Anexo A

Resultados de las reacciones de producción de ésteres de glicerol

Inicialmente se realizó un conjunto de experimentos que buscaba explorar la influencia de exceso de ácido y del método de remoción de agua en la conversión. Los resultados de estas pruebas se presentan en la tabla A.1.

Con base en los resultados se concluyó que a presión atmosférica no es posible alcanzar conversiones mayores a 68 % para los ésteres de glicerol, que es necesario el uso de algún mecanismo que retire el agua generada en la reacción, que el uso de un solvente genera una mejoría leve en la conversión, pero la relación solvente:reactivos es muy alta, y que el uso de un gas de arrastre mejora el color del producto pero no incrementa el avance de la reacción. Se puede observar que hay un incremento en el avance de la reacción al utilizar vacío, efecto que está acompañado de un mejoramiento en el color del producto, por lo cual se procedió a la producción de los 14 ésteres planteados usando el aumento progresivo del vacío como método de remoción de agua.

Los resultados de las reacciones de producción de los catorce ésteres de glicerol seleccionados se presentan en la tabla A.2 y las curvas de seguimiento de la reacción en las figuras A.1 a A.13.

Los ésteres propionicos y butanoicos del acetilsalicilato de glicerilo fueron descartados del estudio porque bajo las condiciones de trabajo evaluadas se favorece la des-acetilación del ácido salicílico y no la reacción con el glicerol, hecho corroborado por el incremento en el contenido de ácido y por la presencia de ácido acético.

Después de obtenidos los ésteres, el proceso concluyó con las etapas de neutralización y de lavado. En esta última se debe tener en cuenta que en la primera decantación la fase acuosa se ubica en el fondo del separador, y en los siguientes lavados se ubica en la parte superior para todos los productos, a excepción del proceso del MBP donde el agua se ubicó siempre abajo. Una vez realizados los lavados, se destiló el agua remanente y posteriormente se

Tabla A.1. Resultados de los ensayos exploratorios para la producción de ésteres de glicerol

Temperatura de reacción: 115 a 120°C
Catalizador: AMS 1.5 % en peso respecto al glicerol.

Éster	Exceso de ácido respecto al glicerol (%)	Condición adicional	Tiempo de estabilización de la conversión (minutos)	Conversión final (%)
TP	0	RTDS	90	50
TB	0	RTDS	200	55
TisoB	0	RTDS	80	60
TisoV	0	RTDS	120	68
TP	50	Reflujo total	15	56
TP	100	Reflujo total	30	65
TP	150	Reflujo total	60	57
TP	10	RTDS	60	54
TP	20	RTDS	50	63
TP	50	RTDS	45	68
TB	10	RTDS	60	58
TisoB	10	RTDS	60	64
TisoV	10	RTDS	100	68
TP	50	Uso de solvente	40	70
TP	50	Arrastre con CO_2	45	68
TP	50	Vacío progresivo	300	92
TB	50	Uso de solvente	60	61
TB	50	Arrastre con CO_2	60	59
TB	50	Vacío progresivo	300	65
MB	0	RTDS	300	92

RTDS: Recolección de vapores en la trampa Dean-Stark.
Vacío progresivo: El vacío se aumentó cada vez que la conversión se estabilizó

cacacterizaron los productos.

Tabla A.2. Condiciones y resultados de la producción de los ésteres seleccionados.

Éster	Exceso de ácido, (% en peso)	Temperatura (°C)	Presión final (kPa abs)	Tiempo de reacción (minutos)	Conversión (%)
TP	40	115	6.9	320	85.1
TB	38	120	6.9	320	67.5
TisoB	38	120	20.4	320	85.3
TisoV	30	120	3.5	344	74
MB	5	115	6.9	380	95
MBP	38	115	34	210	63.2
MBB	46	120	3.5	442	83.2
MBisoB	47	120	17.7	320	≥ 99
MBisoV	30	120	17.7	360	70.3
MB2EH	20	120	34.0	360	52
M12HEP	5 y 29	120	34.0	610	99(1) y 99(2)
M12HEB	1 y 30	120	34.0	615	99(1) y 98(2)
MRP	10 y 50	120	34.0	540	81(1) y 96(2)

1. Resultado de la reacción entre el glicerol y el ácido graso.
2. Resultado de la reacción entre el monoéster y el segundo ácido.

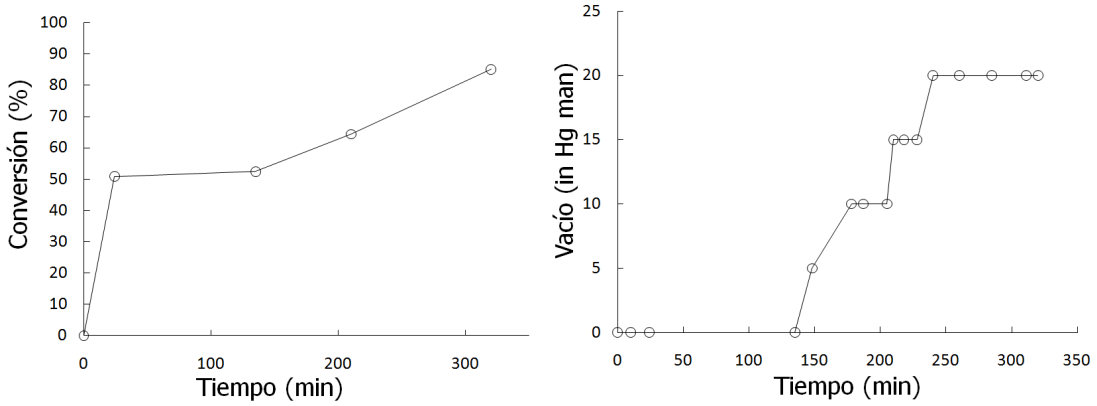


Figura A.1. Seguimiento de la reacción de producción de Tripropanoato

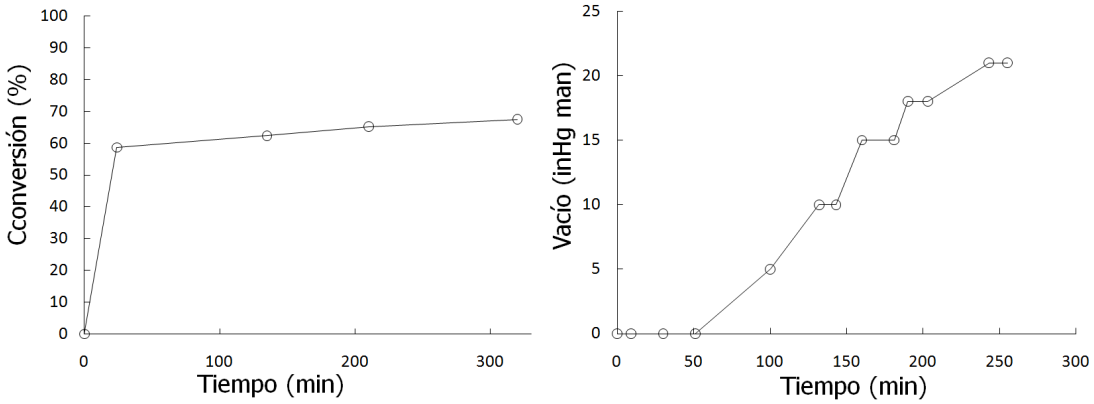


Figura A.2. Seguimiento de la reacción de producción de Tributanoato

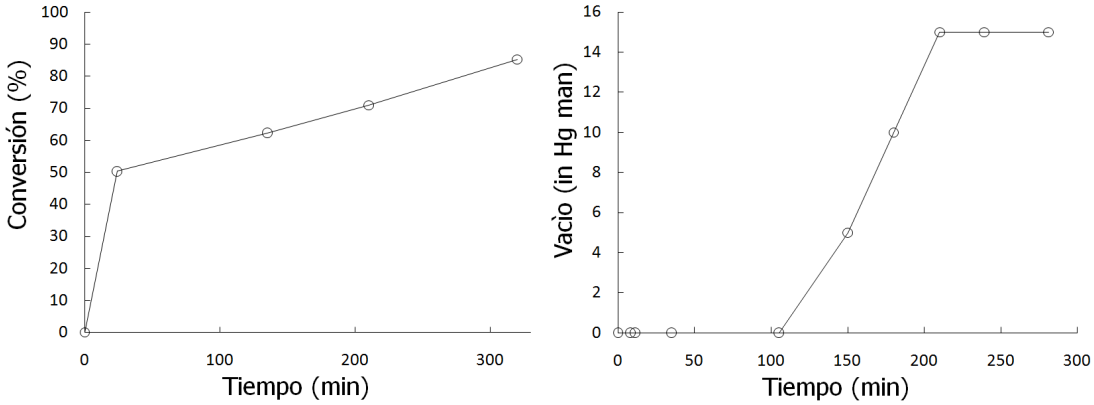


Figura A.3. Seguimiento de la reacción de producción de Tri-isobutanoato

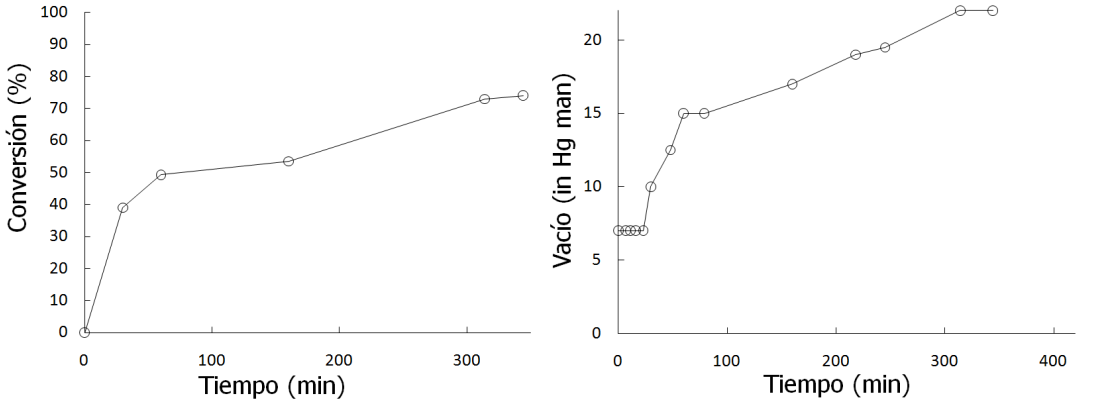


Figura A.4. Seguimiento de la reacción de producción de Tri-isovalerato

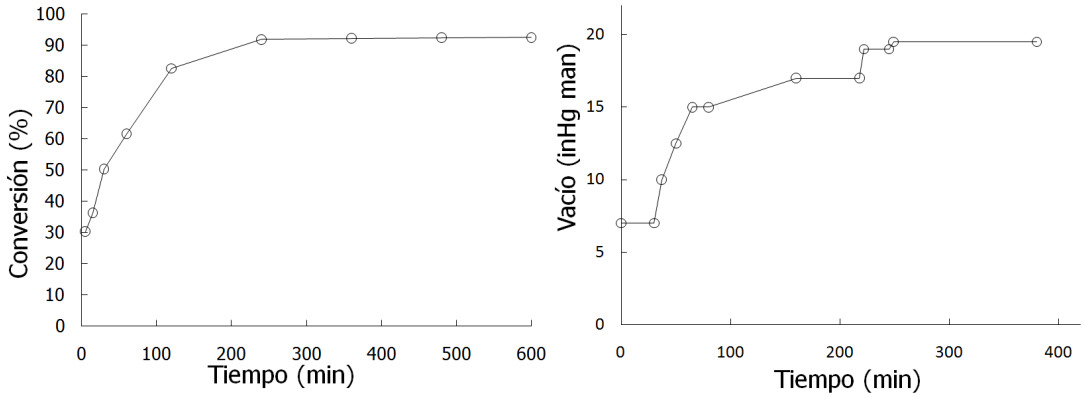


Figura A.5. Seguimiento de la reacción de producción de Monobenzoato de glicerilo

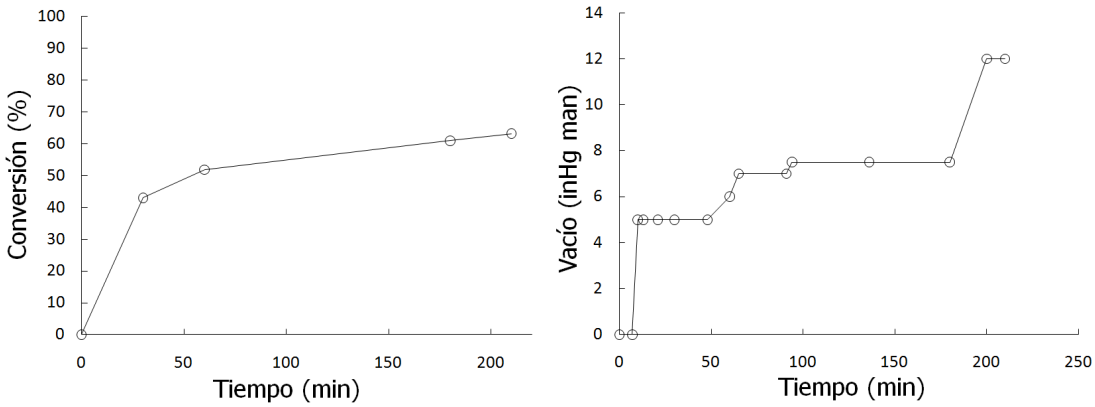


Figura A.6. Seguimiento de la reacción de producción de Monobenzoato propanoato

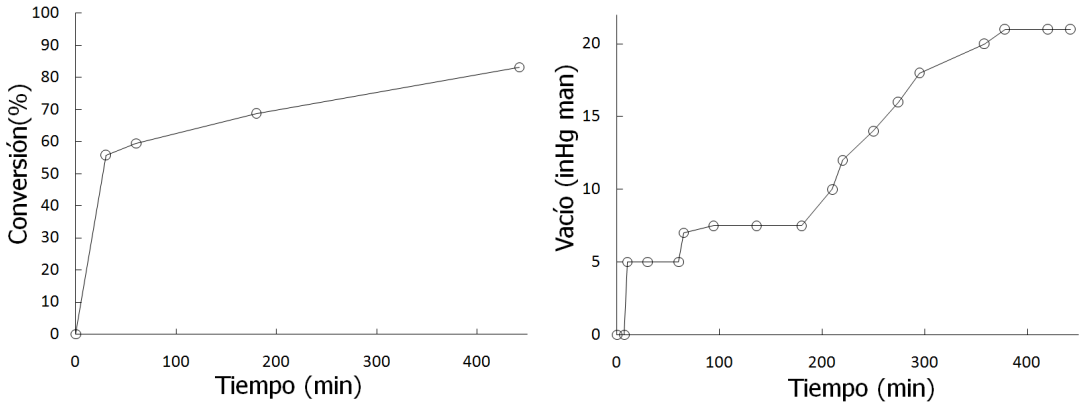


Figura A.7. Seguimiento de la reacción de producción de Monobenzoato butanoato

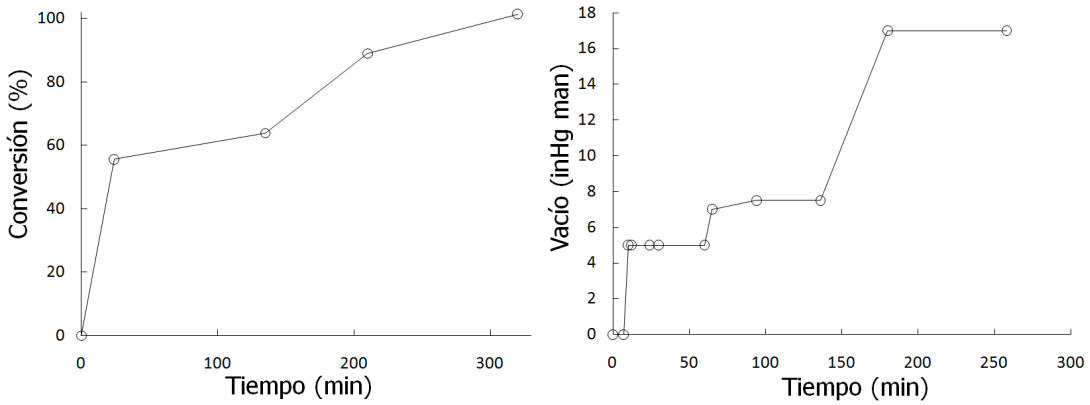


Figura A.8. Seguimiento de la reacción de producción de Monobenzoato isobutanato

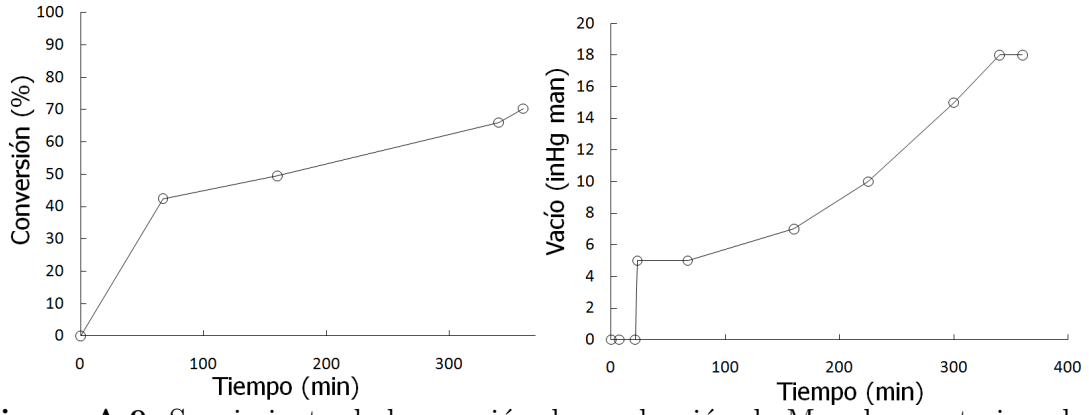


Figura A.9. Seguimiento de la reacción de producción de Monobenzoato isovalerato

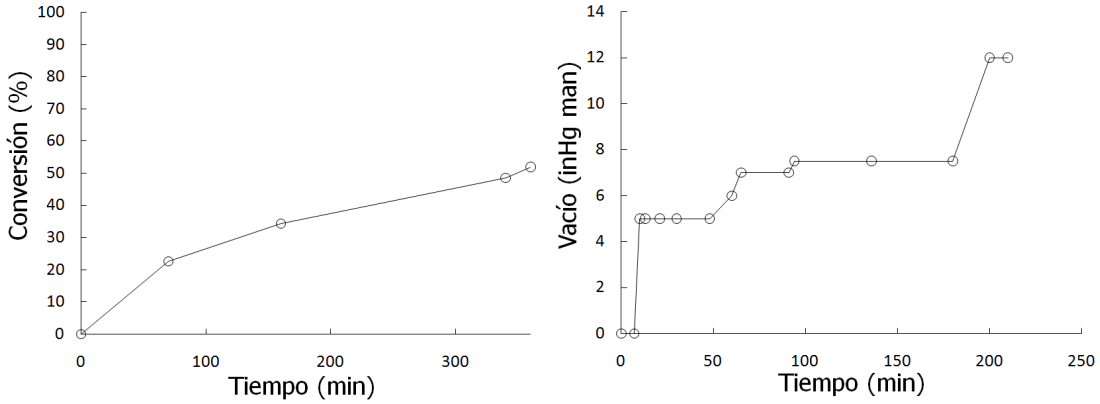


Figura A.10. Seguimiento de la reacción de producción de Monobenzoato 2 etilhexanoato

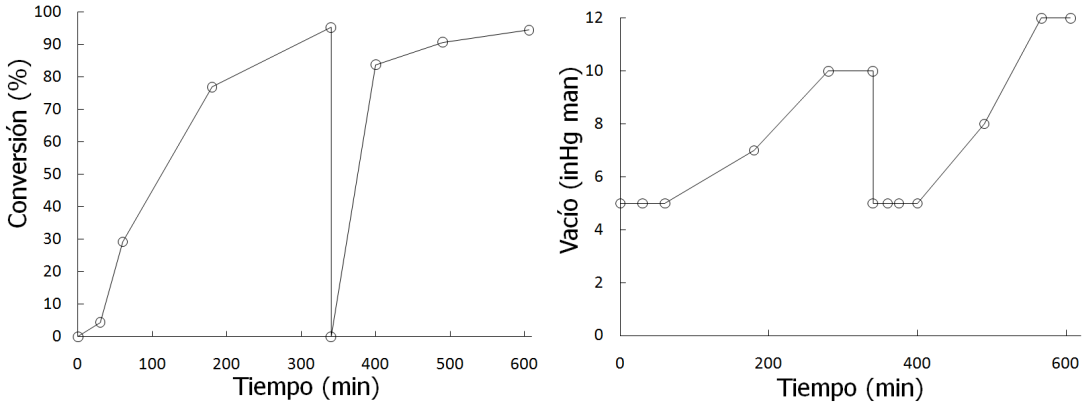


Figura A.11. Seguimiento de la reacción de producción de Mono 12 hidroxiestearato propanoato

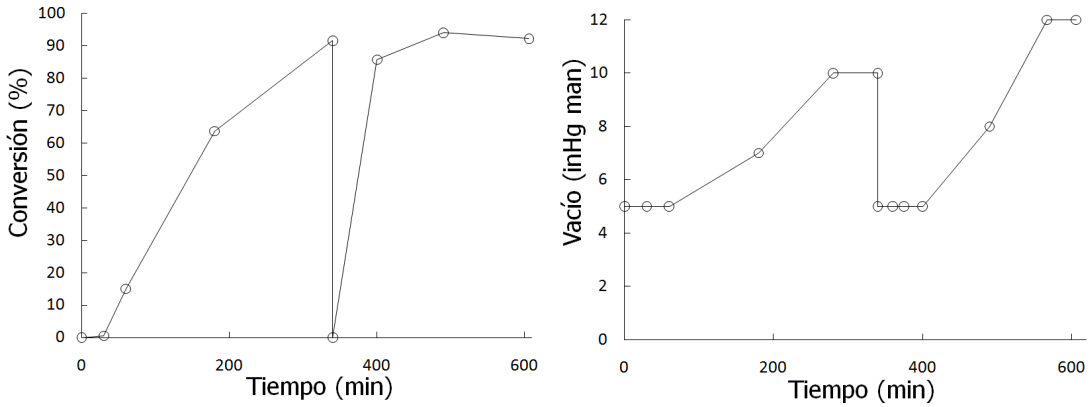


Figura A.12. Seguimiento de la reacción de producción de Mono 12 hidroxiestearato butanoato

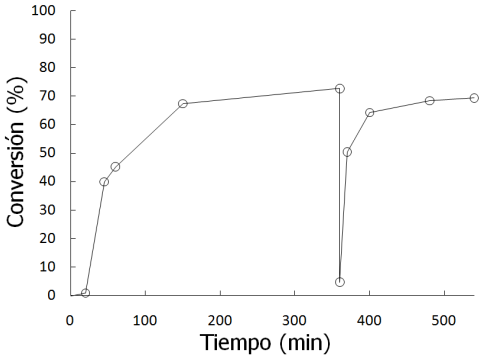
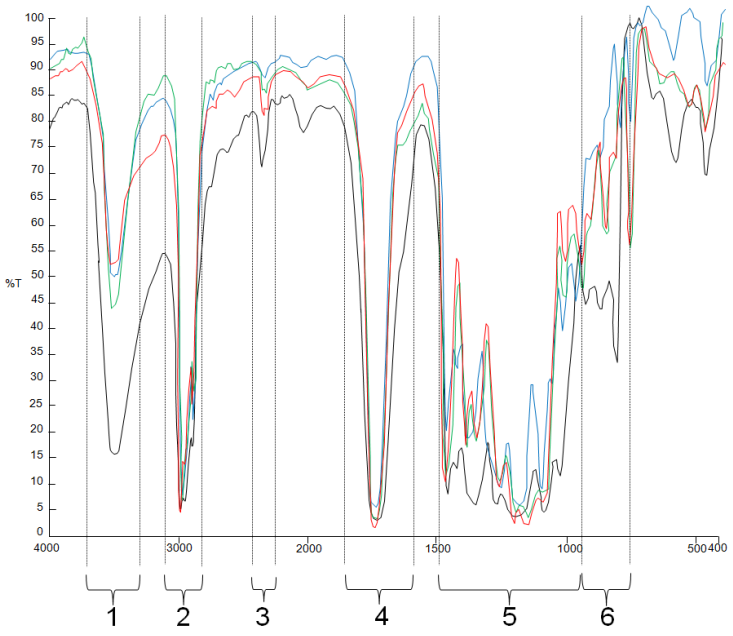


Figura A.13. Seguimiento de la reacción de producción de Mono ricinoleato propanoato

Anexo B

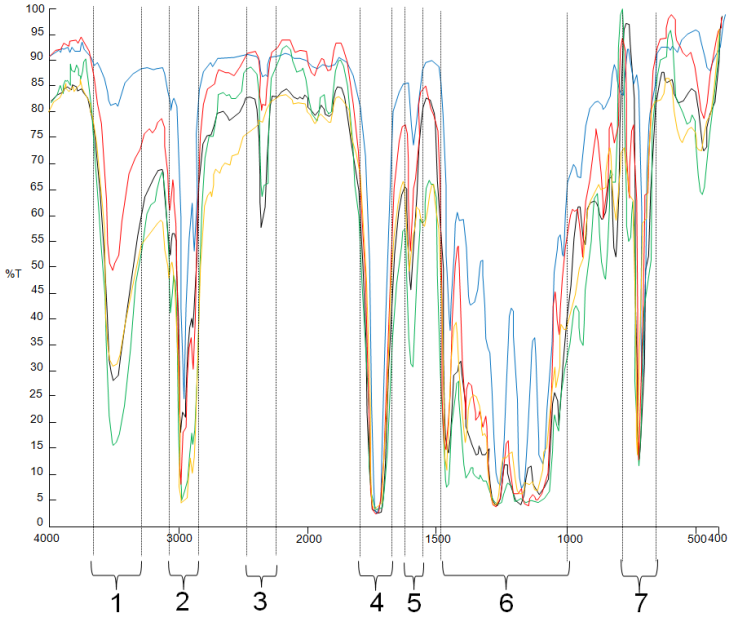
Espectros infrarojos de los ésteres de glicerol



TP (—), TB (—), TisoB (—), TisoV (—)

1: Bandas de absorción de alcoholes primarios y secundarios
2: Bandas de absorción de ácidos carboxílicos y alcanos
3: Bandas de absorción de la tensión C=O de los grupos carbonilos
4: Bandas de absorción de la tensión C=O de los grupos carbonilos en grupo éster
5: Bandas de absorción de alcoholes, ácidos, ésteres, y alcanos
6: Bandas de absorción de grupos ácido, y de cadenas de tres carbonos

Figura B.1. Infrarojos de los ésteres simples.



MBP (—), MBB (—), MBisoB (—),
MBisoV (—), MB2EH (—)

1: Bandas de absorción de alcoholes primarios y secundarios
2: Bandas de absorción de ácidos carboxílicos y alcanos
3: Bandas de absorción de la tensión C=O de los grupos carbonilos
4: Bandas de absorción de la tensión C=O de los grupos carbonilos en grupo éster
5: Bandas de absorción de aromáticos monosustituidos
6: Bandas de absorción de alcoholes, ácidos, ésteres, alcanos y aromáticos
7: Bandas de absorción de aromáticos monosustituidos

Figura B.2. Infrarojos de los ésteres mixtos.

Anexo C

RMN de los plastificantes

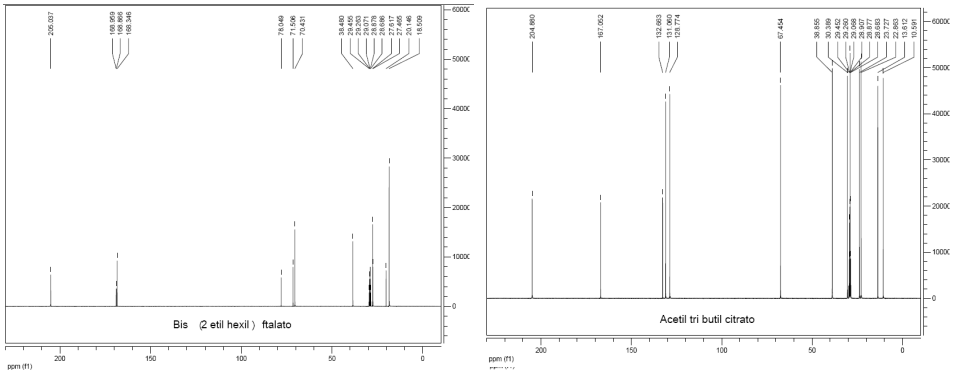


Figura C.1. RMN del DEHP y del ATBC

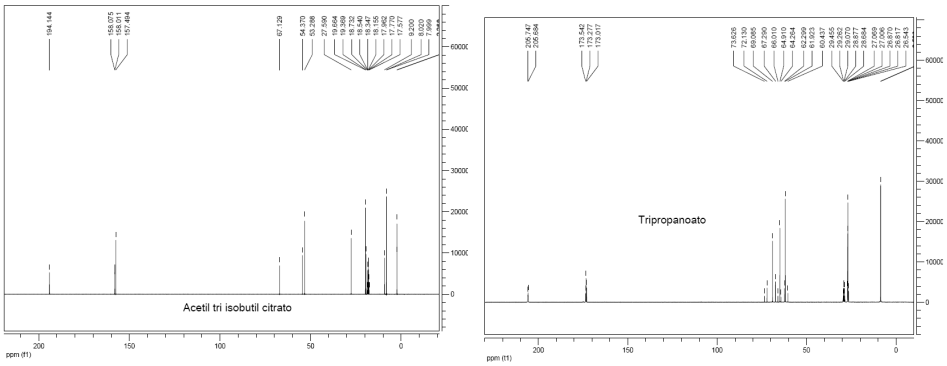


Figura C.2. RMN del ATisoBC y del TP

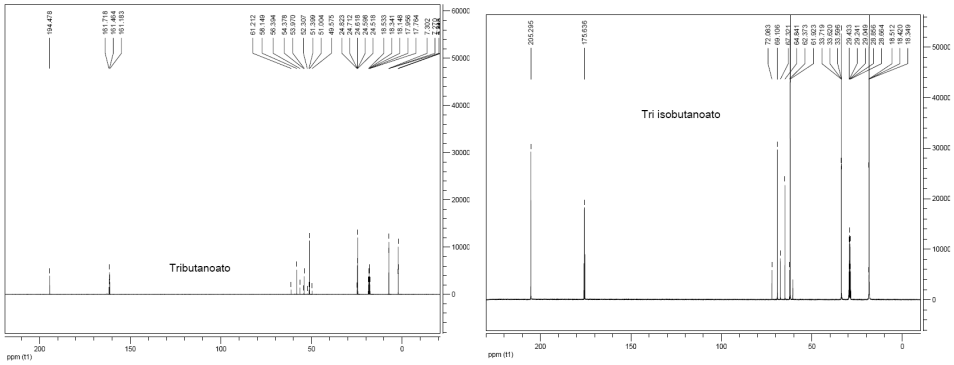


Figura C.3. RMN del TB y del TisoB.

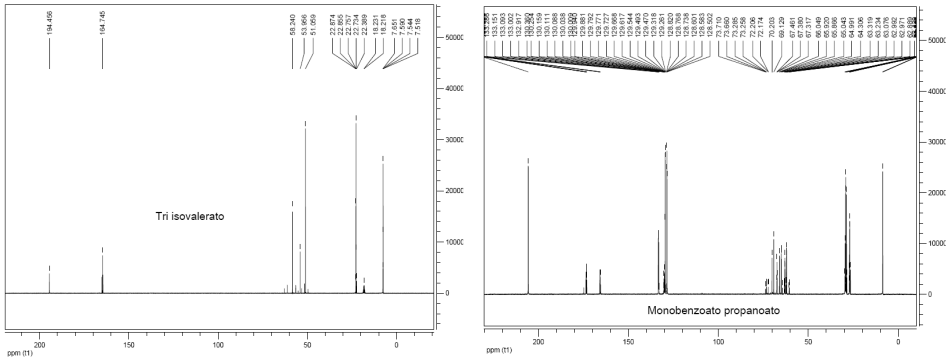


Figura C.4. RMN del TisoV y del MBP.

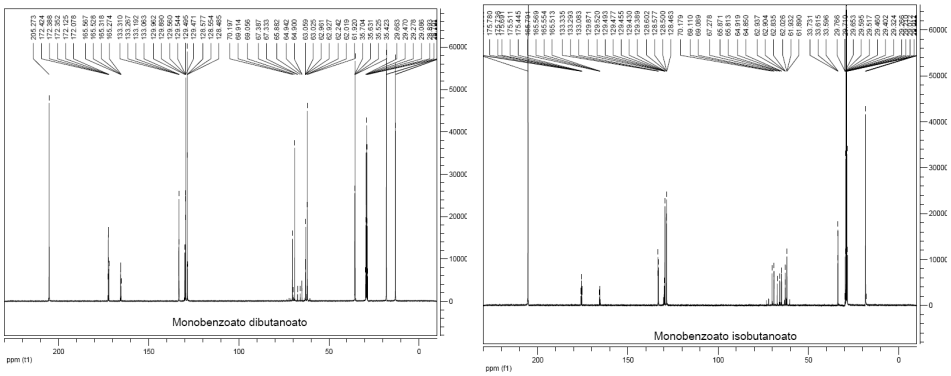


Figura C.5. RMN del MBB y del MBisoB.

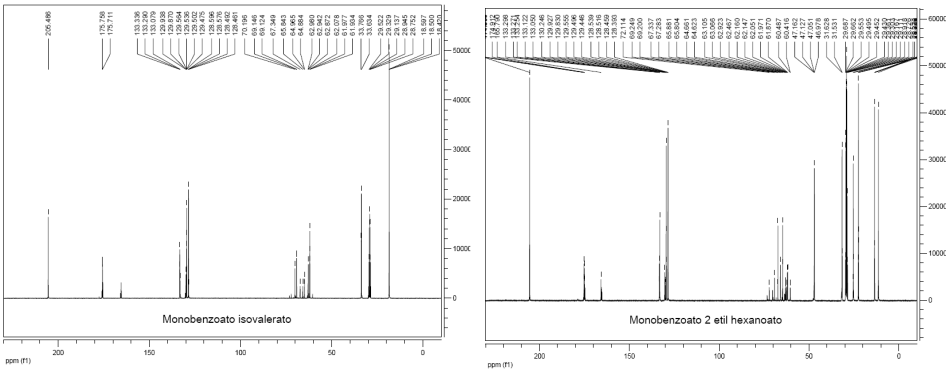


Figura C.6. RMN del MBisoV y del MB2EH.

Anexo D

Microscopías electrónicas de barrido de las películas

A continuación se presentan las imagenes de SEM para las películas

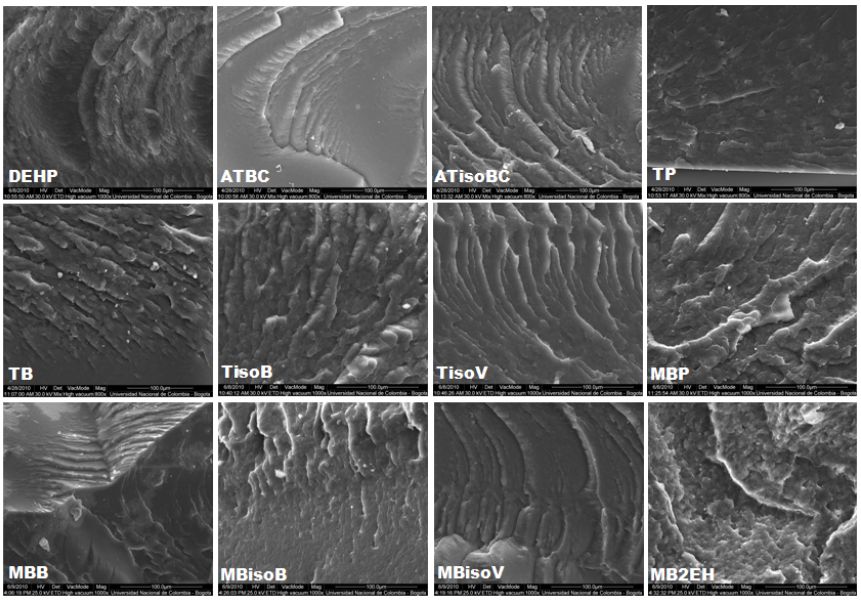


Figura D.1. Microscopías electrónicas del corte de las películas fabricadas, 40 PHR. Enfoque a 100 μm

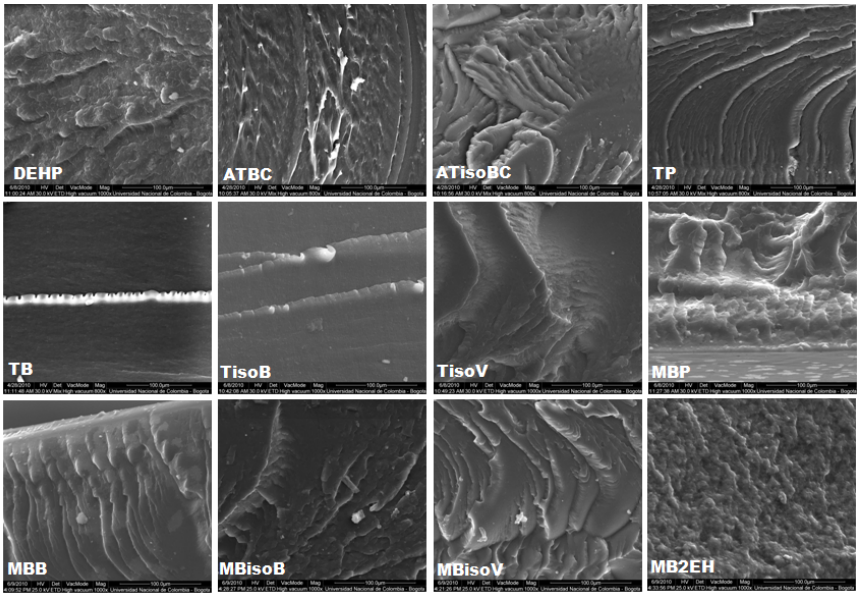


Figura D.2. Microscopías electrónicas del corte de las películas fabricadas, 70 PHR. Enfoque a 100 μm

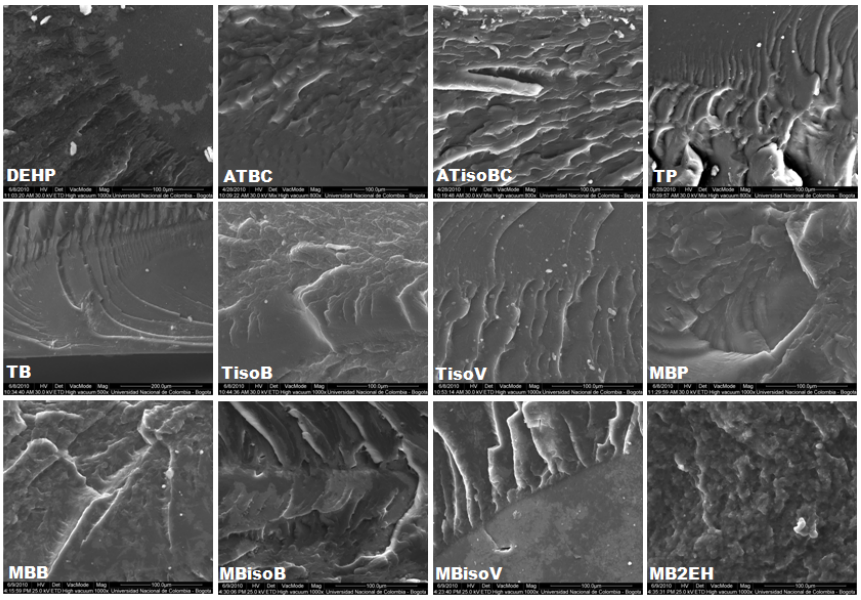


Figura D.3. Microscopías electrónicas del corte de las películas fabricadas, 100 PHR. Enfoque a 100 μm

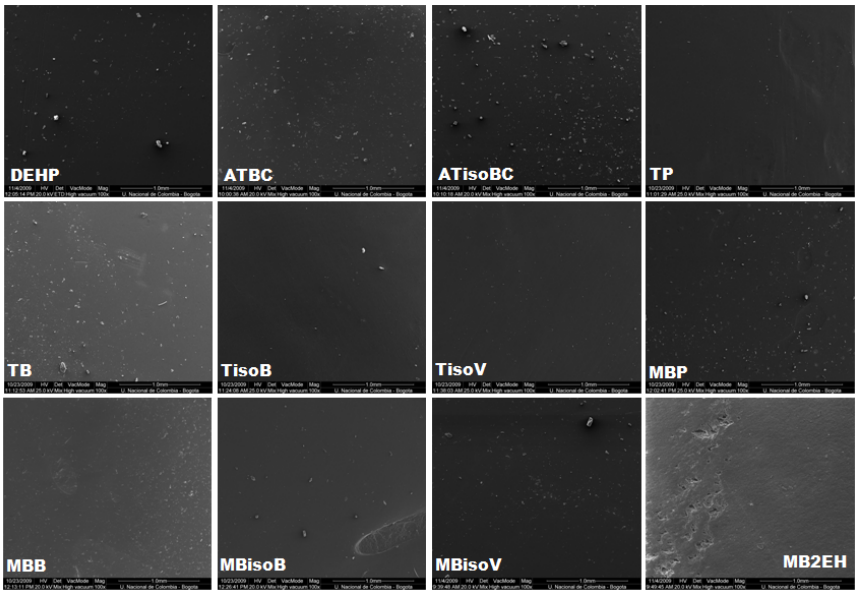


Figura D.4. Microscopías electrónicas de la superficie de las películas fabricadas, 70 PHR. Enfoque a 1 mm