Villamizar, Andrea Guerreo (Amellie), Sebastián Fajardo (Fajardiño), Sandra Moreno, Carlos González (Steban), Andrés Barrera, “los viejos” por tantos recuerdos, alegrías y enseñanzas aprendidas a lo largo de este camino. A mi Familia Ferticolera Tanya Panesso y Carolina Henao por su compañía, lealtad y apoyo.*

*Cristian García.*

## **DEDICATORIA**

*A Dios por darme sencillez, sabiduría con la cual se pudo lograr todo lo que se tenía planeado.*

*A mi padre Emilio Buitrago que desde el cielo sé que me está acompañando y apoyando porque ese era su sueño. A la persona más importante en mi vida mi madre Nohemy Escamilla gracias a ella soy la persona que soy y estoy logrando esta meta porque ella siempre me ha apoyado en cada cosa que he decidido emprender. A mi tía Aura que es para mí una segunda mamá por el cariño y fortaleza que me ha brindado.*

*A mi compañero Cristian García porque fue un gran apoyo en este proceso, con la paciencia y tolerancia que tuvimos logramos trabajar en equipo, aprendí mucho de él.*

*A mi mejor amiga Vanessa, a Mauricio, Liyen, Cristian U, Reinaldo, Mariame y mis otros compañeros con los que empecé la carrera que siempre creyeron en mí y me apoyaron dándome palabras de aliento para seguir adelante ante alguna adversidad que se me presentaba. Gracias por la amistad sincera e incondicional.*

*A mis amigos William, José A, Alvarito, Carito, David A, Verónica, Jairo D, Natalia Pérez por sus palabras, los momentos compartidos y saber que han creído y seguirán creyendo en mí. Los quiero mucho.*

*Solo me queda agradecerle a todas las personas que hicieron parte de esta etapa de mi vida, ya que de cada una de ellas aprendí algo, lo cual me apporto para ser la persona que soy hoy en día.*

*Cristian Buitrago*

## TABLA DE CONTENIDO

	<b>Pág.</b>
INTRODUCCIÓN.....	18
1. METODOLOGIA EXPERIMENTAL.....	28
1.1 REACTIVOS Y MATERIALES.....	28
1.2 DIAGRAMA DEL PROCESO.....	28
1.3 DESARROLLO EXPERIMENTAL.....	29
1.3.1 Polimerización del glicerol y esterificación del poliglicerol.....	29
1.3.2 Lavado y secado del poliglicerol éster.....	30
1.3.3 Entrecruzamiento.....	30
1.3.4 Curado.....	31
1.3.5 Modificación post-sintética.....	31
1.4 CARACTERIZACIÓN.....	31
1.4.1 Pruebas de hinchamiento.....	31
1.4.2 Análisis termogravimétrico (TGA) .....	31
1.4.3 Microscopia Electrónica de Barrido (SEM) .....	32
1.4.4 Absorción y adsorción con columna empacada.....	32
1.4.5 Espectroscopía infrarroja (IR) .....	32

2. RESULTADOS.....	33
2.1 PRUEBAS DE HINCHAMIENTO.....	33
2.1.1 Prueba de hinchamiento en aceite.....	33
2.1.2 Prueba de hinchamiento compuestos polares.....	34
2.1.2 Prueba de hinchamiento compuestos polares.....	35
2.3 MICROSCOPIAS ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM) .....	37
2.4 RESULTADOS ABSORCIÓN Y ADSORCIÓN EN COLUMNA EMPACADA.....	38
2.5 ESPECTROSCOPIA INFRARROJA (IR) .....	39
3. CONCLUSIONES.....	42
4. RECOMENDACIONES.....	43
CITAS BIBLIOGRAFICAS.....	44
BIBLIOGRAFIA.....	49
ANEXOS.....	54

## LISTA DE FIGURAS

	<b>Pág.</b>
Figura 1. Reacción de polimerización de glicerol .....	21
Figura 2. Estructura molecular de esteres de poliglicerol y ácido oleico .....	22
Figura 3. Esquema reacciones de entrecruzamiento.....	22
Figura 4. Mecanismo de Adsorción en Mofs Cu-BTC hacia compuestos polares. .....	23
Figura 5. Complejos de coordinación en iones metálicos Cu <sup>+</sup> .....	24
Figura 6. Esterificación parcial.....	24
Figura 7. Mecanismo de síntesis de Mofs Cu-BTC.....	25
Figura 8. Descripción del proceso de síntesis, modificación post-sintética y caracterización de oilgeles.....	26
Figura 9. Resultados pruebas de hinchamiento en aceite de oilgeles.....	32
Figura 10. Prueba de hinchamiento en hidróxido de amonio.....	33
Figura 11. Prueba de hinchamiento en nitrato de amonio.....	33
Figura 12. Prueba de hinchamiento en nitrato de calcio.....	34
Figura 13. Termograma TGA de oilgeles al 90 y 100% de esterificación.....	35
Figura 14. Termograma TGA de oilgelfuncionalizado (Cu).....	35
Figura 15. Micrografías SEM oilgeles 100%, 100µm (a), 20µm (b), 10µm (c).....	36
Figura 16. Micrografías SEM oilgeles Cu 100µm(a), 20µm(b), 10µm(c).....	36
Figura 17: Composición atómica Oilgelfuncionalizado.....	36

Figura 18. Espectros FTIR de oilgeles al 90 y 100% de esterificación y oilgelfuncionalizado (Cu).....	37
Figura 19. Espectros FTIR de oilgelfuncionalizado (Oilgel Cu), antes y después de pruebas de Hinchamiento (OilgelCuT).....	37

## LISTA DE TABLAS

	<b>Pág.</b>
Tabla 1. Clasificación Tratamientos de aguas residuales.....	18
Tabla 2.Principales contaminantes.....	19
Tabla 3. Principales Tratamientos Terciarios.....	20
Tabla 4. Condiciones para reacciones de polimerización y esterificación de glicerol.....	28
Tabla 5. Condiciones para reacciones de entrecruzamiento.....	29

## LISTA DE ANEXOS

	<b>Pág.</b>
ANEXO A. Valores límites permitidos para nutrientes proyecto de ley vertimientos que modificara resolución 0631 de 2015.....	53
ANEXO B. Cálculo de la relaciones glicerol-ácido oleico.....	54
ANEXO C. Protocolo de síntesis y esterificación.....	56
ANEXO D. Protocolo de entrecruzamiento.....	57
ANEXO E. Calculo cantidad de nitrato de cobre.....	59
ANEXO F. Pruebas preliminares .....	60
ANEXO G. Pruebas preliminares tiempo de esterificación parcial.....	59
ANEXO H. Protocolo de funcionalización.....	60
ANEXO I. Protocolo columna empacada.....	61
ANEXO J. Características de los oilgeles obtenidos.....	62
ANEXO K. Resultados pruebas de hinchamiento en aceite.....	63
ANEXO L. Pruebas preliminares de hinchamiento en compuestos polares.....	64
ANEXO M. Termogramas TGA.....	66

## RESUMEN

**TÍTULO:** TRATAMIENTO DE AGUAS RESIDUALES CON OILGELES OBTENIDOS A PARTIR DE POLIGLICEROL\*

**AUTORES:** CRISTIAN ANDRES GARCIA CORREDOR\*\*  
CRISTIAN CAMILO BUITRAGO ESCAMILLA\*\*

**PALABRAS CLAVES:** Oilgel, poliglicerol, esterificación, nitrato de cobre, funcionalización.

### DESCRIPCIÓN:

En el presente trabajo se llevó a cabo la síntesis y caracterización de una estructura polimérica hidrofóbica y oleofílica llamada oilgel, la cual por medio de un proceso de funcionalización en donde se añadió cobre a la red interna del material, adquirió la capacidad de adsorción hacia compuestos aniónicos.

Se determinó la ruta de funcionalización adecuada teniendo en cuenta la modificación de precursores y modificación post-sintética del material. Además de la variación en la relación de la fuente de cobre (nitrato de cobre). El método seleccionado permitió la adhesión de cobre metálico sin afectar los protocolos de esterificación y entrecruzamiento llevados a cabo para la formación de la estructura del oilgel.

Se obtuvo un material uniforme, con una capacidad de absorción de grasas y aceites de hasta 12 veces su peso. De igual forma se estudió la capacidad de adsorción hacia compuestos polares como hidróxido de amonio, nitrato de amonio y nitrato de calcio encontrados en aguas residuales. Obteniendo resultados favorables para su aplicación y estudio en sistemas de tratamiento de aguas residuales. Los oilgeles obtenidos fueron caracterizados por microscopia electrónica de barrido (SEM) para verificar la presencia de cobre, la pérdida de peso en función de la temperatura por análisis termo gravimétrico (TGA), y la presencia de los principales grupos funcionales por espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR).

---

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

\*\*Facultad de ingenierías fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Director: PhD. Gustavo E. Ramírez. Codirector: Ing. Hernán Camilo Calderón.

## ABSTRACT

**TÍTULO:** TREATMENT OF WASTE WATER USING OILGELS SYNTHESIZED FROM POLYGLYCEROL \*

**AUTHORS:** CRISTIAN ANDRES GARCIA CORREDOR\*\*  
CRISTIAN CAMILO BUITRAGO ESCAMILLA\*\*.

**KEYWORDS:** Oilgel, polyglycerol, esterification, copper nitrate, functionalization.

### DESCRIPCIÓN:

In the present work we synthesized and characterized a polymeric structure hydrophobic and oleophilic named oilgel, which through a functionalization process, where copper was added in the internal network, acquired the adsorption capacity towards compounds anionic

The appropriate functionalization pathway was determined taking into account the modification of precursor and post-synthetic modification of the material, varying the ratio of the source of copper (copper nitrate)The chosen method allowed the adhesion of metallic copper without affecting protocols esterification and crosslinking carried out for forming oilgel structure.

A uniform material was obtained, with a capacity of absorption of fats and oils up to 12 times its weight. The adsorption capacity to polar compounds like ammonium hydroxide, ammonium nitrate and calcium nitrate in waste water was examined. Obtaining favorable results to the application and study of functionalized oilgels in waste water treatments. The oilgels were characterized by determining the presence of copper by scanning electron microscope (SEM), the weight loss as a function of temperature by thermogravimetric analysis (TGA), and the identification of the main functional groups by Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR).

---

\* Graduation Project to qualify for the degree in chemical engineering.

\*\* Faculty of Physical and Chemical Engineering. Chemical Engineering Department. Director: PhD. Gustavo E. Ramírez Codirector: Eng. Hernán Camilo Calderón.

## ABREVIATURAS

<b>DVB</b>	Divinilbenceno
<b>PGE</b>	Poliglicerol éster
<b>IR</b>	Espectroscopia Infrarroja
<b>DSC</b>	Calorimetría diferencial de Barrido
<b>Tg</b>	Temperatura de transición vítrea
<b>TGA</b>	Análisis termogravimétrico
<b>SEM</b>	Microscopia electrónica de barrido
<b>Wt</b>	Peso

## INTRODUCCIÓN

El manejo del recurso hídrico necesario tanto para actividades industriales como para satisfacer la demanda básica de nuestra sociedad, es un tema de gran importancia no solo por los crecientes requerimientos por parte de la población humana sino por el consumo dado en las diferentes actividades desarrolladas por el hombre (procesos petroquímicos, industria alimentaria, industria minera, entre otras) [1]. Estas generan un impacto ambiental que repercute en la calidad de vida de los seres humanos, así como en la protección y conservación de los diferentes ecosistemas y recursos esenciales para nuestro desarrollo[2].

El uso racional del agua y la adecuación de plantas de potabilización y tratamiento de aguas residuales, son alternativas empleadas a nivel industrial, con el fin de minimizar el daño ocasionado por vertimientos[3]. Así mismo, cumplir con las legislaciones ambientales que permitan proporcionar y administrar adecuadamente este recurso según las disposiciones establecidas en los decretos 3930 de 2010 (parcialmente modificado por el decreto 4728 de 2010) en cuanto a usos del agua y residuos líquidos [5], el decreto 1575 de 2010[6] que establece Sistema para la Protección y Control de la Calidad del Agua para Consumo Humano, y los parámetros fisicoquímicos dados en la resolución 2115 de 2007 referentes a la normatividad para el agua de consumo humano [7].

Para garantizar el cumplimiento de estas normatividades en sistemas de tratamiento de aguas industriales, se desarrollan una serie de procesos físicos, químicos y biológicos que pueden clasificarse en tratamientos primarios, secundarios y terciarios, centrándose en la eliminación de contaminantes presentes en aguas residuales. Los principales tratamientos llevados a cabo para tratar aguas provenientes del sector industrial, así como su clasificación por niveles o etapas se detallan en la tabla 1[8]:

**Tabla 1.** Clasificación Tratamientos de aguas residuales.

Nivel	Descripción	Procesos llevados a cabo
<b>Tratamientos Primarios</b>	Permiten la remoción de materia insoluble, sólidos en suspensión, grasas y espumas.	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Cribado.</li> <li>• Sedimentación.</li> <li>• Flotación.</li> <li>• Floculación.</li> </ul>
<b>Tratamientos Secundarios</b>	Comprenden tratamientos biológicos convencionales para la eliminación de materia orgánica (DBO).	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Activación de lodos.</li> <li>• Aireación prolongada.</li> <li>• Filtros Biológicos.</li> <li>• Reactores Biológicos.</li> </ul>
<b>Tratamientos Terciarios</b>	Eliminan sustancias que no pueden ser removidas por medio de tratamientos primarios y secundarios como el fósforo, nitrógeno y metales.	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Adsorción (carbón activado).</li> <li>• Intercambio iónico.</li> <li>• Osmosis inversa.</li> <li>• Electrodialisis.</li> <li>• Cloración.</li> <li>• Ultrafiltración.</li> <li>• Oxidación biológica.</li> <li>• Oxidación anaerobia.</li> </ul>

Fuente: RubensSetteRamalho, Domingo Jiménez Beltrán, tratamiento de aguas residuales.

Los niveles de clasificación mencionados así como la elección de los métodos adecuados dependen de la composición del agua. Aunque generalmente las aguas provenientes de fuentes industriales contienen una mezcla de materia orgánica e inorgánica, pueden intervenir otros contaminantes asociados a los procesos que se lleven a cabo según el tipo de industria (ver tabla 2), por ello es necesario caracterizar e identificar sustancias contaminantes que se encuentren en las muestras a tratar, para llevar a cabo el tratamiento adecuado; los principales contaminantes y sus efectos adversos se mencionan en la tabla 2 [9,10]:

Aunque la mayor parte de estas sustancias pueden ser eliminadas fácilmente por métodos primarios y secundarios, los nutrientes y compuestos tóxicos requieren de métodos especiales (tratamientos terciarios), los cuales requieren una alta inversión e implican altos costos operativos para reducir sus cantidades y permitir la reutilización de aguas regeneradas [11]; los principales tratamientos terciarios, su descripción y principales desventajas se describen en la tabla 3.

**Tabla 2.** Principales contaminantes.

<b>Agente</b>	<b>Descripción</b>
<b>Sólidos en suspensión</b>	Conducen al desarrollo de depósito de fangos, aumentando las condiciones anaerobias de las zonas de vertido.
<b>Materia orgánica biodegradable</b>	Compuesta principalmente por proteínas, carbohidratos, y grasas animales. Se mide en unidades de DBO y DQO, conducen al agotamiento de recursos naturales de oxígeno y condiciones sépticas.
<b>Materia orgánica refractaria</b>	Compuestos que resisten la degradación microbiana como los fenoles, tenso-activos y pesticidas.
<b>Nutrientes</b>	Los principales nutrientes acuáticos como nitrógeno, fósforo y carbono favorecen el crecimiento de una vida acuática no deseada conduciendo al fenómeno de eutrofización en aguas superficiales y subterráneas.
<b>Compuestos tóxicos</b>	Son compuestos orgánicos e inorgánicos determinados en base a su cancerogenicidad, mutagenicidad, teratogenicidad o toxicidad aguda conocida o sospechada, entre ellos se encuentran los cianuros, boro, flúor, arsénico.

Fuente: [9,10].

Actualmente no existe un tratamiento en el cual se mitigue totalmente el impacto generado por los contaminantes descritos, por ello, es importante realizar investigaciones encaminadas en la recuperación y protección de los efluentes contaminados, basadas en el desarrollo de nuevos materiales y sistemas de bioremediación a partir de fuentes renovables que garanticen una estabilidad y eficiencia, sin generar contaminación residual [18].

**Tabla 3. Principales Tratamientos Terciarios.**

Tratamiento	Descripción	Desventajas
<b>Electrodiálisis</b>	Aplica un corriente directa a través de un flujo de agua, separado en capas verticales por membrana permeables a cationes y aniones.	El ensuciamiento provocado por iones y coloides cargados, propician crecimiento microbiano en las capas de las membranas.
<b>Osmosis Inversa</b>	El agua a purificar pasa por medio de una membrana semipermeable que atrapa todo el material particulado.	Requiere de pre tratamientos para prevenir el ensuciamiento de membranas [13]
<b>Cloración</b>	Permite la desinfección de microorganismos y patógenos.	En dosis no adecuadas afecta el olor y sabor del agua, además promueve la formación de cloraminas [15]
<b>Adsorción en carbón activado</b>	Proporciona altos rendimientos en eliminación de DBO y DQO	El proceso de regeneración térmica es costoso y genera residuos, poca afinidad hacia moléculas de gran tamaño como grasas y aceites. [16,17]

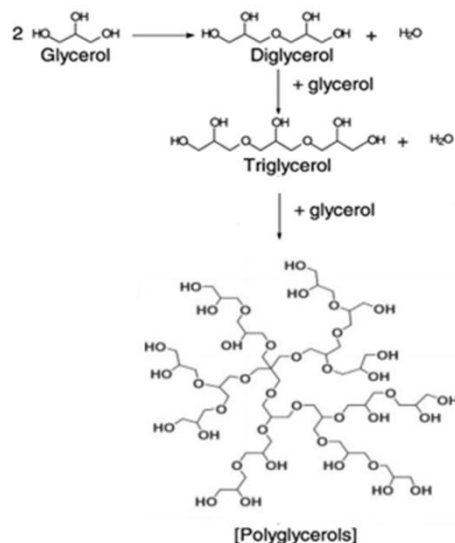
Fuente: [13, 14, 15,16].

Una alternativa potencial, que ha sido objeto de estudio por parte del Grupo de Investigación en Polímeros de la Universidad Industrial de Santander es el desarrollo de oilgeles sintetizados a partir de glicerol, obtenido como subproducto en la producción de biodiesel gracias al incremento en la demanda de biocombustibles. Aquel ha sido empleado como materia prima en la elaboración de productos como emulsificantes, aditivos para asfaltos, poliuretanos, entre otros [19], estos nuevos materiales han demostrado su capacidad de absorción en compuestos de interés como grasas, aceites, solventes no polares, hidrocarburos, entre otros, debido a su carácter oleofílico e hidrofóbico. En este trabajo de grado, se plantea su aplicabilidad en sistemas tratamientos de aguas residuales [20].

La síntesis de oilgeles puede ser descrita en tres etapas [21]:

1) Reacción de polimerización de glicerol en poliglicerol:

**Figura 1.** Reacción de polimerización de glicerol.



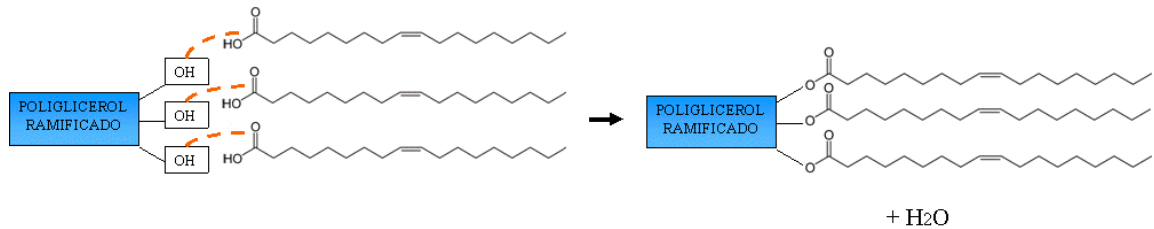
Fuente: Clacens J.-M., Pouilloux Y., Barrault J. Selective etherification of glycerol to polyglycerols over impregnated basic MCM-41 type mesoporous catalysts.

La molécula de glicerol en presencia de ácido sulfúrico como catalizador reacciona consigo misma formando enlaces éteres conduciendo a la formación de diglicerol y triglicerol previos al poliglicerol [21], el cual es un poliálcool altamente ramificado con una gran cantidad de grupos hidroxilo que le aportan un carácter hidrofílico además de la posibilidad de dar lugar a reacciones de esterificación que permitan aportar nuevas propiedades [22].

2) Esterificación del poliglicerol:

La reacción de esterificación se realiza mediante la adición de un ácido (alifático o aromático) [22] en presencia de un catalizador ácido (ácido sulfúrico agregado en la etapa anterior) [21]. Con el fin de permitir un entrecruzamiento posterior a la esterificación se usa ácido oleico debido a la presencia de insaturaciones en su cadena. [22]

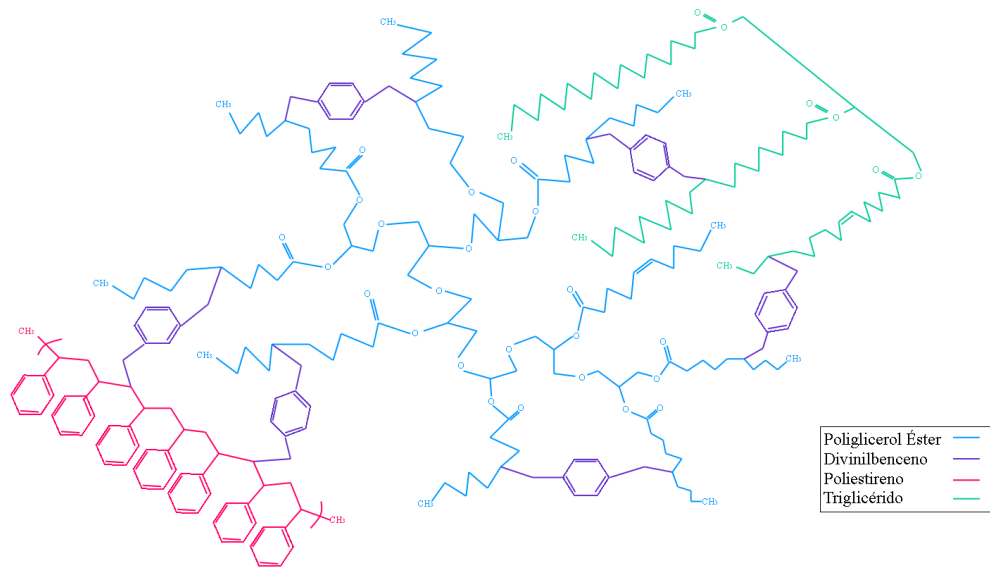
**Figura 2.** Estructura molecular de esteres de poliglicerol y ácido oleico.



Fuente: Torres Jiménez Carlos Mario, Silva Supelano Sandra Lorena, Síntesis y caracterización de un oilgel a partir de poliglicerol.

### 3) Entrecruzamiento con estireno, divinilbenceno y aceite de palma:

**Figura 3.** Esquema reacciones de entrecruzamiento.



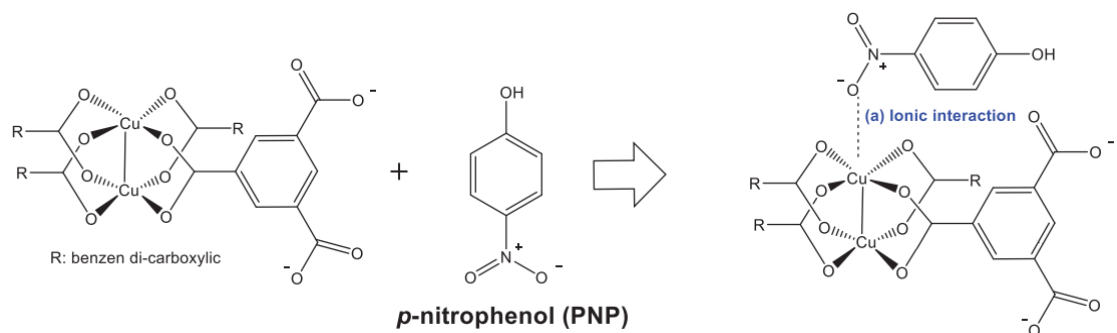
Fuente: Castellanos Hernández Paola, Gómez León Lilibet, Síntesis y caracterización de un oilgel a partir de poliglicerol por el método de micro emulsión.

Mediante la adición de estireno (con el fin de producir poliestireno y aportar rigidez), aceite de palma (para dar flexibilidad al material), divinilbenceno como agente entrecruzante (el cual interactúa con el poliestireno formado, las

instauraciones y triglicéridos presentes en el ácido oleico y en el aceite de palma), y peróxido de benzoilo como iniciador, se obtiene una estructura de red que otorga capacidad de absorción al oilgel sintetizado [19,20].

Aunque los oilgeles obtenidos por medio de esta ruta presentan una estructura porosa hidrofóbica y oleofílica que les permiten absorber grasas, aceites y compuestos no polares como tolueno[21], se considera la funcionalización de estos materiales por medio de la adición de iones metálicos como cobre, con el fin de aportar propiedades de adsorción hacia contaminantes polares (amoníaco, nitritos y nitratos), pues se han realizado estudios previos en catalizadores y redes metal-orgánicas de alta porosidad (MOFs) con sitios activos que contienen iones  $\text{Cu}^+$  según los resultados reportados por *Petit Camille et al.*[24] donde se denota la capacidad de adsorción de amoníaco (23,1 % wt), y *Kun-Yi Andrew Lin et al*[25] en nitro-fenol (40% wt).

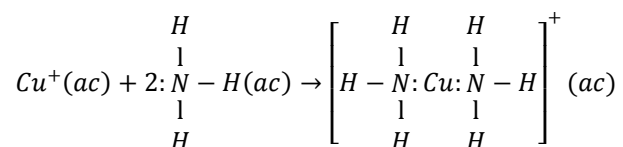
**Figura 4.** Mecanismo de Adsorción en Mofs Cu-BTC hacia compuestos polares.



Fuente: Kun-Yi Andrew Lin et al, Copper-based metal organic framework (MOF), HKUST-1, as an efficient adsorbent to remove p-nitrophenol from water.

El mecanismo de Adsorción es descrito como el resultado de la interacción iónica de las sustancias en los sitios del material que albergan el ion metálico, además de los complejos de coordinación formados debido a la presencia de orbitales de valencia vacíos en los iones metálicos permitiendo aceptar pares de electrones, como el ion  $\text{Cu}^+$ . [31][32]

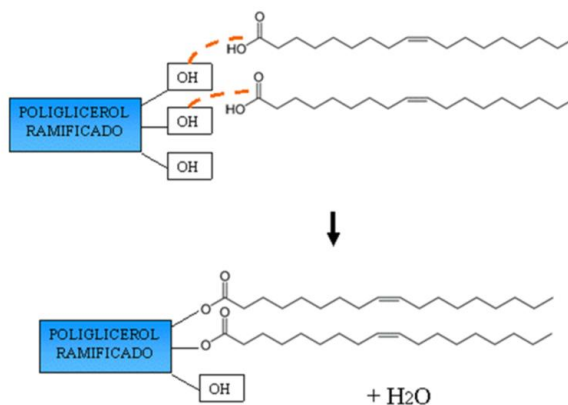
**Figura 5.** Complejos de coordinación en iones metálicos Cu<sup>+</sup>.



Fuente: [31][32]

En la literatura se encuentran una gran variedad de estudios enfocados en la adición de grupos funcionales en materiales orgánicos e inorgánicos en los que se contemplan métodos que involucran la modificación de precursores[26,28]. Sin embargo, existen dificultades para mantener condiciones de reacción estables, por ello se plantean también métodos post-sintéticos efectivos gracias a la alta porosidad de las estructuras que permiten el acceso de reactivos, permitiendo la funcionalización del material.[26,27]

**Figura 6.** Esterificación parcial.

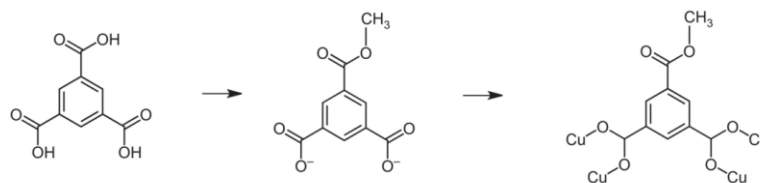


El presente trabajo de investigación tiene como objetivo comprobar y comparar la efectividad de oilgeles con oilgelesfuncionalizadoscon cobre en la remoción de nutrientes y sustancias eutrofizantes presentes en aguas residuales. La ruta propuesta para realizar la modificación de oilgeles consiste en la esterificación parcial de políglicerol para garantizar disponibilidad de grupos hidroxilos, los

cuales luego del entrecruzamiento estarán disponibles para permitir una interacción iónica con cobre.

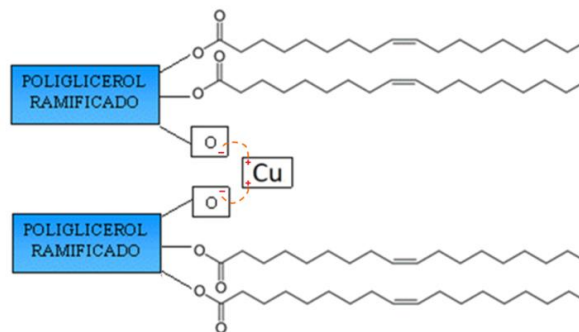
El mecanismo de reacción de deposición de cobre en la estructura del material propuesto es similar a la reacción llevada a cabo en la síntesis “solvotermal de MOF Cu-BTC”, en donde los iones de cobre  $\text{Cu}^{+2}$ , interactúan iónicamente con el oxígeno con carga negativa del grupo carbonilo, aportado por el ácido trimésico [29].

**Figura 7.** Mecanismo de síntesis de MOFs Cu-BTC.



Fuente: M. Infas H. Mohideen et al. Protecting group and switchable pore-discriminating adsorption properties of a hydrophilic–hydrophobic metal–organic framework

**Figura 8.** Interacción iónica del cobre con OH disponibles:



Para llevar a cabo la funcionalización con cobre en la estructura, se adiciona nitrato de cobre trihidratado como fuente de iones metálicos, este compuesto ha sido implementado previamente por el grupo de Investigación de Polímeros de la Universidad Industrial de Santander (GIP) en la síntesis de redes metal-orgánicas CuBTC [30], después del proceso de entrecruzamiento, manteniendo fija la

proporción de nitrato de cobre seleccionada por medio de pruebas preliminares. Las relaciones de glicerol, ácido oleico, ácido sulfúrico, aceite de palma, divinilbenceno y estireno se basan en el estudio realizado por los estudiantes del GIP UIS [21].

# 1. METODOLOGIA EXPERIMENTAL

## 1.1 REACTIVOS Y MATERIALES

En la etapa de síntesis del presente trabajo de investigación se empleó glicerol al 85% v/v (Merck), ácido sulfúrico al 95% de pureza (Merck), divinilbenceno (Merck), estireno (Merck), peróxido de benzoilo (Merck), ácido oleico comercial y aceite de palma comercial. Para el proceso de modificación post-sintética se utilizó nitrato de cobre trihidratado (Panreac).

## 1.2 DIAGRAMA DEL PROCESO

**Figura 8.** Descripción del proceso de síntesis, modificación post-sintética y caracterización de oilgeles.



### 1.3 DESARROLLO EXPERIMENTAL

**1.3.1 Polimerización del glicerol y esterificación del poliglicerol:**El montaje empleado para la síntesis de poliglicerol como precursor del proceso de esterificación, consta de un reactor con capacidad de 50 ml, cuenta con tres boquillas para permitir el ingreso de nitrógeno, adicionar reactivos y para acoplar el termómetro de monitoreo de temperatura interna, sumergido en un baño de aceite mineral sobre una plancha de calentamiento. El reactor posee además una salida lateral, la cual permite la salida de productos intermedios (agua) hacia un condensador conectado a una bomba de vacío.

En esta parte del proceso se llevan a cabo las reacciones de polimerización de glicerol a poliglicerol utilizando como catalizador ácido sulfúrico (ver figura 1.), una vez terminada la reacción se agrega ácido oleico para iniciar la esterificación del poliglicerol. Se propone realizar dos rutas para sintetizar oilgeles (esterificación 100%) y oilgelesfuncionalizados (esterificación parcial al 90%) con el fin de garantizar la disponibilidad de grupos hidroxilos necesarios para llevar a cabo la modificación post sintética con cobre, las condiciones en las que se efectúan las reacciones son:

**Tabla 2.** Condiciones para reacciones de polimerización y esterificación de glicerol.

<b>Parámetro</b>	<b>Esterificación 100%</b>	<b>Esterificación 90%</b>
Temperatura (°C)	160	160
Presión de Vacío (in Hg)	22	22
Cantidad de glicerol (ml)	10	10
Cantidad de Catalizador (%p/p)	4,8%	4,8%
Cantidad de ácido oleico (ml)	11,89*	10,75*

\* Anexo B.

El protocolo y montaje de las reacciones de polimerización y esterificación se especifican en el anexo C.

**1.3.2 Lavado y secado del poliglicerol éster:** Con el fin de eliminar el ácido sulfúrico remanente en el poliglicerol éster (que puede afectar el proceso de entrecruzamiento), se realiza un lavado con agua cada 12 horas, monitoreando el pH del agua de cambio hasta que sea equivalente al de el agua destilada (5). Finalmente la muestra de poliglicerol éster se seca en un horno a 80°C por 24 horas.

**1.3.3 Entrecruzamiento:** En esta etapa de síntesis se emplea el poliglicerol éster obtenido en el procedimiento anterior, divinilbenceno, estireno, aceite de palma y peróxido de benzoilo. El montaje implementado para realizar el protocolo de entrecruzamiento (descrito en el anexo D) consta de un reactor con fondo plano de 100ml con tapón, un agitador magnético, un baño de aceite y una plancha de calentamiento; las condiciones en las que se obtiene un oilgel con mejor desempeño en absorción se describen a continuación [20]:

**Tabla 3.** Condiciones para reacciones de entrecruzamiento.

Parámetro	Valor
Temperatura (°C)	160
Aceite de Palma (% p/p)	20
Poliglicerol Ester (% p/p)	80
Estireno (ml)	10
Divinilbenceno (%p/p)	10
Peróxido de Benzoilo(% p/p)	1

Fuente: Torres Jiménez Carlos Mario, Silva Supelano Sandra Lorena, Síntesis y caracterización de un oilgel a partir de poliglicerol.

**1.3.4 Curado:** El oilgel sintetizado es llevado a un horno a 100°C (en donde el proceso de polimerización prosigue) por un periodo de 24 horas, para luego proceder con el proceso de modificación.

**1.3.5 Modificación post-sintética:** Una vez llevado a cabo el proceso de curado se procede a realizar la funcionalización del material, para ello se realiza la adición de nitrato de cobre en agua desionizada y el oilgel en un reactor con capacidad de 25 ml (la relación de nitrato de cobre agregado se determinó por medio de pruebas preliminares detalladas en el anexo F), el reactor luego se deposita en un contenedor hermético de acero inoxidable, el cual es llevado a un horno a 120°C por 24 horas, las condiciones en el reactor permite el aumento de temperatura y presión adecuados para permitir que los grupos OH disponibles interactúen con Cobre y este quede impregnado en la estructura del oilgel.

## **1.4 CARACTERIZACIÓN**

**1.4.1 Pruebas de hinchamiento:** Nos permite conocer el porcentaje de retención del material hacia compuestos de interés como amoníaco, nitrato de amonio, nitrato de calcio, grasas y aceites, los cuales se encuentran presentes según a la caracterización de aguas realizada por el laboratorio QUIMIPROYECTOS S.A.

**1.4.2 Análisis termogravimétrico (TGA):** El análisis termogravimétrico permite realizar un seguimiento de la variación del peso del polímero en función del tiempo y temperatura. El análisis se llevó a cabo en un equipo TGA Discovery, TA Instruments, Inc., en un rango de temperaturas de 20 a 650 °C.

**1.4.3 Microscopia Electrónica de Barrido (SEM):** Por medio de esta técnica llevada a cabo en el microscopio Quanta FEG 650 se crea un campo magnético que permite enfocar los rayos catódicos (electrones) y obtener una imagen de la muestra, que permite examinar la morfología y estructura interna del material, permitiendo verificar la presencia de cobre en la estructura del oilgel.

**1.4.4 Absorción y adsorción con columna empacada:** El objetivo de esta prueba es determinar la factibilidad de implementar oilgeles en sistemas de remoción de nutrientes de aguas residuales, mediante el uso de una columna que permite aumentar el tiempo de contacto entre la muestra de agua a tratar y un lecho de oilgeles sintetizados (ver anexo G), con el fin de retirar la mayor cantidad de sustancias de interés (amoníaco, nitritos, nitratos, grasas y aceites).

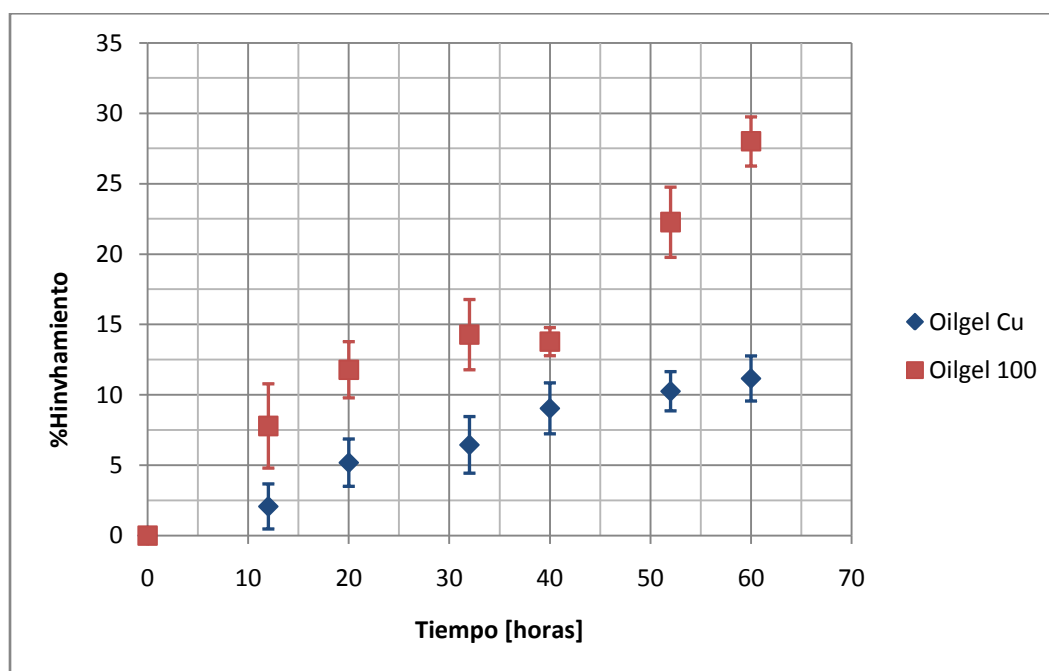
**1.4.5 Espectroscopía infrarroja (IR).** La espectroscopia infrarroja nos permite identificar los grupos funcionales presentes en el material sintetizado y su variación (presencia de enlaces grupo hidroxilo) según el grado de esterificación llevado a cabo, esta prueba fue llevada a cabo en un espectrómetro Shimadzu 8400s.

## 2. RESULTADOS

### 1.1 PRUEBAS DE HINCHAMIENTO

**2.1.1 Prueba de hinchamiento en aceite.** La pruebas de hinchamiento en aceite con replica permitió identificar el desempeño de los oilgeles sintetizados en la capacidad de retención de sustancias no polares como aceite. Según los resultados detallados en el anexo K se observa un mejor desempeño del oilgel al 100%, en comparación con el oilgel al 90% que se disuelve en aceite y del oilgelfuncionalizado con cobre.

**Figura 9.** Resultados pruebas de hinchamiento en aceite de oilgeles.

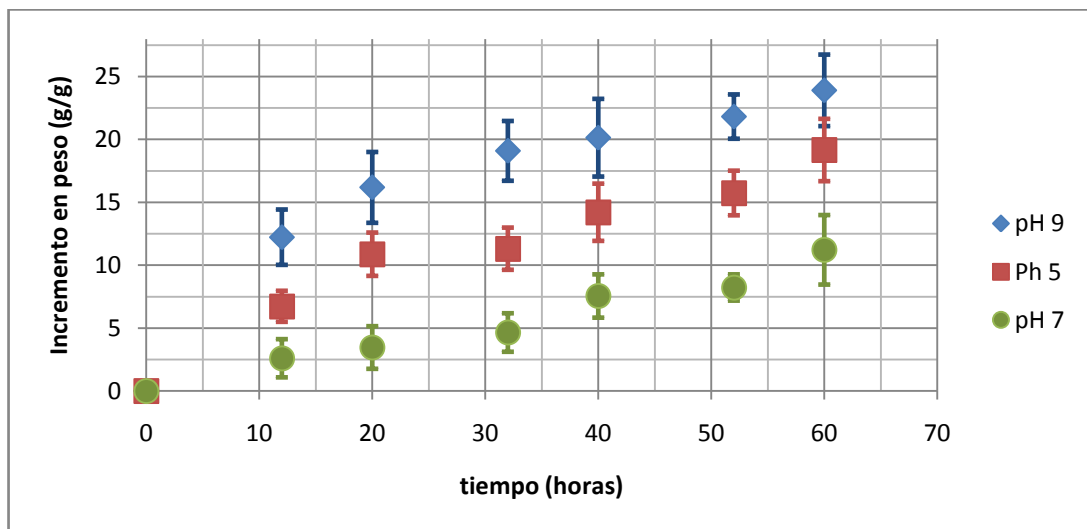


La diferencia en la capacidad de absorción puede ser atribuida al grado de esterificación al que se lleva a cabo la síntesis del material que permite la adhesión del cobre pero que al mismo tiempo limita la cantidad de grupos esterés aportados por el ácido oleico incidiendo en la formación de reticulaciones entre las cadenas carbonadas aportadas por el ácido oleico.

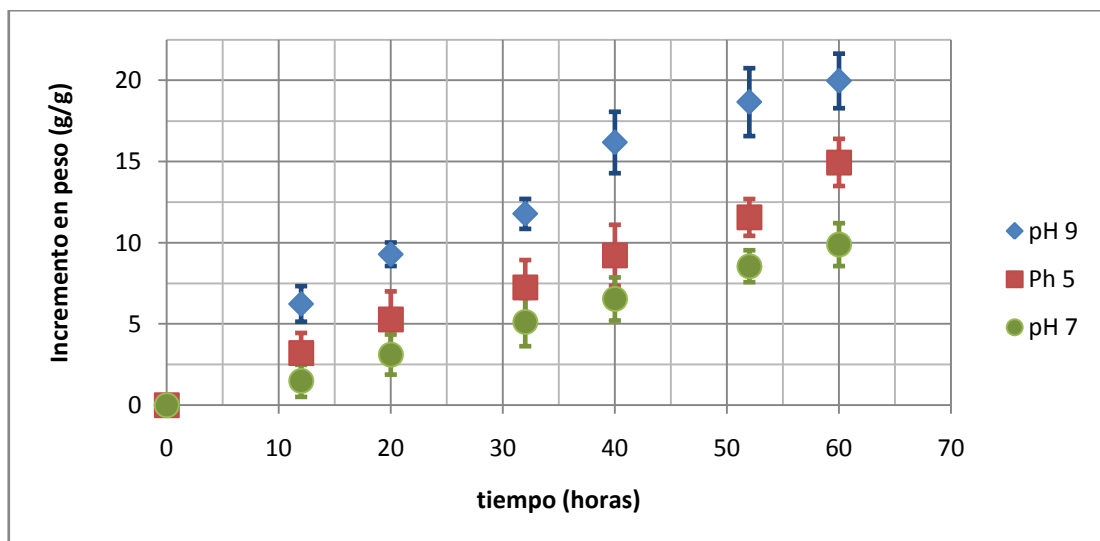
### 2.1.2 Prueba de hinchamiento compuestos polares:

De acuerdo a los resultados obtenidos en las pruebas preliminares del anexo L en donde los oigleles sin funcionalizar se disolvieron en hidróxido de amonio, nitrato de amonio y nitrato de calcio, se realizaron pruebas de hinchamiento en estos compuestos solo en oilgelescon cobre a diferentes pH con el fin de establecer la relación entre la basicidad o alcalinidad del medio en la adsorción del material.

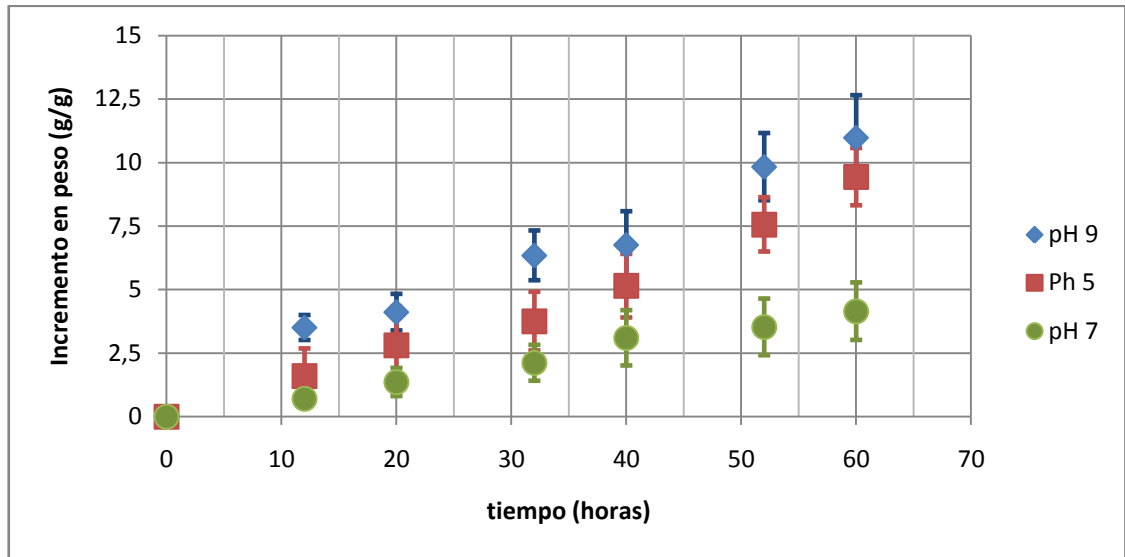
**Figura 10.** Prueba de hinchamiento en hidróxido de amonio.



**Figura 11.** Prueba de hinchamiento en nitrato de amonio.



**Figura 12.** Prueba de hinchamiento en nitrato de calcio.



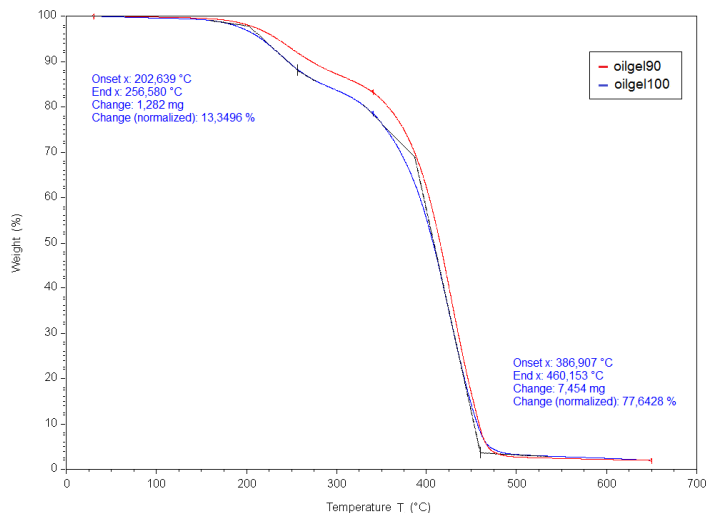
Los resultados obtenidos muestran que a pH altos y bajos los oilgelfuncionalizados con cobre presentan una adsorción más alta en comparación a pH neutros, este comportamiento se debe a la adición de ácidos y bases pueden modificar la distribución de cargas electrostáticas en el medio acuoso. Se deduce que la afinidad del material hacia los compuestos se debe a la polaridad de la sustancia, en este caso en el amoniaco el átomo de nitrógeno posee un par de electrones libres, lo cual permite aceptar protones, confiriendo a la molécula un momento dipolar, mientras que en el nitrato de amonio y nitrato de calcio la presencia del ion nitrato cuya geometría y distribución de electrones en los oxígenos del grupo permite el fenómeno de resonancia.

## 2.2 ANALISIS TERMOGRAVIMETRICO (TGA)

Para los oilgeles al 90 y 100% de esterificación se da una pérdida inicial de peso a una temperatura de 190°C, la cual obedece a la descomposición del poliestireno presente en la red del material (alrededor de un 13,4971%wt), la segunda caída tiene lugar en temperaturas superiores a los 350°C (76,6105%wt) causado por la

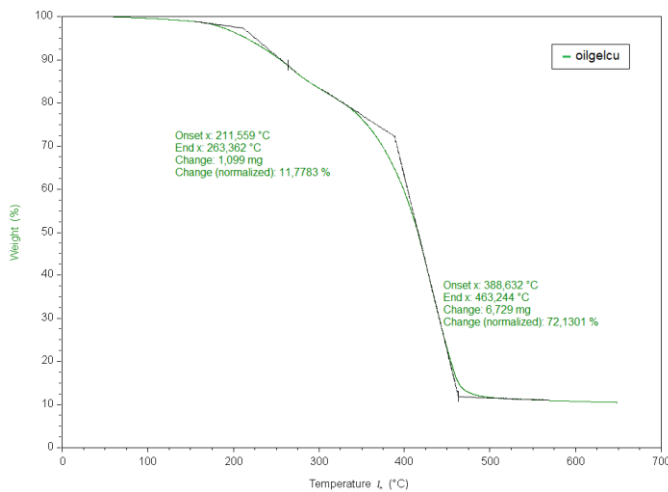
descomposición del poliglicerol éster según a los termogramas presentados en el anexo L, hasta finalmente reducirse a cenizas a los 600°C.

**Figura 13.** Termograma TGA de oilgeles al 90 y 100% de esterificación.



Aunque el oilgelfuncionalizado presenta las dos pérdidas encontradas en las estructuras sin modificar, el porcentaje de pérdida en la segunda fase es menor (66,4231% wt) y se mantiene sin llegar a descomponerse en su totalidad debido a la presencia de cobre (aprox.13,11%wt, temperatura de fusión <1050°C).

**Figura 14.** Termograma TGA de oilgelfuncionalizado (Cu).



## 2.3 MICROSCOPIAS ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM)

Figura 15. Micrografías SEM oilgeles 100%, 100µm (a), 20µm (b), 10µm (c).

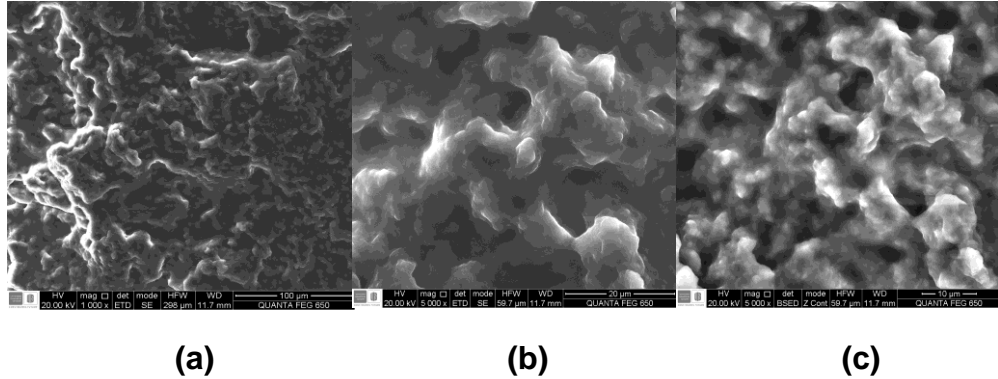
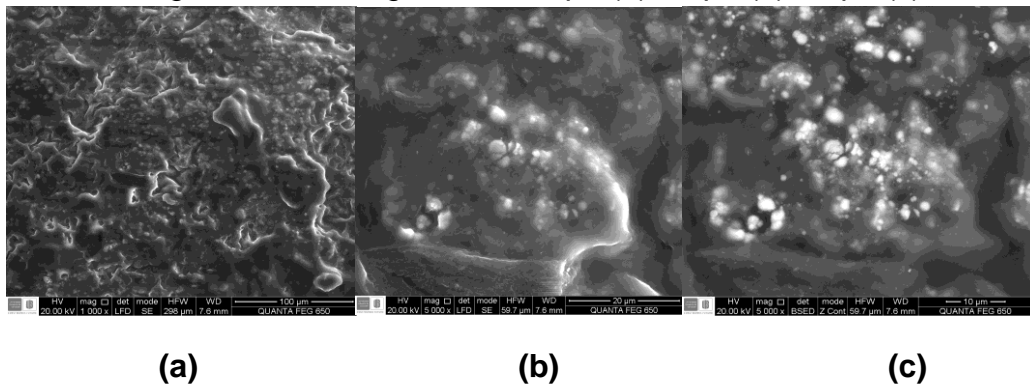
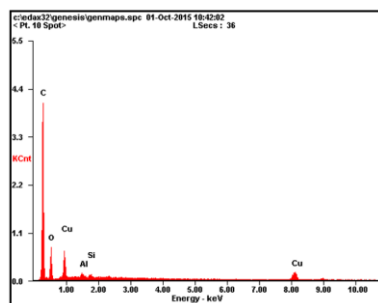


Figura 16. Micrografías SEM oilgelesCu 100µm(a), 20µm(b), 10µm(c).



Las microscopias de las figuras 9 y 10 muestran la morfología de los oilgeles al 100% y oilgelesfuncionalizados respectivamente. Se denota la presencia de macroporos y una superficie rugosa en ambos materiales, sin embargo en los oilgelesfuncionalizados se confirma la presencia de cobre en la estructura, como se ilustra en la figura 17.

Figura 17: Composición atómica Oilgelfuncionalizado.



Element	Wt%	At%
CK	67.87	80.32
OK	18.23	16.20
AlK	00.76	00.40
SiK	00.50	00.25
CuK	12.63	02.83
Matrix	Correction	ZAF

El material analizado contiene aproximadamente 12,63% en peso de cobre, este porcentaje es esperado y acorde al resultado obtenido en los análisis termogravimétricos (TGA) en donde se obtiene un porcentaje en peso similar (13,11%wt), además se tienen pequeños porcentajes de silicio y aluminio los cuales pueden estar presentes por contaminación en el autoclave además del uso de agua destilada en lugar de agua desionizada en el proceso del lavado del PGE.

## 2.4 RESULTADOS ABSORCION Y ADSORCION EN COLUMNA EMPACADA

Conforme a las pruebas de hinchamiento se decide realizar las pruebas de absorción y adsorción en la columna empacada empleando oilgelesfuncionalizados, en vista de su afinidad y resistencia hacia compuestos de carácter polar sin afectar su estructura.

**Tabla 4.** Numero de ciclos realizados en la columna y variación de pH.

Repetición	1	2	3	4	5	6	7	8	9
pH	9,27	8,80	8,61	8,43	8,32	8,19	8,1	8,05	8,03

Estas pruebas se realizaron llevando a cabo un monitoreo en el valor de pH hasta que alcanzó un valor constante (alrededor de 8), en la tabla 5 se describen los parámetros analizados antes y después del tratamiento:

**Tabla 5.** Resultados caracterización de nutrientes de las muestras de agua antes y después del tratamiento.

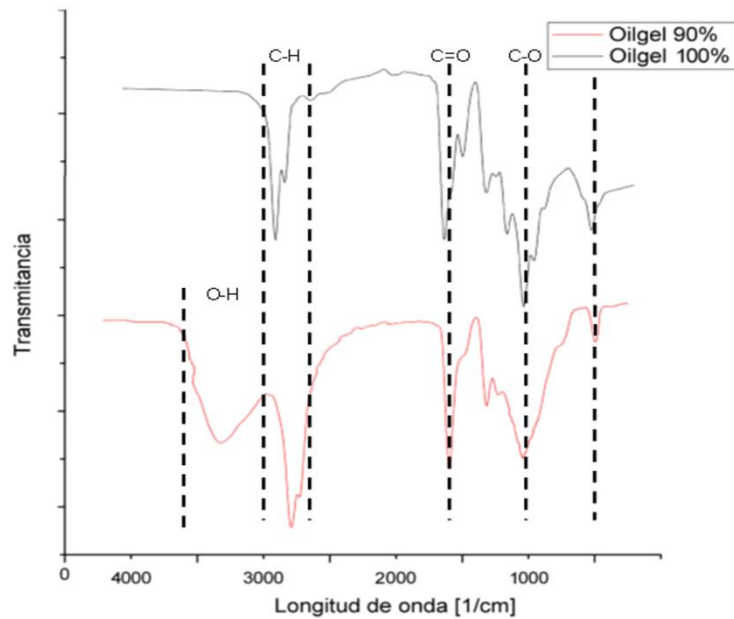
Análisis	Unidades	Agua Residual	Agua Tratada
Nitritos	mg NO <sub>2</sub> /L	5,6	1,36
Nitratos	mg NO <sub>3</sub> /L	8,3	5,8
Nitrógeno Total	mg N/L	19,5	8,1
Nitrógeno Amoniacal	mg NH <sub>3</sub> /L	17,0	5,8
Grasas y Aceites	mg/L	7,45	<3,0
Cobre	mg Cu <sub>3</sub> /L	<0,04	<0,04

Todos los parámetros monitoreados disminuyen sus valores (alcanzando los valores permitidos según el proyecto de ley descrito en el anexo A), demostrando la veracidad de los resultados obtenidos en las pruebas de hinchamiento.

## 2.5 ESPECTROSCOPIA INFRARROJA (IR)

Los espectros infrarrojos de los materiales analizados presentan tendencias similares en varios puntos:

**Figura 18.** Espectros FTIR de oilgeles al 90 y 100% de esterificación.

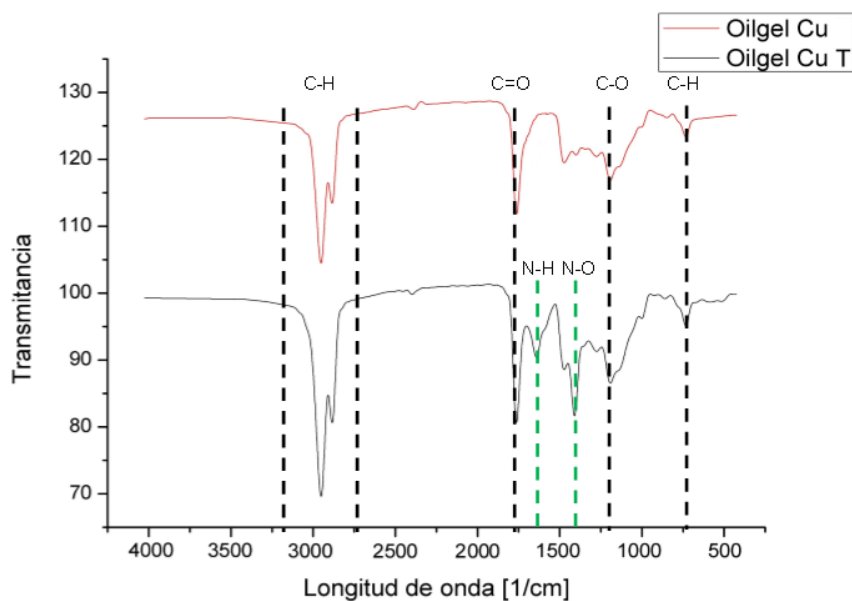


- Bandas  $3000-2800\text{ cm}^{-1}$ : Representan enlaces C-H de los alcanos presentes en el aceite de palma y poliglicerol éster.
- Banda  $1375\text{ cm}^{-1}$ : Confirma la existencia de grupos esterés (enlaces C=O) producto de la reacción de esterificación entre el ácido oleico y los grupos hidroxilos presentes en el poliglicerol.

- Banda  $1450\text{ cm}^{-1}$ : Registra vibraciones de valencia propias de enlaces dobles  $\text{C}=\text{C}$ , provenientes de las cadenas carbonatadas del poliglicerol éster o aceite de palma que no lograron entrecruzarse en la red polimérica.
- Banda  $1100\text{ cm}^{-1}$ : Se observa la presencia de grupos éteres (enlaces  $\text{C}-\text{O}$ ) aportados por el glicerol.
- Banda  $700\text{ cm}^{-1}$ : Refleja vibraciones de doblajes fuera del plano relacionado a la presencia de anillos aromáticos del poliestireno y divinilbenceno agregados en el protocolo de entrecruzamiento.

Dada la presencia o disponibilidad de grupos hidroxilo en el oilgel obtenido a partir de poliglicerol esterificado al 90% se evidencia una desviación al patrón o tendencia anterior, formando una banda entre los  $3100\text{-}3600\text{ cm}^{-1}$  relacionado a la vibración de valencia del grupo hidroxilo, el oilgelfuncionalizado obtenido a partir del oilgel al 90% no presenta esta curva correspondiente al enlace formado con los iones  $\text{Cu}^{+2}$ , mientras que el oilgel al 100% no posee estos grupos funcionales.

**Figura 19.** Espectros FTIR de oilgelfuncionalizado (OilgelCu), antes y después de pruebas de Hinchamiento (OilgelCuT).



Luego de las pruebas de hinchamiento el oilgel registra dos nuevos picos en  $1382\text{ cm}^{-1}$  asociado a la vibración del estiramiento simétrico de enlaces N-O presentes en el ion nitrato del nitrato de amonio y nitrato de calcio, y en  $1618\text{ cm}^{-1}$  indicando la vibración de flexión típica de enlaces N-H del ion amonio proveniente del nitrato de amonio e hidróxido de amonio.

### 3. CONCLUSIONES

Se sintetizó una nueva estructura polimérica con propiedades de absorción hacia compuestos no polares propias de oilgeles, además debido a la presencia de iones  $\text{Cu}^+$  permitiendo la adsorción hacia compuestos polares como amoníaco, nitrato de amonio y nitrato de calcio.

El método de modificación de precursores fue estudiado y descartado debido a que no permitió el entrecruzamiento del material, mientras por medio de la ruta de modificación post-sintética fue posible obtener oilgeles funcionalizados con cobre.

Se confirmó la presencia de cobre en el material sintetizado por medio de pruebas de microscopía electrónica de barrido (SEM) y análisis termo gravimétrico (TGA), obteniendo oilgeles con 12% en peso de cobre.

Se demostró la influencia del pH en la capacidad de absorción de los oilgeles obteniendo mejores resultados en medios ácidos (pH=5) y alcalinos (pH=9) en comparación con medios neutros (pH=7).

Se logró la disminución de contaminantes como grasas, aceites, hidróxido de amonio, nitrato de calcio y nitrato de amonio contenidos en una matriz de agua residual tratada en un lecho con el material funcionalizado.

#### 4. RECOMENDACIONES

- Realizar pruebas de absorción y adsorción en compuestos polares de contaminantes como cetona, fenoles y alcoholes.
- Analizar el efecto del grado de esterificación en diferentes porcentajes en las propiedades de oilgeles sintetizados y funcionalizados.
- Estudiar procesos de modificación post sintética en oilgeles obtenidos por el método de micro emulsión para obtener materiales de tamaño manométricos funcionalizados.
- Sintetizar oilgelesfuncionalizados con otros metales como hierro con el fin de aportar propiedades y afinidad hacia compuestos diferentes.
- Evaluar la evacuación de contaminantes y reutilización del material.

## CITAS BIBLIOGRAFICAS

[1] TOLA JOSÉ, INFIESTA EVA, Atlas básico de ecología, Décima edición, Editorial Parramon Arquitectos, Madrid España, 2012p. p 33-63

[2] DURÁN JUÁREZ JUAN MANUEL, RODRÍGUEZ ALICIA TORRES, Los problemas del abastecimiento de agua potable en una ciudad media, Editorial Espiral, Vol XII, Universidad de Guadalajara, Mexico, 2006. p 129-162

[3] RIGOLA LAPEÑA MIGUEL, Tratamiento de aguas industriales: Aguas de proceso y residuales, Editorial Alfaomega, Barcelona, España, 1990. p 73-84, 137-157.

[4] OSORIO ROBLES FRANCISCO, TORRES ROJO JUAN CARLOS, SÁNCHEZ BAS MERCEDES, Tratamiento de aguas para la eliminación de microorganismos y agentes contaminantes: Aplicación de procesos industriales a la reutilización de aguas residuales, Ediciones Díaz de Santos, Madrid, España, 2010. cap 1.

[5] AUTORIDAD NACIONAL DE LICENCIAS AMBIENTALES, Decreto 3930 de 2010, por el cual se reglamenta parcialmente el título I de la ley 9ª de 1979, así como el capítulo II del título VI-parte III- libro II del decreto-ley 2811 de 1974 en cuanto a usos del agua y residuos líquidos y se dictan otras disposiciones, Colombia, 2010.

[6] AUTORIDAD NACIONAL DE LICENCIAS AMBIENTALES, Decreto 1575 de 2007, por el cual se establece el sistema para la protección y control de la calidad del agua para consumo humano, Colombia, 2010.

[7] MINISTERIO DE LA PROTECCIÓN SOCIAL MINISTERIO DE AMBIENTE, VIVIENDA Y DESARROLLO TERRITORIAL, Resolución número 2115, por medio de la cual se señalan características, instrumentos básicos y frecuencias del

sistema de control y vigilancia para la calidad del agua para consumo humano, Colombia, 2010.

**[8]** RUBENS SETTE RAMALHO, DOMINGO JIMÉNEZ BELTRÁN, FEDERICO DE LORA, Tratamiento de aguas residuales Edición Revisada, Editorial Reverte S.A. Barcelona, España 2003. CAP 3, 5, 6,8.

**[9]** FONFRÍA RAMÓN SANS, Ingeniería ambiental: Contaminación y tratamientos, Editorial Marcombo S.A., Barcelona, España, 1989. P 93-94.

**[10]** SANTAFÉ MARTA FÉLEZ, PUJOL RAMÓN OLIVER, Situación actual del estado de la depuración biológica. Explicación de los métodos y sus fundamentos, Universitat Politècnica de Catalunya, España, 2009. CAP 1.

**[11]** ELIAS XAVIER, RECICLAJE DE RESIDUOS INDUSTRIALES: Residuos sólidos urbanos y fangos de depuradora Segunda Edición, Editorial Díaz de Santos, Madrid, España, 2009. p 12-18.

**[12]** MANAHAN STANLEY E, Introducción a la química ambiental Primera Edición, Editorial Reverte S.A., México D.F, 2007. P 214-235.

**[13]** DHARAN MURALI, Control de calidad en los laboratorios clínicos, Editorial Reverte s.a., Barcelona, España, 2002. P. 56-58.

**[14]** VILLAS-BÔAS ROBERTO C., Problemas emergenciales y soluciones APELL, Programa *Iberoamericano de ciencia y tecnología para el desarrollo*, Santa Cruz de la Sierra, Bolivia, 2014. P 329

**[15]** ACOSTA RAQUEL S., Saneamiento ambiental e higiene de los alimentos, Editorial Brujas, Córdoba, Argentina, 2008. P 60-61

**[16]** HOUGEN OLAF ANDREAS, Principios de los procesos químicos, Volumen 2, Editorial Reverte S.A, Barcelona, España, 1982. P 324-325.

**[17]** ROBAYO REYES LEONARDO, GAONA ALDANA PATRICIA, Propuesta de optimización de la remoción de grasas y aceites en el sistema de tratamiento de agua residual industrial de un campo petrolero en San Martín, Bucaramanga. Tesis pregrado en Ingeniería Química. Universidad Industrial de Santander. Escuela de Ingeniería Química. 2012.

**[18]** NEMEROW NELSON LEONARD, DASGUPTA AVIJIT Tratamiento de vertidos industriales y peligrosos, Ediciones Díaz de Santos Madrid, España, 1998.P 156-157

**[19]** GÜNERF, S.; YAĞCI, A. TUNCER Polymers from triglyceride oils. En: Progress in PolymerScience, July 2006.Volume 31. P 633–670

**[20]** CASTELLANOS HERNANDEZ PAOLA A., GOMEZ LEON LILIBET, Síntesis y caracterización de un oilgel a partir de poliglicerol por el método de micro emulsión. Tesis pregrado en Ingeniería Química. Universidad Industrial de Santander. Escuela de Ingeniería Química. 2014.

**[21]** TORRES JIMENENZ CARLOS MARIO, SILVA SUPELANO SANDRA LORENA, Síntesis y caracterización de un oilgel a partir de poliglicerol. Tesis pregrado en Ingeniería Química. Universidad Industrial de Santander. Escuela de Ingeniería Química. 2012.

**[22]** MARTINEZ MARTINEZ DARIO FERNANDO, Producción de esteres de poliglicerol y evaluación de diferentes formulaciones como plastificante de pvc. Tesis para optar por el título de magister en Ingeniería Química. Universidad Nacional de Colombia, Facultad de Ingeniería, 2010.

- [23]** JARED, B.; GREGORY, W.; PETERSON, B. The effect of water adsorption on the structure of the carboxylate containing metal–organic frameworks Cu-BTC, MG-MOF-74, and UIO-66. En: Journal of Materials Chemistry A, August 2013, Issue 38. p 3-8
- [24]** PETIT, C.; MENDOZA, B.; BANDOSZ, T.; Reactive adsorption of ammonia on cu-based mof/graphene composites. En:Lagmuir, September 2010, 26 (19), p 15302–15309.
- [25]** KUN-YI, A.; YU-TSUNG, H.; Copper-based metal organic framework (MOF), hkust-1, as an efficient adsorbent to remove p-nitrophenol from water, En: Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers, volumen 50, May 2015, p 223-228.
- [26]** COHEN, S.; Postsynthetic methods for the functionalization of metalorganic frameworks. En: Chemical Reviews, Metal-Organic Frameworks special issue, September 2012. p970–1000.
- [27]** RATVIJITVECH, T.; DAWSON, R.; LAYBOURN, A.; KHIMYAK, Y.; ADAMS D.; COOPER, A.; Post-synthetic modification of conjugated microporous polymers, En: POLYMER 55, January 2014. p 321-325.
- [28]** KESSLER, V.; SPIJKSMA, G.; SEISENBAEVA, G.; HAKANSSON, S.; BLANK, D.; BOUWMEESTER, H.; New insight in the role of modifying ligands in the sol-gel processing of metal alkoxide precursors: A possibility to approach new classes of materials. En: Journal of Sol-Gel Science and Technology, July 2006. p 163–179.
- [29]** MOHIDEEN, H.; INFAS, M.; XIAO, B.; Protecting group and switchable pore-discriminating adsorption properties of a hydrophilic–hydrophobic metal–organic framework. En: NATURE CHEMISTRY VOL 3, APRIL 2011. p 304-310.

**[30]** KATHERINE VANESA LÓPEZ AMBROSIO, JHON ANDERSON MENDOZA SANTOS. FUENTE: TORRES JIMÉNEZ CARLOS MARIO, SILVA SUPELANO SANDRA LORENA, Síntesis y caracterización de un oilgel a partir de poliglicerol, Tesis pregrado en Ingeniería Química. Universidad Industrial de Santander. Escuela de Ingeniería Química. 2014.

**[31]** HATHAWAY, B.J.; BILLING, D.E.; The electronic properties and stereochemistry of mono-nuclear complexes of the copper(II) ion. En: Coordination Chemistry Reviews. Volume 5, Issue 2, July 1970. p 143–207

**[32]** SHAN, L.; SPIRA-SOLOMON, D.; PENNER-HAHN, J.; HODGSON, K.; SOLOMON, E.; .X-ray absorption edge determination of the oxidation state and coordination number of copper. Application to the type 3 site in Rhusverniciferalaccase and its reaction with oxygen. En: J. Am. Chem. Soc., November 1987. p 6433–6442

## BIBLIOGRAFIA

ACOSTA RAQUEL S., Saneamiento ambiental e higiene de los alimentos, Editorial Brujas, Córdoba, Argentina, 2008. P 60-61

AUTORIDAD NACIONAL DE LICENCIAS AMBIENTALES, Decreto 1575 de 2007, por el cual se establece el sistema para la protección y control de la calidad del agua para consumo humano, Colombia, 2010.

AUTORIDAD NACIONAL DE LICENCIAS AMBIENTALES, Decreto 3930 de 2010, por el cual se reglamenta parcialmente el título I de la ley 9ª de 1979, así como el capítulo II del título VI-parte III- libro II del decreto-ley 2811 de 1974 en cuanto a usos del agua y residuos líquidos y se dictan otras disposiciones, Colombia, 2010.

CASTELLANOS HERNANDEZ PAOLA A., GOMEZ LEON LILIBET, Síntesis y caracterización de un oilgel a partir de poliglicerol por el método de micro emulsión. Tesis pregrado en Ingeniería Química. Universidad Industrial de Santander. Escuela de Ingeniería Química. 2014.

COHEN, S.; Postsynthetic methods for the functionalization of metalorganic frameworks. En: Chemical Reviews, Metal-Organic Frameworks special issue, September 2012. p970–1000.

DHARAN MURALI, Control de calidad en los laboratorios clínicos, Editorial Reverte s.a., Barcelona, España, 2002. P. 56-58.

DURÁN JUÁREZ JUAN MANUEL, RODRÍGUEZ ALICIA TORRES, Los problemas del abastecimiento de agua potable en una ciudad media, Editorial Espiral, Vol XII, Universidad de Guadalajara, Mexico, 2006. p 129-162

ELIAS XAVIER, RECICLAJE DE RESIDUOS INDUSTRIALES: Residuos sólidos urbanos y fangos de depuradora Segunda Edición, Editorial Diaz de Santos, Madrid, España, 2009. p 12-18.

FONFRÍA RAMÓN SANS, Ingeniería ambiental: Contaminación y tratamientos, Editorial Marcombo S.A., Barcelona, España, 1989. P 93-94.

GÜNERF, S.; YAĞCI, A. TUNCER Polymers from triglyceride oils. En: Progress in Polymer Science, July 2006. Volume 31. P 633–670

HATHAWAY, B.J.; BILLING, D.E.; The electronic properties and stereochemistry of mono-nuclear complexes of the copper(II) ion. En: Coordination Chemistry Reviews. Volume 5, Issue 2, July 1970. p 143–207

HOUGEN OLAF ANDREAS, Principios de los procesos químicos, Volumen 2, Editorial Reverte S.A, Barcelona, España, 1982. P 324-325.

JARED, B.; GREGORY, W.; PETERSON, B. The effect of water adsorption on the structure of the carboxylate containing metal–organic frameworks Cu-BTC, MG-MOF-74, and UIO-66. En: Journal of Materials Chemistry A, August 2013, Issue 38. p 3-8

KATHERINE VANESA LÓPEZ AMBROSIO, JHON ANDERSON MENDOZA SANTOS. FUENTE: TORRES JIMÉNEZ CARLOS MARIO, SILVA SUPELANO SANDRA LORENA, Síntesis y caracterización de un oilgel a partir de poliglicerol, Tesis pregrado en Ingeniería Química. Universidad Industrial de Santander. Escuela de Ingeniería Química. 2014.

KESSLER, V.; SPIJKSMA, G.; SEISENBAEVA, G.; HAKANSSON, S.; BLANK, D.; BOUWMEEESTER, H.; New insight in the role of modifying ligands in the sol-gel processing of metal alkoxide precursors: A possibility to approach new classes of materials. En: Journal of Sol-Gel Science and Technology, July 2006. p 163–179.

KUN-YI, A.; YU-TSUNG, H.; Copper-based metal organic framework (MOF), hkust-1, as an efficient adsorbent to remove p-nitrophenol from water, En: Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers, volumen 50, May 2015, p 223-228.

MANAHAN STANLEY E, Introducción a la química ambiental Primera Edición, Editorial Reverte S.A., México D.F, 2007. P 214-235.

MARTINEZ MARTINEZ DARIO FERNANDO, Producción de esteres de poliglicerol y evaluación de diferentes formulaciones como plastificante de PVC. Tesis para optar por el título de magister en Ingeniería Química. Universidad Nacional de Colombia, Facultad de Ingeniería, 2010.

MINISTERIO DE LA PROTECCIÓN SOCIAL MINISTERIO DE AMBIENTE, VIVIENDA Y DESARROLLO TERRITORIAL, Resolución número 2115, por medio de la cual se señalan características, instrumentos básicos y frecuencias del sistema de control y vigilancia para la calidad del agua para consumo humano, Colombia, 2010.

MOHIDEEN, H.; INFAS, M.; XIAO, B.; Protecting group and switchable pore-discriminating adsorption properties of a hydrophilic–hydrophobic metal–organic framework. En: NATURE CHEMISTRY VOL 3, APRIL 2011. p 304-310.

NEMEROW NELSON LEONARD, DASGUPTA AVIJIT Tratamiento de vertidos industriales y peligrosos, Ediciones Díaz de Santos Madrid, España, 1998.P 156-157

OSORIO ROBLES FRANCISCO, TORRES ROJO JUAN CARLOS, SÁNCHEZ BAS MERCEDES, Tratamiento de aguas para la eliminación de microorganismos y agentes contaminantes: Aplicación de procesos industriales a la reutilización de aguas residuales, Ediciones Díaz de Santos, Madrid, España, 2010. cap 1.

PETIT, C.; MENDOZA, B.; BANDOSZ, T.; Reactive adsorption of ammonia on Cu-based MOF/graphene composites. En: *Lagmuir*, September 2010, 26 (19), p 15302–15309.

RATVIJITVECH, T.; DAWSON, R.; LAYBOURN, A.; KHIMYAK, Y.; ADAMS D.; COOPER, A.; Post-synthetic modification of conjugated microporous polymers, En: *POLYMER* 55, January 2014. p 321-325.

RIGOLA LAPEÑA MIGUEL, Tratamiento de aguas industriales: Aguas de proceso y residuales, Editorial Alfaomega, Barcelona, España, 1990. p 73-84, 137-157.

ROBAYO REYES LEONARDO, GAONA ALDANA PATRICIA, Propuesta de optimización de la remoción de grasas y aceites en el sistema de tratamiento de agua residual industrial de un campo petrolero en San Martín, Bucaramanga. Tesis pregrado en Ingeniería Química. Universidad Industrial de Santander. Escuela de Ingeniería Química. 2012.

RUBENS SETTE RAMALHO, DOMINGO JIMÉNEZ BELTRÁN, FEDERICO DE LORA, Tratamiento de aguas residuales Edición Revisada, Editorial Reverte S.A. Barcelona, España 2003. CAP 3, 5, 6,8.

SANTAFÉ MARTA FÉLEZ, PUJOL RAMÓN OLIVER, Situación actual del estado de la depuración biológica. Explicación de los métodos y sus fundamentos, Universitat Politècnica de Catalunya, España, 2009. CAP 1.

SHAN, L.; SPIRA-SOLOMON, D.; PENNER-HAHN, J.; HODGSON, K.; SOLOMON, E.; .X-ray absorption edge determination of the oxidation state and coordination number of copper. Application to the type 3 site in Rhus vernicifera laccase and its reaction with oxygen. En: J. Am. Chem. Soc., November 1987. p 6433–6442

TOLA JOSÉ, INFIESTA EVA, Atlas básico de ecología, Décima edición, Editorial Parramon Arquitectos, Madrid España, 2012p. p 33-63

TORRES JIMENENZ CARLOS MARIO, SILVA SUPELANO SANDRA LORENA, Síntesis y caracterización de un oilgel a partir de poliglicerol. Tesis pregrado en Ingeniería Química. Universidad Industrial de Santander. Escuela de Ingeniería Química. 2012.

VILLAS-BÔAS ROBERTO C., Problemas emergenciales y soluciones APELL, Programa Iberoamericano de ciencia y tecnología para el desarrollo, Santa Cruz de la Sierra, Bolivia, 2014. P 329

**ANEXO A. VALORES LIMITES PERMITIDOS PARA NUTRIENTES PROYECTO DE LEY VERTIMIENTOS QUE MODIFICARA RESOLUCIÓN 0631 DE 2015**

**Tabla A1:** Características químicas que tienen implicaciones sobre la salud humana:

<b>Elementos y compuestos químicos que tienen implicaciones sobre la salud humana</b>	<b>Valor máximo aceptable (mg/L)</b>
Nitrógeno total	10
Nitritos	2,0
Nitratos	2,0
Nitrógeno Amoniacal	20
Grasas y Aceites	100

## ANEXO B. CÁLCULO DE LA RELACIONES GLICEROL-ÁCIDO OLEICO

Previamente el grupo de investigación de polímeros de la Universidad Industrial de Santander había hallado experimentalmente el índice de hidroxilo del políglicerol obteniendo un valor promedio de 485 mgKOH/g de muestra. Para una cantidad inicial de glicerol de 10ml, de las cuales se obtienen aproximadamente 4,36 g de políglicerol se calcula el número De moles de hidroxilo presentes por medio de la ecuación:

$$N_0 \text{ moles} = \frac{g_{\text{políglicerol}} * \text{índicehidroxilo} \left[ \frac{mgKOH}{g_{\text{políglicerol}}} \right]}{1000 * 56,1 \left[ \frac{gKOH}{mol} \right]}$$

$$N_0 \text{ moles} = \frac{4,36g * 485 \left[ \frac{mgKOH}{g_{\text{políglicerol}}} \right]}{1000 * 56,1 \left[ \frac{gKOH}{mol} \right]}$$

$$N_0 \text{ moles} = 0,0377 \text{ mol}$$

Relación 1:1

Se requieren el mismo número de moles de ácido oleico:

$$\text{Moles ácidooléico} = \frac{g_{\text{ácidooléico}} * \text{funcionalidad}}{\text{pesomolecular}}$$

Dónde:

$$\text{Peso molecular ácido oléico} = 282,46 \text{ g/mol}$$

*Funcionalidad*

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

Luego:

$$g_{\text{ácido oléico}} = \frac{\text{Moles}_{\text{ácido oléico}} * \text{pesomolecular}}{\text{funcionalidad}}$$

$$g_{\text{ácido oléico}} = \frac{0,0377 * 282,4}{1} = 10,6487g$$

Para calcular el volumen de ácido oleico:

$$\text{volumen ácido oléico} = \frac{\text{densidad ácido oléico}}{\text{masa ácido oléico}}$$

$$\text{volumen ácido oléico} = \frac{10,6487g}{0,895g/ml} = 11,8973 \text{ ml}$$

Relación 1:0.9

Se requieren 0.03393 moles de ácido oleico:

$$g_{\text{ácido oléico}} = \frac{\text{Moles}_{\text{ácido oléico}} * \text{pesomolecular}}{\text{funcionalidad}}$$

$$g_{\text{ácido oléico}} = \frac{0,03393 * 282,4}{1} = 9,5818g$$

Para calcular el volumen de ácido oleico:

$$\text{volumen ácido oléico} = \frac{\text{densidad ácido oléico}}{\text{masa ácido oléico}}$$

$$\text{volumen ácido oléico} = \frac{9,5818g}{0,895g/ml} = 10,7592 \text{ ml}$$

## ANEXO C. PROTOCOLO DE SÍNTESIS Y ESTERIFICACIÓN

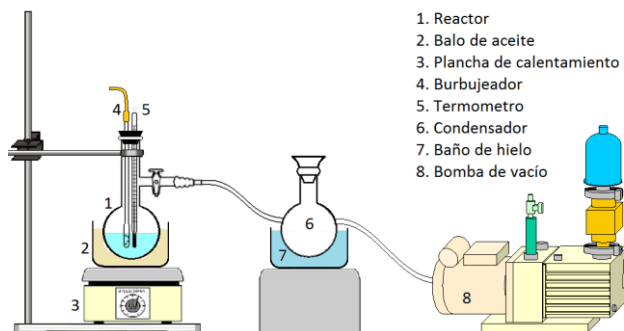
**Síntesis del poliglicerol:** Para llevar a cabo la síntesis de poliglicerol se emplea el montaje de la figura C1, el proceso se describe a continuación:

1. Se introducen 10 ml de glicerol roto-evaporado en el reactor.
2. Se controla la temperatura en el reactor hasta un valor de 160°C.
3. Se acondiciona la entrada de nitrógeno (que garantiza un ambiente inerte y una agitación), y se enciende la bomba de vacío, ocasionando un descenso en la temperatura.
4. Se eleva nuevamente la temperatura a 160°C, se agrega el catalizador y se deja reaccionar por 12 minutos.

**Síntesis del poliglicerol éster:** Luego de obtener poliglicerol se lleva a cabo el proceso de esterificación:

1. Se apaga la bomba, y se adiciona al reactor la cantidad adecuada de ácido oléico según el porcentaje o relación de esterificación deseada.
2. Después de adicionar el ácido oléico, se deja reaccionar por 36 minutos para una esterificación total y 32 minutos para una esterificación parcial (90%), y se continúa con el proceso de lavado.

**Figura C1.** Montaje para síntesis de oilgeles.

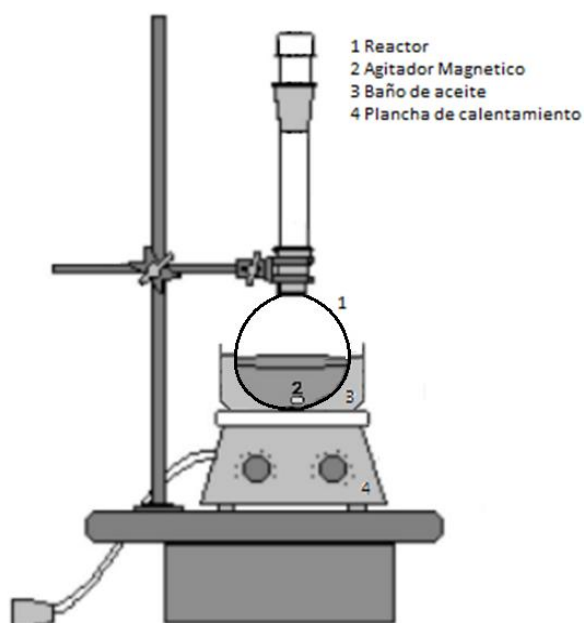


## ANEXO D. PROTOCOLO DE ENTRECruzAMIENTO

Para llevar a cabo la reacción de síntesis de oilgeles se emplea el montaje de la figura D1, el procedimiento se describe a continuación:

1. Se ingresan los reactivos al reactor: PGE, aceite de palma, Divinilbenceno, Estireno.
2. Se lleva el reactor al baño de aceite, hasta alcanzar una temperatura interna de 80°C.
3. Se enciende la agitación y se deja agitando por 10 minutos.
4. Se agrega el peróxido de benzoilo, y se deja reaccionar por 1 hora y 30 minutos.
5. Se retira y envasa el material obtenido para llevar al horno de curado.

**Figura D1.** Montaje para síntesis de oilgeles.



Antes de llevar a cabo el protocolo de funcionalización y las pruebas de hinchamiento se debe realizar un lavado a los oilgeles obtenidos para eliminar material sin reaccionar, para ello se deposita el oilgel dentro de una bolsa de té en un beaker con tolueno por 10 minutos manteniendo agitación constante, este procedimiento se debe repetir dos veces para finalmente secar en condiciones ambiente por 24 horas.

## ANEXO E. CALCULO CANTIDAD DE NITRATO DE COBRE

Según al anexo B la cantidad de moles de grupo hidroxilo disponible en el PGE parcialmente esterificado es la diferencia del número de moles de grupos hidroxilo que reaccionan con ácido oleico:

$$\text{Nomoles OH PGE 90\%} = 0,0377 \text{ mol OH} - 0,03393 \text{ mol OH}$$

$$\text{Nomoles OH PGE 90\%} = 0,00377 \text{ mol OH}$$

Teniendo en cuenta que una mol de nitrato de cobre aporta una mol de iones  $\text{Cu}^{+2}$  se establece la cantidad de gramos de nitrato de cobre por mol de hidroxilos es:

$$\text{gramos } \text{Cu}(\text{No}_3)_2 = 0,001885 \text{ mol } \text{Cu}(\text{No}_3)_2 * \frac{187,57 \text{ g } \text{Cu}(\text{No}_3)_2}{\text{mol } \text{Cu}(\text{No}_3)_2}$$

$$\text{gramos } \text{Cu}(\text{No}_3)_2 = 0,7071 \text{ g}$$

## ANEXO F. PRUEBAS PRELIMINARES

Para determinar la ruta de funcionalización adecuada se realizan una serie de pruebas en las que se analizan tanto la modificación del precursor (PGE), como el proceso de modificación post-sintética (oilgel).

### Modificación de precursores:

**Tabla F.1:** Pruebas realizadas para modificación de precursores.

Experimento	Relación Nitrato de Cobre-OH Precursor	Resultado
1	0,5:1	PGE con coloración azul verdosa
2	1:1	PGE con coloración azul verdosa
3	1:2	PGE con material solido

Los resultados obtenidos por medio de esta ruta nos muestran precursores con propiedades ópticas diferentes al inicial, el precursor del experimento tres es descartado en vista del material sólido indicando la presencia de reactivo en exceso, sin embargo los poligliceroles de los experimentos 1 y 2 a pesar de mostrar uniformidad no reaccionan con el estireno, divinilbenceno y aceite de palma según el protocolo de entrecruzamiento.

### Modificación post-sintética:

**Tabla F.2:** Pruebas realizadas para modificación de precursores.

Experimento	Relación Nitrato de Cobre- OH Oilgel	Resultado
4	0,5:1	Oilgel no uniforme
5	1:1	Oilgel no uniforme
6	1:2	Oilgel uniforme

Los materiales obtenidos por esta ruta nos muestran una estructura propia de oilgeles sintetizados previamente en el grupo de investigación en polímeros, sin embargo el experimento 5 fue el único en mostrar uniformidad en la distribución de cobre, por lo tanto se concluye que la ruta óptima para el desarrollo de oilgelesfuncionalizados es por medio de modificación post-sintética con relación 1:1 de nitrato de cobre-Oilgel.

## ANEXO G. PRUEBAS PRELIMINARES TIEMPO DE REACCION ESTERIFICACION PARCIAL

La cantidad de ácido oleico empleado en la esterificación parcial es menor con respecto a la esterificación total el tiempo de reacción varia, con el fin de determinar el tiempo de reacción óptimo para la obtención de poliglicerol éster se realiza una serie de experimentos en donde se varía el tiempo de esterificación.

**Tabla G1.** Resultados y observaciones finales de los experimentos realizados

Experimento	Tiempo (min)	Resultados
1	28	Presencia de dos fases
2	29	Presencia de dos fases
3	30	Presencia de dos fases
4	31	Ácido Oleico sin reaccionar
5	32	PGE en buen estado
6	33	PGE con material solido
7	34	PGE solido
8	35	PGE solido
9	36	PGE solido

Los experimentos 1, 2,3 son descartados por la cantidad de reactivo que no reacciono, mientras que en los experimentos 7, 8,9 se solidifica el contenido del reactor. En los experimentos 4, 5 y 6 se obtiene PGE liquido el cual es llevado al horno de curado, sin embargo al pasar el tiempo de curado se observa la presencia de dos fases en el experimento 4, a diferencia de los experimentos 5 y 6 donde se obtiene PGE en buen estado. Conforme al rendimiento obtenido se establece el tiempo de esterificación parcial al 90% en 32 minutos.

## ANEXO H. PROTOCOLO DE FUNCIONALIZACIÓN

Luego del lavado Para las rutas expuestas en el anexo F se sigue el mismo procedimiento, la única variación es el material a modificar (precursor, Oilgel):

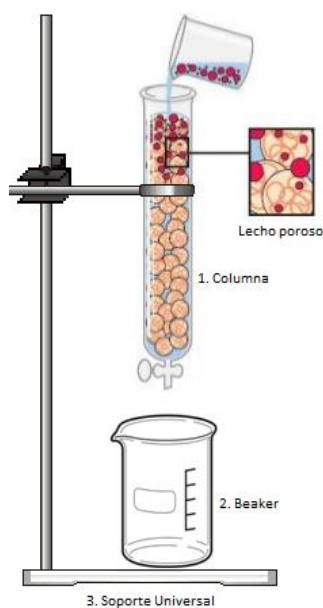
- Se toma un vaso de precipitado y se agrega el oilgel y la cantidad de nitrato de cobre calculada disuelta en agua desmineralizada. Se mantiene una agitación constante por 15 minutos para garantizar homogeneidad. La mezcla líquida cubre la totalidad del material polimérico.
- Se toma el contenido mezclado y se vierte en un autoclave.
- Se lleva el autoclave a un horno con temperatura de 100°C durante 24 horas, garantizando la evaporación parcial del agua y un aumento de presión interno que permita la interacción de los iones con los grupos hidroxilos disponibles.
- Separar la fase líquida del oilgelfuncionalizado y llevar el material final al horno de curado (80 °C) por 24 horas para eliminar el agua residual.

## ANEXO I. PROTOCOLO COLUMNA EMPACADA

Para llevar a cabo la prueba de absorción y adsorción se emplea el montaje de la figura D1:

- Se realiza una caracterización del agua residual obtenida de la empresa Fertilizantes Colombianos S.A.
- Se toma una columna de vidrio a la cual se le adiciona una cantidad de material teniendo en cuenta las pruebas de caracterización (55,37 gramos de contaminante), los resultados de absorción (promedio de absorción en pH neutros de contaminantes de 7% en peso) y al volumen a tratar (1,5 litros) se prepara un lecho con x g de Oilgel modificado.
- Se agrega la muestra de agua a tratar en el extremo superior de la columna.
- Se toma el agua tratada del extremo inferior en un beaker.
- Se realiza medición de pH y se repite el procedimiento hasta que este valor sea constante.

**Figura I1.** Montaje para prueba de absorción y adsorción.



## ANEXO J. CARACTERISTICAS DE LOS OILGELES OBTENIDOS

**Tabla J.1** Materiales obtenidos según el porcentaje de esterificación y modificación pos- sintética.

<p>Oilgel con PGE 100%</p> 	<p>Material compacto y blando con coloración café.</p>
<p>Oilgel con PGE 90%</p> 	<p>Material compacto un poco más duro que el oilgel al 100%, con coloración naranja.</p>
<p>Oilgelfuncionalizado</p> 	<p>Material compacto y e igual de blando que el oilgel al 90% con coloración verde oscuro.</p>

## ANEXO K. RESULTADOS PRUEBAS DE HINCHAMIENTO EN ACEITE

Se realizó una medición en pesos de los materiales cada 8 y 12 horas por 60 horas con duplicado hasta obtener un peso constante. Los resultados son detallados en la tabla K.1 y corresponden a la cantidad de peso ganada por los oilgeles según la ecuación K.1:

**Ecuación K.1:**

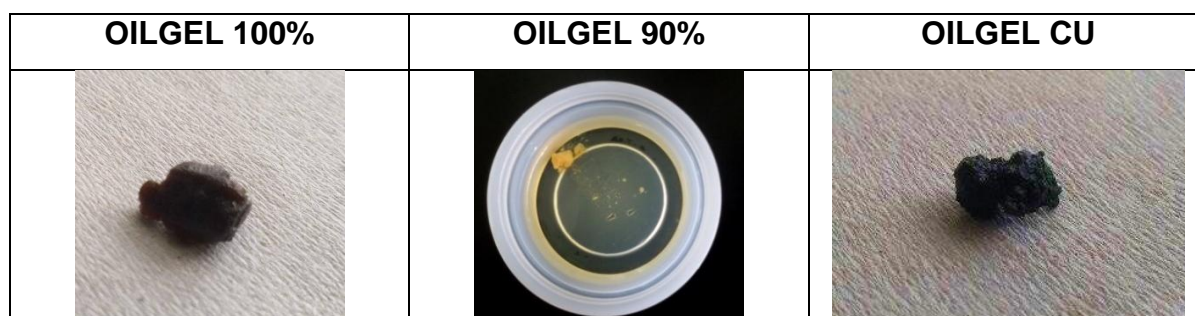
$$Q = \frac{W_f - W_i}{W_i}$$

Donde Q es el porcentaje de hinchamiento, Wf el peso de la muestra final y Wi el peso de la muestra inicial.

**Tabla K.2** Resultados prueba de hinchamiento en aceite.

Tiempo	Oilgel 100	Oilgel 90	Oilgel Cu
0	0	0	0
12	7,7844 ±2,994	Se disuelve	2,067 ±1,601
20	11,776 ±1,996	Se disuelve	5,177 ±1,680
32	14,271±2,495	Se disuelve	6,441 ±2,012
40	13,772 ±0,998	Se disuelve	9,036 ±1,809
52	22,255 ±1,256	Se disuelve	10,250 ±1,392
60	27,994 ±1,746	Se disuelve	11,158 ±1,601

**Tabla K.3** Polímeros luego de la prueba de hinchamiento en aceite.




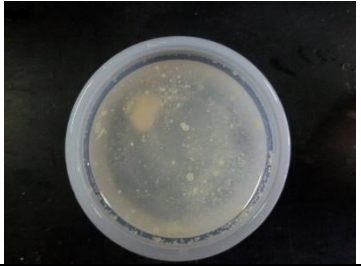

## ANEXO L. PRUEBAS PRELIMINARES DE HINCHAMIENTO EN COMPUESTOS POLARES

Antes de llevar a cabo las pruebas de hinchamiento en compuestos polares se realizan pruebas de contacto del material sintetizado con las sustancias polares presentes en las aguas residuales de interés con el fin de analizar su comportamiento.

### Pruebas en hidróxido de amonio 0,1M

Los oilgeles al 100 y 90% de esterificación se disuelven al poco tiempo de contacto con el hidróxido de amonio, el oilgelfuncionalizado sin embargo no se disuelve en el transcurso de las 60 horas de la prueba.

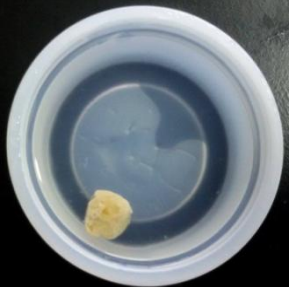


**Tabla L.1** Polímeros luego de la prueba de hinchamiento en hidróxido de amonio.

OILGEL 100%	OILGEL 90%	OILGEL CU
		
Tiempo: 30 minutos	Tiempo: 30 minutos	Tiempo: 60 horas

### Pruebas en nitrato de amonio

De igual forma que en las pruebas con hidróxido de amonio el material al 100 y 90% se disuelven, sin embargo el tiempo en que los cambios son perceptibles a simple vista es mayor, por el contrario el oilgelfuncionalizado se mantiene sin disolverse o cambiar sus propiedades ópticas.




**Tabla L.2** Polímeros luego de la prueba de hinchamiento en nitrato de amonio.

OILGEL 100%	OILGEL 90%	OILGEL CU
		
Tiempo: 4 horas	Tiempo: 4 horas.	Tiempo: 60 horas.

**Pruebas en nitrato de calcio:**

Aunque en las sustancias anteriores el material se disuelve en nitrato de calcio se da un fraccionamiento sin llegar a disolverse totalmente, en contraste el oilgel funcionalizado se mantiene sus propiedades ópticas.

**Tabla L.3** Polímeros luego de la prueba de hinchamiento en nitrato de calcio.

OILGEL 100%	OILGEL 90%	OILGEL CU
		
Tiempo: 60 horas	Tiempo: 60 horas.	Tiempo: 60 horas.

De acuerdo a los resultados obtenidos se decidió realizar el monitoreo del porcentaje de hinchamiento obtenido de los oilgel funcionalizados a diferentes pH para analizar su efecto en la capacidad de hinchamiento.

## ANEXO M. TERMOGRAMAS TGA

Figura L1. Termograma TGA Poliglicerol totalmente esterificado

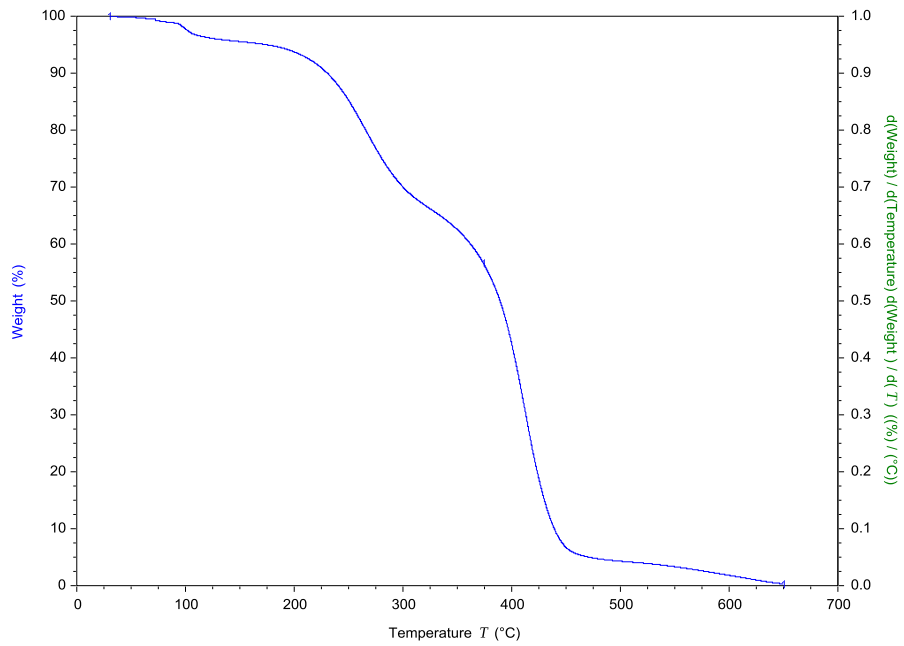


Figura L2. Termograma TGA Poliglicerol parcialmente esterificado

