



**Universidad**  
Zaragoza

# Trabajo Fin de Grado

## ANEXOS

Preparación de membranas poliméricas de Pebax® mejoradas con nanopartículas para el tratamiento de corrientes gaseosas de postcombustión.

Preparation of polymeric Pebax® membranas improved with nanoparticles for the process of gaseous streams of post-combustion.

Autor/es

**Marcos Ballester Catalán**

Director/es

**Carlos Téllez Ariso**

Escuela de Ingeniería y Arquitectura, Zaragoza,  
Septiembre 2019



## Índice de Anexos

1 Anexos .....	1
1.1 Información Pebax® 1041 .....	1
1.2 Reactivos utilizados en el desarrollo del proyecto .....	2
1.2.1 Sólidos.....	2
1.2.2 Líquidos.....	2
1.2.3 Gases.....	3
1.3 Procedimiento experimental para la obtención de las emulsiones preparadas a lo largo del proyecto.....	3
1.4 Obtención de soportes de PSF a partir de inversión de fases.....	11
1.5 Caracterización de membranas poliméricas .....	12
1.5.1 Caracterización de un soporte de PSF .....	12
1.5.2 Caracterización de una membrana mixta de sílice como material de relleno..	13
1.5.3 Caracterización de una membrana mixta de MWCNT como material de relleno .....	14
1.6 Técnicas instrumentales .....	15
➤ Microscopía electrónica de barrido (SEM).....	15
➤ Análisis termogravimétrico (TGA) .....	16
➤ Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) .....	17
➤ Difracción de rayos X (XRD).....	17
1.7 Resumen Selectividad CO <sub>2</sub> /N <sub>2</sub> vs Permeación de CO <sub>2</sub> .....	19



## 1 Anexos

### 1.1 Información Pebax® 1041

El Pebax® 1041 es el nombre comercial que se le da a un copolímero en bloque constituido por un grupo amina y un grupo de óxido de polietileno (Offord et al. 2014) (ver Figura A.1). Concretamente el Pebax® 1041 está constituido por un 75 % de poliamida y un 25% de óxido de polietileno, el cual posee un punto de fusión entorno a los 170 °C.

Polymer	Structure
PEBAX block copolymer	$\text{HO} \left[ \begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{C} - \text{PA} - \text{C} - \text{O} - \text{PE} - \text{O} \end{array} \right]_n \text{H}$
Poly[imino(1-oxodo-decamethylene)] (PA = Nylon-12/PA12)	$\left[ \begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{C} - (\text{CH}_2)_{11} - \text{N} - \text{H} \end{array} \right]_n$
Poly(tetramethylene oxide) (PE = PTMO)	$\left[ (\text{CH}_2)_4 - \text{O} \right]_n$

FIGURA A.1. Esquema de la estructura del Pebax® 1041

Este polímero se utiliza para la separación de corrientes gaseosas con CO<sub>2</sub> gracias a la interacción existente entre el grupo amina y el CO<sub>2</sub>.

## 1.2 Reactivos utilizados en el desarrollo del proyecto

### 1.2.1 Sólidos

Tabla A.1. Resumen de los reactivos sólidos utilizados en el desarrollo del proyecto.

Compuesto	Fabricante	Uso
<b>Pellets de Pebax® 1041</b>	ARKEMA	Preparación de emulsiones
<b>PDMS</b>	SYLGARD	Material de soporte
<b>PTMSP</b>	GELEST, INC	Material de soporte
<b>Pellets de PSF</b>	ULTEM	Inversión de fases para la preparación de soportes
<b>Sílice (Ibersil-A400)</b>	IQE	Material de relleno
<b>MWCNT</b>	SIGMA ALDRICH	Material de relleno

### 1.2.2 Líquidos

Tabla A.2. Resumen de los reactivos líquidos utilizados en el desarrollo del proyecto.

Compuesto	Fabricante	Uso
<b>Agua destilada</b>	GILCA	Preparación de emulsiones
<b>N,N-Dimetilacetamida</b>	SIGMA-ALDRICH	Disolvente del Pebax® 1041
<b>N-metil-2-pirrolidona</b>		Disolvente de la PSF
<b>PDMS</b>	SYLGARD	Preparación de membranas tipo "sándwich"

### 1.2.3 Gases

Tabla A.3. Resumen de los reactivos gases utilizados en el desarrollo del proyecto.

Compuesto	Fabricante	Uso
<b>Nitrógeno</b>	LINDE	Alimentación gaseosa
<b>Dióxido de carbono</b>	LINDE	Alimentación gaseosa
<b>Helio</b>	LINDE	Análisis cromatógrafo de gases: gas de barrido

## 1.3 Procedimiento experimental para la obtención de las emulsiones preparadas a lo largo del proyecto

### ➤ Emulsión de Pebax® 1041: Pebax® 1041/DMAc 5/95 (%peso)

A partir de Pebax® 1041 comercial en forma de pellets, el primer paso para conseguir crear la emulsión era encontrar un disolvente que fuese capaz de disolverlo.

Javierre (2019), al respecto, señala que:

Los polímeros Pebax® tienden a disolverse en mezclas de alcoholes. Sin embargo, debido a su alto contenido en poliamida, el Pebax® 1041 es insoluble en mezclas de metanol, etanol, propanol y butanol, de acuerdo con la experiencia previa del grupo de investigación. De este modo, se tuvo que explorar un disolvente lo suficientemente agresivo para conseguir disolver el Pebax® 1041 comercial (en forma de pellets). Entre la gama de disolventes disponibles en el laboratorio se encontró que el polímero era soluble en dimetilacetamida (DMAc). (p.17)

Teniendo en cuenta esta información, se decidió emplear también en este caso DMAc como disolvente.

## Preparación de membranas poliméricas de Pebax® mejoradas con nanopartículas para el tratamiento de corrientes gaseosas de postcombustión

Lo siguiente era decidir la concentración de Pebax® 1041 que debía poseer la disolución. Se optó por una concentración de Pebax® 1041 del 5% en peso de este último. Con esto en mente, se utilizaron las siguientes cantidades: 0,5 g de Pebax® 1041 y 9,5 g de DMAc. Para preparar la disolución de trabajo, se introdujo la cantidad pesada de Pebax® 1041 a un matraz, adicionándole a su vez la DMAc. Este matraz fue introducido dentro de un baño de silicona a 120 °C con agitación y reflujo, durante aproximadamente 15 minutos. Pasado este tiempo el Pebax® 1041 quedaba totalmente disuelto. A continuación, se vertió la mezcla lentamente en un vaso de precipitados con agua de grifo y con agitación, quedando de esta forma el polímero en forma de unos pequeños grupos solidos blanquecinos al precipitar al contacto con el agua.

Para conseguir una emulsión homogénea de Pebax®, se utilizó el equipo ika t25 digital ultraturrax durante 90 segundos y a 7200 rpm. Tras esto se centrifugó en dos tandas de 10 minutos cada una a 9000 rpm ambas. Finalmente, para mantener la concentración de Pebax® deseada en la emulsión final, se adicionaron 43,24 g de agua destilada. El esquema explicativo del proceso viene detallado en la Figura A.2.

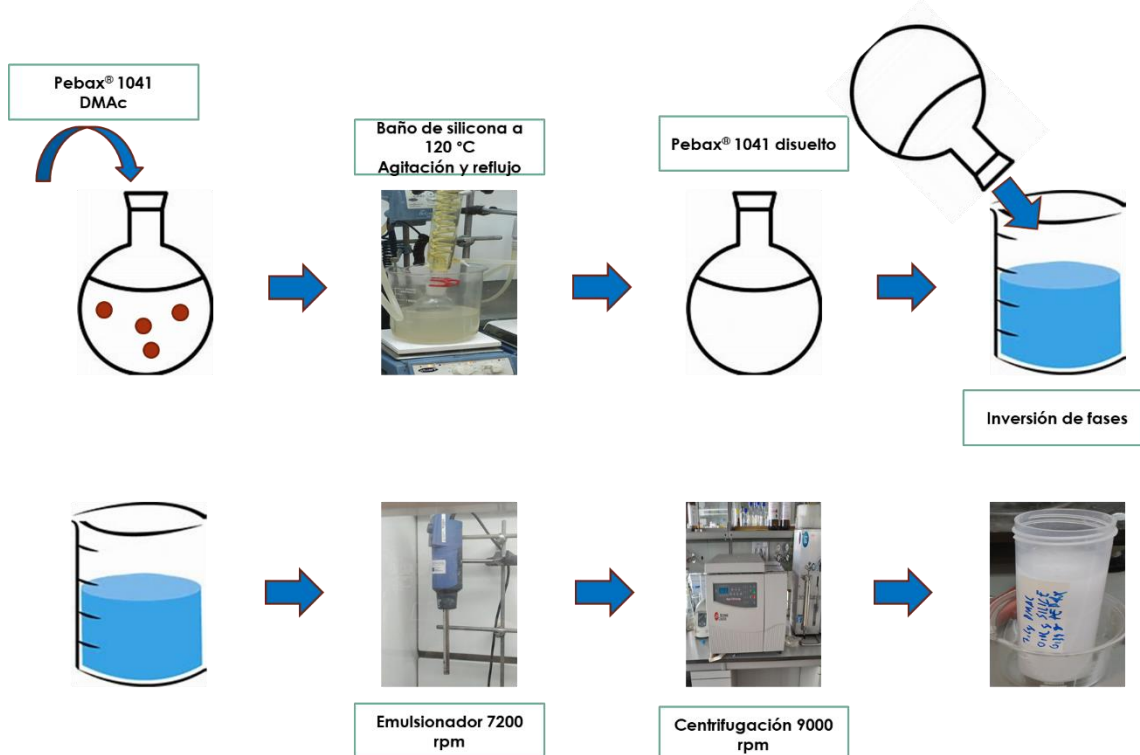


FIGURA A.2. Esquema del proceso de obtención de emulsión de Pebax® 1041: Pebax® 1041 /DMAc 5/95 (% peso).



## Preparación de membranas poliméricas de Pebax® mejoradas con nanopartículas para el tratamiento de corrientes gaseosas de postcombustión

- Disoluciones de sílice: SiO<sub>2</sub>/Pebax® 1041 1/99; 2,5/97,5; 5/95 y 10/90 (%peso)

Con el objetivo de conseguir una mejora en las propiedades de separación del Pebax® 1041 se buscó otro compuesto que disperso en su matriz pudiera mejorar sus propiedades. Además, se debía tener en cuenta que, el compuesto escogido se pudiese dispersar en la DMAc. Se optó, por lo tanto, por la sílice (SiO<sub>2</sub>) de marca comercial IBERSIL-A400.

Las propiedades de la sílice permitían una fácil mezcla y dispersión con la DMAc, y junto a los pellets de Pebax® 1041. Con esto en mente se realizaron cuatro disoluciones a distintas concentraciones de sílice para así poder comprobar el efecto de esta sobre el Pebax® 1041 y el comportamiento de las membranas.

Las cantidades utilizadas en cada una se pueden apreciar a continuación:

- Disolución de sílice: SiO<sub>2</sub>/Pebax® 1041 1/99 (%peso).
  - 0,01 g de SiO<sub>2</sub>.
  - 0,99 g de Pebax® 1041.
  - 19 g de DMAc.
- Disolución de sílice: SiO<sub>2</sub>/Pebax® 1041 2,5/97,5 (%peso).
  - 0,01 g de SiO<sub>2</sub>.
  - 0,39 g de Pebax® 1041.
  - 3,80 g de DMAc.
- Disolución de sílice: SiO<sub>2</sub>/Pebax® 1041 5/95 (%peso).
  - 0,022 g de SiO<sub>2</sub>.
  - 0,38 g de Pebax® 1041.
  - 7,60 g de DMAc.
- Disolución de sílice: SiO<sub>2</sub>/Pebax® 1041 10/90 (%peso).
  - 0,044 g de SiO<sub>2</sub>.
  - 0,40 g de Pebax® 1041.
  - 7,60 g de DMAc.

## Preparación de membranas poliméricas de Pebax® mejoradas con nanopartículas para el tratamiento de corrientes gaseosas de postcombustión

Con toda esta información presente se procederá a explicar el proceso de obtención de estas disoluciones. Todas ellas se obtuvieron siguiendo el mismo procedimiento, diferenciándose únicamente entre en las cantidades a utilizar de cada compuesto, las que se acaban de mostrar.

El primer paso consistía en introducir la masa de sílice necesaria en un matraz. A continuación, se añadió la cantidad de disolvente (DMAc) correspondiente para obtener la concentración deseada al matraz que contenía la sílice. Tras ello, se introdujo el matraz en un baño de ultrasonidos durante diez minutos, hasta observarse que la sílice estaba completamente dispersa en la DMAc. Seguidamente, se introdujo en el matraz la masa de Pebax® 1041, y este a su vez, se calentó en un baño de silicona a 120 °C con agitación y reflujo para la disolución total del polímero (ver esquema explicativo de la Figura A.3).

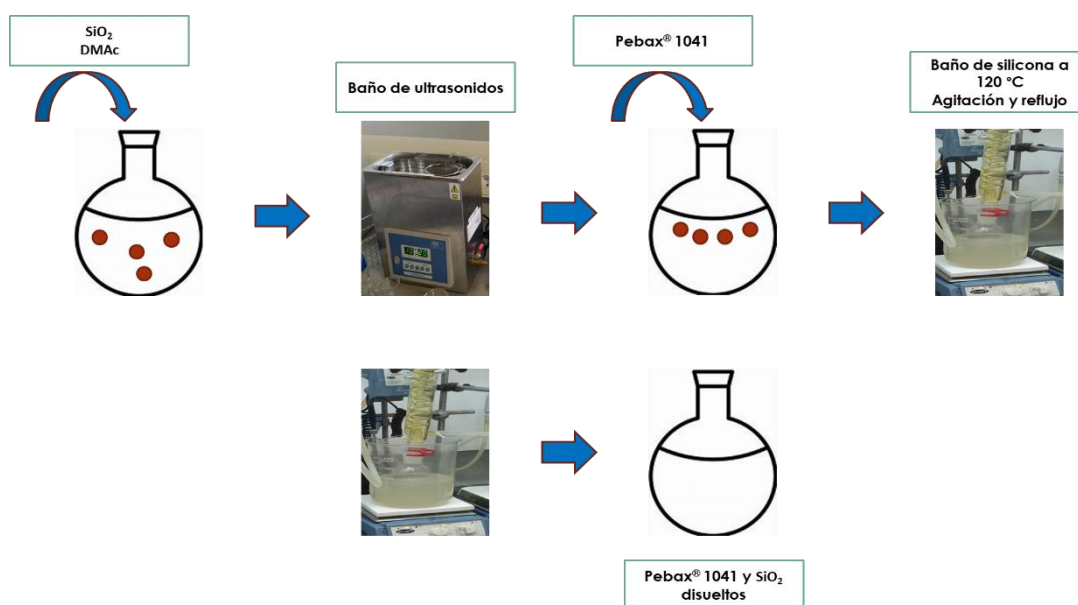


FIGURA A.3. Esquema del proceso de obtención de disoluciones de sílice:  $\text{SiO}_2$ /Pebax® 1041 1/99; 2,5/97,5; 5/95 y 10/90 (% peso).

## Preparación de membranas poliméricas de Pebax® mejoradas con nanopartículas para el tratamiento de corrientes gaseosas de postcombustión

### ➤ Emulsiones de sílice: SiO<sub>2</sub>/Pebax® 1041 1/99; 5/95 y 10/90 (% peso)

Tras obtener las disoluciones que se acaban de mostrar, se decidió preparar las emulsiones correspondientes a partir de ellas (exceptuando la disolución de sílice: SiO<sub>2</sub>/Pebax® 1041 2,5/97,5). Para ello se procedió de la siguiente manera: se vertió la disolución de Pebax® 1041 en un vaso de precipitados con agua de grifo y con agitación. Una vez precipitado el polímero, para conseguir obtener una emulsión uniforme se recurrió al emulsionador ika t25 digital ultraturrax a 7200 rpm hasta observarse que la mezcla estaba correctamente emulsionada. A continuación, se centrifugó esta mezcla en dos tandas de 10 minutos cada una y a 9000 rpm. Finalmente, se le adicionaron los gramos de agua destilada correspondientes para que las tres emulsiones tuviesen la concentración deseada:

34,60 g para la emulsión de sílice: SiO<sub>2</sub>/Pebax® 1041 10/90 (% peso)

32,87 g para la emulsión de sílice: SiO<sub>2</sub>/Pebax® 1041 5/95 (% peso)

85,61 g para la emulsión de sílice: SiO<sub>2</sub>/Pebax® 1041 1/99 (% peso)

El esquema explicativo del proceso puede verse en la Figura A.4.

Se realizó, además, un último paso sobre la emulsión de sílice: SiO<sub>2</sub>/Pebax® 1041 1/99 (% peso). Este consistió en introducir una punta de sonicación en el interior de la emulsión para así asegurarse de que la sílice estaba totalmente dispersa (ver Figura A.5).

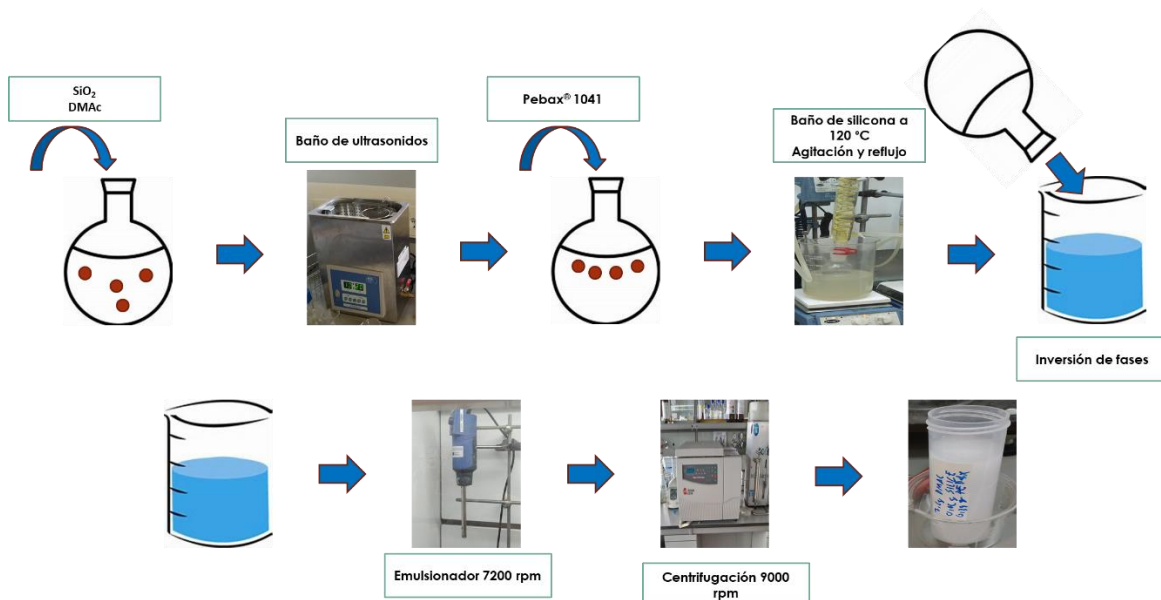


FIGURA A.4. Esquema del proceso de obtención de emulsiones de sílice: SiO<sub>2</sub>/Pebax® 1041 5/95 y 10/90 (% peso).

## Preparación de membranas poliméricas de Pebax® mejoradas con nanopartículas para el tratamiento de corrientes gaseosas de postcombustión

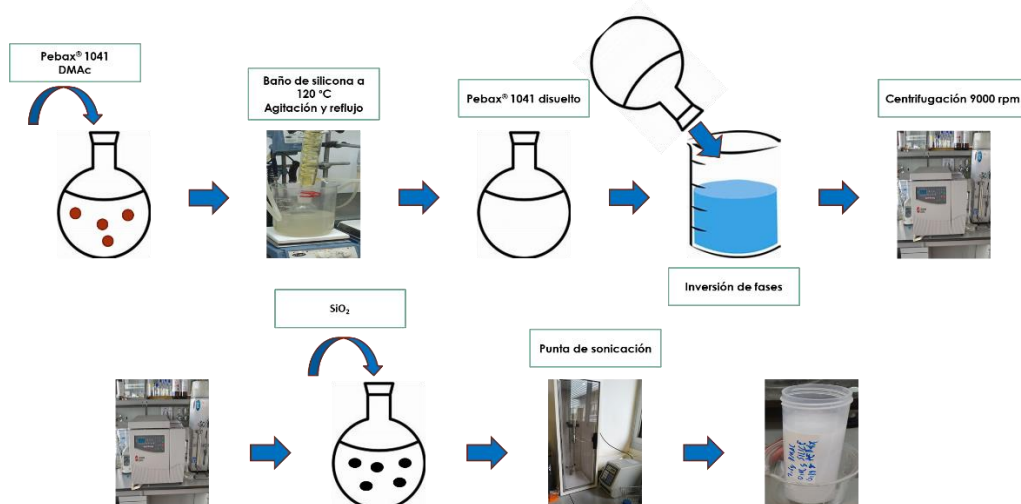


FIGURA A.5. Esquema del proceso de obtención de Emulsión de sílice: SiO<sub>2</sub>/Pebax® 1041 1/99 (% peso).

### ➤ Emulsión de sílice: SiO<sub>2</sub>/EtOH 10/90 (% peso)

Como se ha ido exponiendo con anterioridad, el disolvente utilizado principalmente durante el proyecto es la DMAc. Sin embargo, este disolvente es peligroso ya que es tóxico tanto por inhalación, como por contacto con la piel (INSST, 2006). Esto conlleva que sea necesario trabajar con él bajo ciertas condiciones de seguridad (campana extractora, guantes etc.). Con el objetivo de tratar de reducir este riesgo, se empezaron a barajar otros disolventes que pudiesen interactuar de forma satisfactoria tanto con la sílice, como con el Pebax® 1041.

Siguiendo esta línea se probaron como disolventes tanto agua (polar), como hexano (apolar). Sin embargo, ninguno de los dos conseguía la interacción que se buscaba. Es por esto que se buscó un compuesto intermedio en cuanto polaridad entre el agua y el hexano, y que además fuese más seguro trabajar con el que con la DMAc, siendo el escogido el etanol (EtOH).

Una vez escogido este disolvente se procedió a preparar la emulsión con las siguientes cantidades: 0,01 g de SiO<sub>2</sub> y 3,99 g de EtOH. En primer lugar, se introdujo la masa de sílice previamente pesada en un vial, seguidamente, se adicionó la cantidad de disolvente (EtOH) necesaria para mantener la concentración de la sílice en un 10% en peso. Con el objetivo de que la sílice se dispersase en él disolvente, se introdujo el vial en un baño de ultrasonidos durante 15 minutos (ver Figura A.6).

## Preparación de membranas poliméricas de Pebax® mejoradas con nanopartículas para el tratamiento de corrientes gaseosas de postcombustión



FIGURA A.6. Esquema del proceso de obtención de emulsión de sílice:  $\text{SiO}_2/\text{EtOH}$  10/90 (% peso).

### ➤ Emulsión de nanotubos de carbono: MWCNT/Pebax® 1041 1/99 (% peso)

Se deseaba poder mejorar el comportamiento del Pebax® 1041 combinando la matriz de este polímero con nanopartículas. Además de las anteriores pruebas con las emulsiones de Pebax® 1041 y sílice, se decidió probar con nanotubos de carbono de pared compuesta o MWCNT (del inglés *Multi-Walled Carbon Nanotube*), puesto que poseen unas propiedades mecánicas (alta resistencia y muy deformables) que podrían ser útiles en la fabricación de membranas.

Con todo esto en cuenta, se procedió a realizar la emulsión en cuestión utilizando para ello, los siguientes compuestos y cantidades:

- 0,01 g de MWCNT.
- 0,99 g de Pebax® 1041.
- 19 g de DMAc.

Esto hace por lo tanto que la emulsión sea del 1% en peso de MWCNT con respecto al Pebax® 1041. Para la obtención de esta emulsión, se siguieron exactamente los mismos pasos que en la obtención de la emulsión de sílice:  $\text{SiO}_2/\text{Pebax}^{\circledR}$  1041 1/99 (% peso) —ver apartado Anexo 1.3— cambiándose únicamente los 0,01 g de sílice por los 0,01 g de nanotubos de carbono (ver Figura A.7).

## Preparación de membranas poliméricas de Pebax® mejoradas con nanopartículas para el tratamiento de corrientes gaseosas de postcombustión

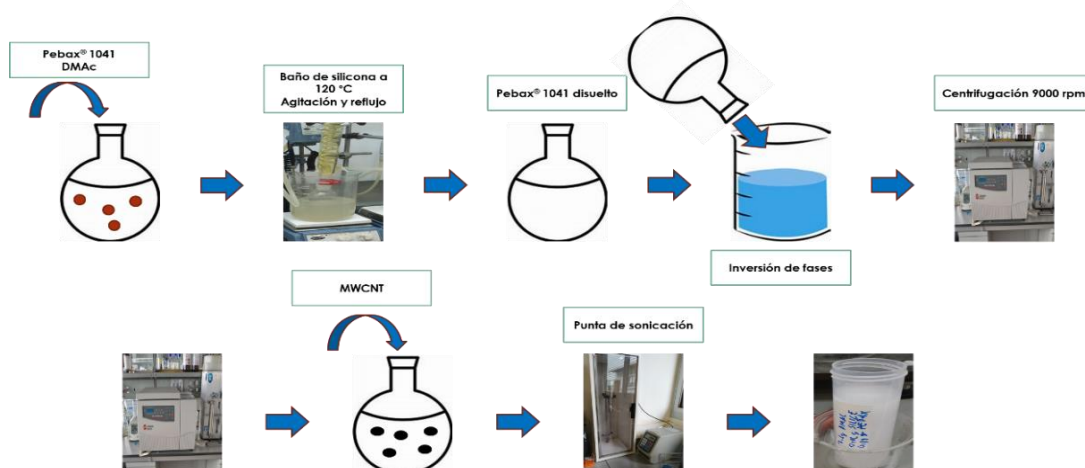


FIGURA A.7. Esquema del proceso de obtención de la Emulsión de nanotubos de carbono: MWCNT/Pebax® 1041 1/99 (% peso).

### ➤ Emulsiones de sílice y MWCNT: SiO<sub>2</sub>/emulsión de MWCNT 1% 5/95 y 10/90 (% peso)

Debido al buen comportamiento tanto de las emulsiones de sílice como de la de MWCNT, se optó por realizar unas últimas emulsiones que agruparan ambos tipos de material de relleno. Se eligieron dos concentraciones: una de sílice 5% en peso y otra de sílice al 10% (ambas en porcentaje en peso con respecto al emulsión de MWCNT 1%)

Como ya se disponía de la emulsión de MWCNT 1% en peso, se decidió agregar la sílice sobre esta para obtener las dos emulsiones objetivo. Utilizando como cantidad de partida 10 mg de sílice, las cantidades que se utilizaron fueron:

- Emulsión de sílice y MWCNT: SiO<sub>2</sub>/emulsión de MWCNT 1% 5/95 (% peso).
  - 10 mg de SiO<sub>2</sub>.
  - 35,19 g de emulsión de MWCNT 1% en peso en Pebax® 1041.
- Emulsión de sílice y MWCNT: SiO<sub>2</sub>/emulsión de MWCNT 1% 10/90 (% peso).
  - 10 mg de SiO<sub>2</sub>.
  - 16,67 g de emulsión de MWCNT 1% en peso en Pebax® 1041.

## Preparación de membranas poliméricas de Pebax® mejoradas con nanopartículas para el tratamiento de corrientes gaseosas de postcombustión

Para la obtención de estas emulsiones, se pesaron los 10 mg de sílice y se introdujeron en sus respectivos viales, consecutivamente, se adicionaron los gramos de la emulsión de MWCNT 1% en peso necesarios para obtener sus respectivas concentraciones. A continuación, los dos viales se introdujeron en un baño de ultrasonidos hasta observarse que la sílice estaba completamente dispersa (ver Figura A.8).



FIGURA A.8. Esquema del proceso de obtención de las emulsiones de sílice + MWCNT: SiO<sub>2</sub>/emulsión de MWCNT 1% 5/95 y 10/90 (% peso).

### 1.4 Obtención de soportes de PSF a partir de inversión de fases

Se decidió preparar una disolución de polisulfona al 20% en peso en NMP (N-metil-2-pirrolidona) basada en la mezcla de 5 g de polisulfona y 20 g de NMP. Para la obtención de esta disolución, se pesó la masa de polisulfona, incorporándose seguidamente a un matraz. En este matraz se adicionó la cantidad de NMP necesaria para conseguir la concentración de polisulfona objetivo. A continuación, la mezcla se sometió a agitación constante a 60 °C hasta que se observó la total disolución de la polisulfona. Tras ello, se extendió sobre un soporte de vidrio o teflón utilizando un doctor Blade automático para así formar una capa horizontal y lo más uniforme posible. Sobre ambos soportes la disolución de polisulfona se extendía correctamente. Sin embargo, se decidió usar finalmente el de vidrio ya que la capa de polisulfona era más uniforme.

Una vez extendida la disolución de polisulfona, se introdujo el vidrio, con la disolución sobre él, en un recipiente de agua previamente preparado que actuó como baño de coagulación para que se produjera la precipitación del polímero. Se esperó durante 10 min, hasta observar que la capa de polisulfona se había desprendido del vidrio.

El siguiente paso fue introducir la polisulfona en un recipiente con agua destilada durante un día. Seguidamente, el soporte de polisulfona se lavó con agua destilada durante un día y posteriormente con 2-propanol durante una hora. Como último paso, el soporte de polisulfona se secó en una estufa a 100 °C durante un día (ver Figura A.9).

## Preparación de membranas poliméricas de Pebax® mejoradas con nanopartículas para el tratamiento de corrientes gaseosas de postcombustión

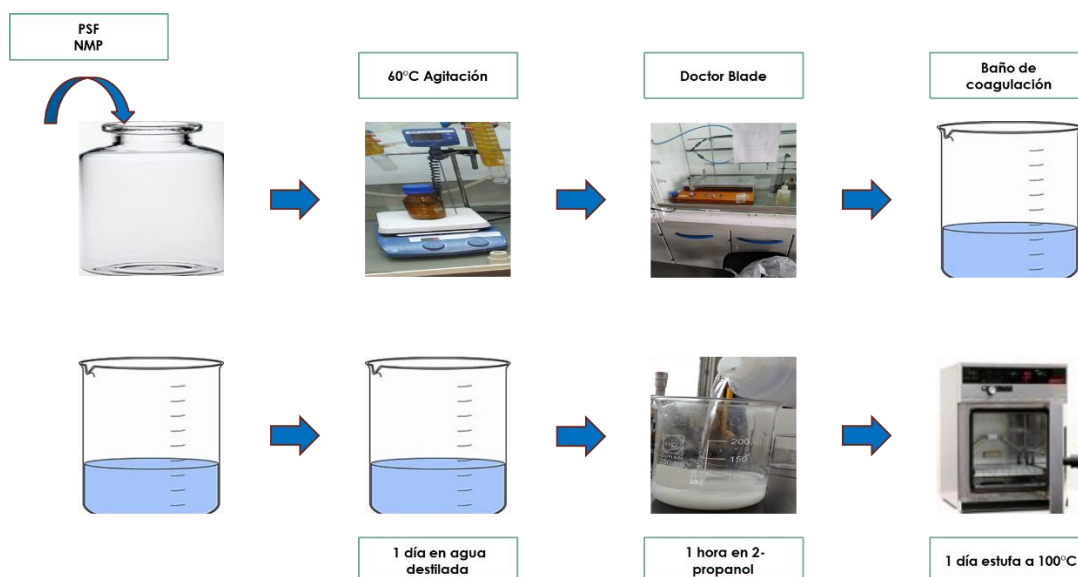


FIGURA A.9. Esquema de preparación de soportes de polisulfona por inversión de fases.

## 1.5 Caracterización de membranas poliméricas

### 1.5.1 Caracterización de un soporte de PSF

#### ➤ SEM

Se prepararon soportes de polisulfona por el método de inversión de fases, tanto sobre teflón como sobre vidrio (ver apartado 2.3.3). El objetivo era obtener un soporte sobre el que, tras generar una *gutter layer* con PTMSP, depositar una capa selectiva de Pebax® 1041.

Como se puede observar, la membrana de PSF forma una estructura porosa que podía cumplir el objetivo que se había marcado (ver Figura A.10 A y B). Sin embargo, el vidrio provoca que la membrana de PSF tenga un espesor más uniforme en comparación con la preparada sobre teflón. Este factor, junto al hecho de que al usar vidrio se extiende más la disolución, decantó la balanza en favor del vidrio.



Preparación de membranas poliméricas de Pebax® mejoradas con nanopartículas para el tratamiento de corrientes gaseosas de postcombustión

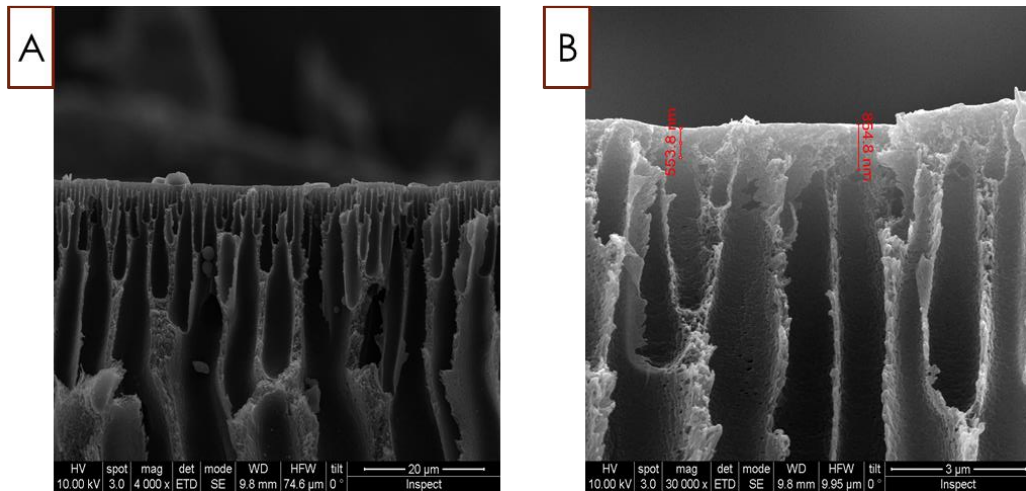


FIGURA A.10. Imágenes SEM de la sección transversal de un soporte de PSF.

1.5.2 Caracterización de una membrana mixta de sílice como material de relleno

➤ SEM

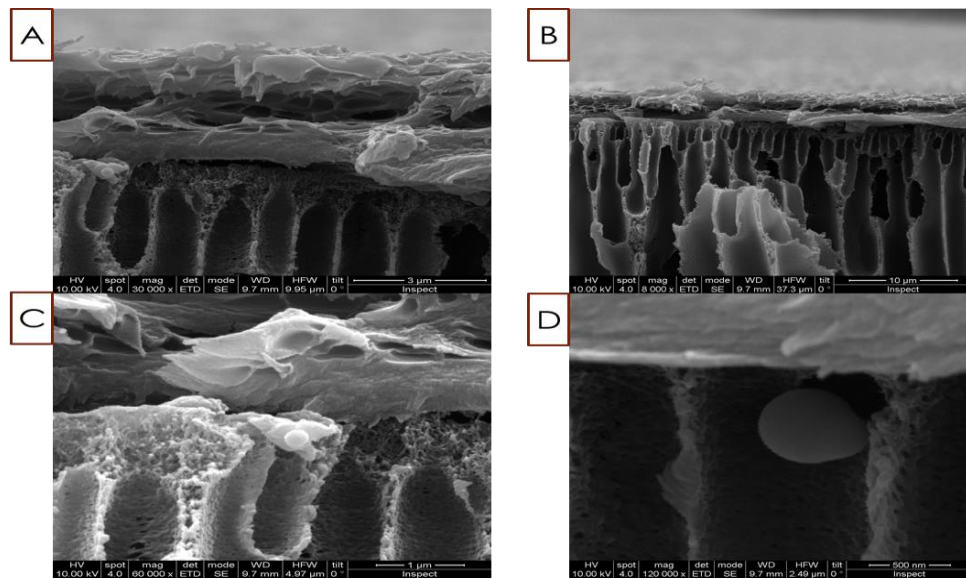


FIGURA A.11. Imágenes SEM de la sección transversal de una Membranas mixtas soportada de Pebax® 1041 con sílice como material de relleno.

Preparación de membranas poliméricas de Pebax® mejoradas con nanopartículas para el tratamiento de corrientes gaseosas de postcombustión

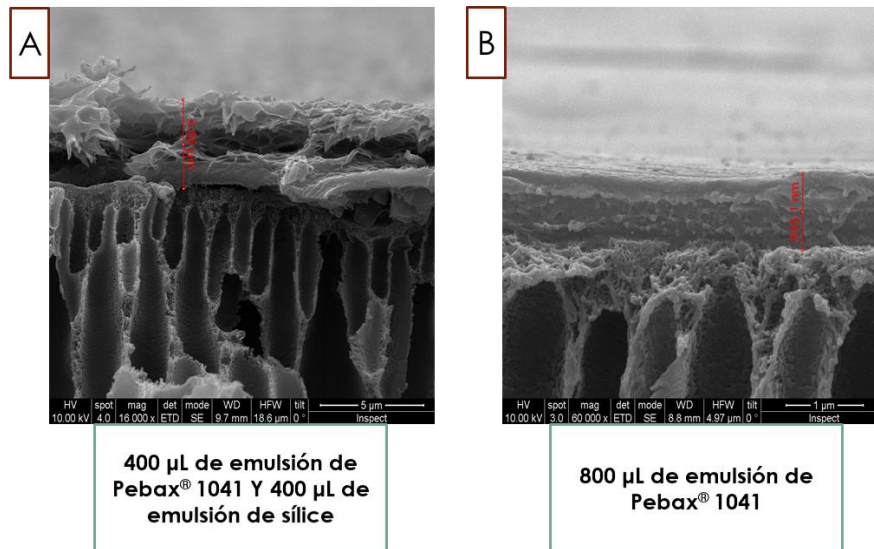


FIGURA A.12. Imágenes SEM de la sección transversal de una Membranas mixtas soportada de Pebax® 1041 con sílice como material de relleno (A), membrana soportada de Pebax® 1041 sin sílice (B).

1.5.3 Caracterización de una membrana mixta de MWCNT como material de relleno

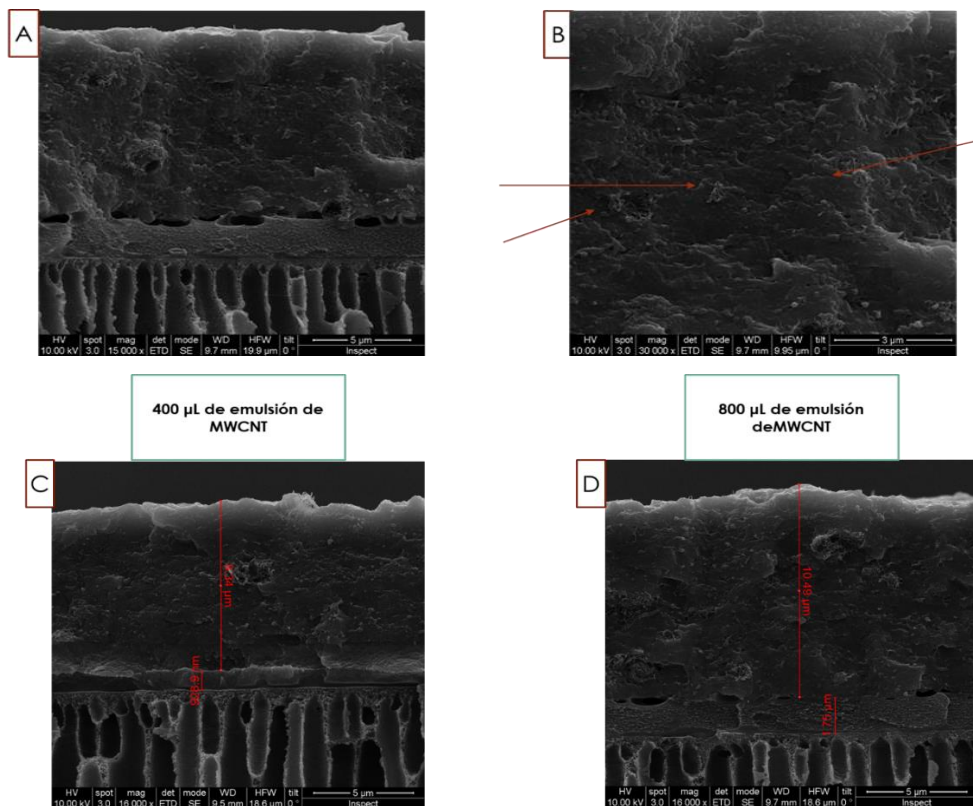


FIGURA A.13. Imagen del SEM de la sección transversal de membranas mixtas soportada de Pebax® 1041 con MWCNT como material de relleno.

## 1.6 Técnicas instrumentales

### ➤ Microscopia electrónica de barrido (SEM)

El microscopio electrónico de barrido es una técnica mediante la cual se hace incidir un haz focalizado de electrones sobre una muestra, obteniéndose una resolución de 100 Å, muy superior a la obtenida a partir de un microscopio óptico.

Cuando se analiza una muestra se envía un haz concentrado de electrones, generados en un filamento, sobre la superficie. Los electrones inciden en la superficie de la muestra, generando a partir de la interacción electrones retrodispersados y secundarios. Estos nuevos electrones son captados por el equipo y los transforman en energía, de modo que el ordenador lo puede interpretar y darnos una imagen a partir de estos datos. Estos datos nos aportan un conocimiento de la superficie de la muestra, así como de la composición, forma y tamaño de partículas.

Este dispositivo se utilizó para el estudio de las membranas, para conocer el espesor de las membranas y para ver la viabilidad de soportar membranas, puesto que al ser una técnica nueva y en desarrollo no se conocía su grado de compactación. Todas las muestras se analizaron con el mismo instrumento (Figura A.14) que posee los parámetros mostrados en la tabla A.4.



FIGURA A.14. Microscopio electrónico de barrido Inspect 50 (FEI) del INA.

## Preparación de membranas poliméricas de Pebax® mejoradas con nanopartículas para el tratamiento de corrientes gaseosas de postcombustión

Tabla A.4. Datos técnicos de Microscopio electrónico de barrido *Inspect 50 (FEI)*.

	1 kV	3.0 nm sin BSED
SEM	30 kV	1.0 MM
	Máxima corriente de haz	200Na
Vacío	Único modo	Alto vacío
	X x Y x Z (mm)	50 x 50 x 50 mm
Stage	Inclinación	-15° a 75°
	Rotación	360°
Detección	Estado sólido BSE	BSED
	ETD	SE

Este equipo también posee la capacidad de realizar la técnica de microscopía electrónica de rastreo SEM-EDX. Esta técnica es similar a la anterior salvo que en vez de obtener una imagen con una gran resolución también se obtiene un análisis elemental de la superficie, muy útil para membranas con diferentes partes, determinando donde empieza y termina cada sección.

### ➤ Análisis termogravimétrico (TGA)

El análisis termogravimétrico es un estudio destructivo. Se somete una muestra a un aumento progresivo de la temperatura dentro de una atmosfera controlada. Conociendo la masa inicial se observa la degradación térmica de la muestra y la estabilidad térmica de la misma. En este proyecto se utilizó una atmosfera de aire y se utilizó para observar la composición de las membranas y la ausencia de disolvente. El equipo utilizado ha sido Mettler Toledo TGA/STDA 851e (ver Figura A.15).



FIGURA A.15. Mettler Toledo TGA/STDA 851e del CREG

### ➤ Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)

La espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier es un estudio no destructivo donde se puede estudiar la composición a partir de la espectroscopia molecular. El principio básico detrás de la espectrometría molecular es que las moléculas absorben energía de la luz en longitudes de ondas específicas, conocidas como sus frecuencias de resonancia (vibración). Por ejemplo, las moléculas de agua resuenan (vibran) alrededor del número de onda de  $3450\text{ cm}^{-1}$ , en la región infrarroja del espectro electromagnético.

Un espectrómetro infrarrojo funciona con una pequeña muestra que es colocada en una celda infrarroja, donde es sometida a una fuente de luz infrarroja, la cual hace un barrido desde las numero de onda de  $4000\text{ cm}^{-1}$  hasta  $600\text{ cm}^{-1}$ . La intensidad de la luz transmitida a través de la muestra es medida en cada número de onda, lo que permite que la cantidad de luz absorbida por la muestra sea calculada por la diferencia entre la intensidad de la luz antes y después de pasar por la celda de muestra. Esto se conoce como el espectro infrarrojo de la muestra.

El equipo encargado de esto fue Bruker Vertex 70 con un detector DTGS y un ATR con punta de diamante Golden Gate (ver Figura A.16).



FIGURA A.16 Bruker Vertex 70 con un detector DTGS y un ATR del INA

### ➤ Difracción de rayos X (XRD)

La técnica de difracción de rayos X sirve para estudiar el grado de cristalinidad de una muestra a partir de la interacción de los rayos X con los electrones. Cuando el equipo es capaz de suministrar suficiente energía a los electrones de las capas internas del material objetivo, se producen ondas en el espectro de los rayos X. Cuando la geometría de los rayos X incide sobre la muestra se genera una interferencia constructiva y se produce un pico de intensidad. El equipo lee este pico y lo registra, enviándolo al ordenador.

Preparación de membranas poliméricas de Pebax® mejoradas con nanopartículas para el tratamiento de corrientes gaseosas de postcombustión

El equipo encargado (Figura A.17) de dicho estudio fue un difractor de rayos-X Max Rigaku equipado con un ánodo de cobre y un monocromador de grafito que es el encargado de controlar la radiación  $\text{CuK}\alpha$  ( $\lambda = 1,540 \text{ \AA}$ ), en un rango de  $2\theta = 2,5^\circ$  a  $40^\circ$  con una velocidad de adquisición de  $0,03 \text{ }^\circ/\text{s}$ .



FIGURA A.17. Difractometro de Rayos-X Max Rigakuv del INA

## 1.7 Resumen Selectividad CO<sub>2</sub>/N<sub>2</sub> vs Permeación de CO<sub>2</sub>

Tabla A.5. Resumen de los valores de selectividad CO<sub>2</sub>/N<sub>2</sub> y permeación de CO<sub>2</sub> de las distintas

		Permeación de CO <sub>2</sub> (GPU)	Selectividad CO <sub>2</sub> /N <sub>2</sub> (-)
<b>PDMS</b>	Drop casting de emulsión de Pebax® 1041	5,85	9,47
	Membrana de PDMS como soporte tipo "sándwich"	6,67	20,42
	Drop casting 1200 µL disolución de CTAB	2,89	4,39
	Drop casting 1600 µL disolución de CTAB	2,90	0,83
<b>PTMSP</b>	Drop casting de 400 µL emulsión de Pebax® 1041	9,86	5,52
	Drop casting de 800 µL emulsión de Pebax® 1041	7,51	8,05
	Drop casting de 1200 µL emulsión de Pebax® 1041	8,24	4,03
	Membrana de PTMSP como soporte tipo "sándwich"	6,60	1,81
<b>PTMSP + PSF</b>	PSF + PTMSP + Drop casting de 400 µL emulsión de Pebax® 1041	13,87	4,84
	PSF + PTMSP + Drop casting de 800 µL emulsión de Pebax® 1041	8,59	7,85
	PSF + PTMSP + Drop casting de 1000 µL emulsión de Pebax® 1041	7,16	8,86
	PSF + PTMSP + Drop casting de 1200 µL emulsión de Pebax® 1041	5,23	5,50
<b>PTMSP + PSF + SiO<sub>2</sub></b>	Membrana mixta de sílice 1% en peso	0,45	1,60
	Membrana mixta de sílice 5% en peso	5,51	8,43
	Membrana mixta de sílice 10% en peso	9,08	7,50
<b>PTMSP + PSF + MWCNT</b>	Membrana mixta de MWCNT 1% en peso 400 µL	2,98	20,94
	Membrana mixta de MWCNT 1% en peso 800 µL	2,26	21,99
<b>PTMSP + PSF + MWCNT + SiO<sub>2</sub></b>	Membrana mixta de MWCNT y sílice 5% en peso	5,74	5,88
	Membrana mixta de MWCNT y sílice 10% en peso	10,36	11,75