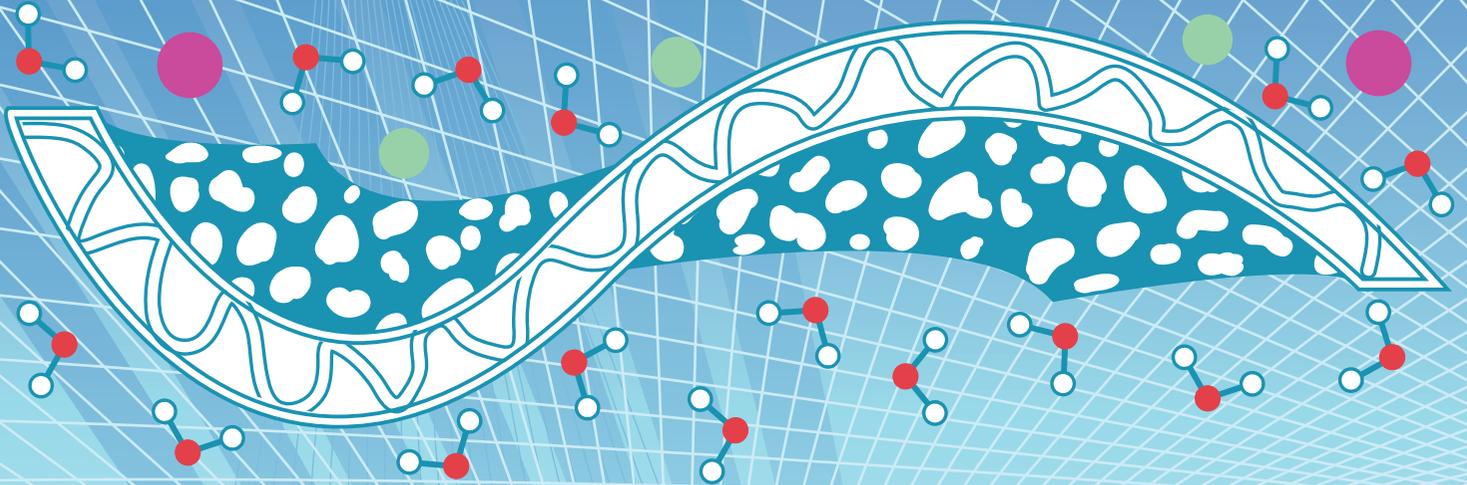




# MEMORIAS DEL CONGRESO DE LA SOCIEDAD MEXICANA DE CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE MEMBRANAS

ISSN: 2395-8650



## Directorio

Dr. José Narro Robles  
Rector

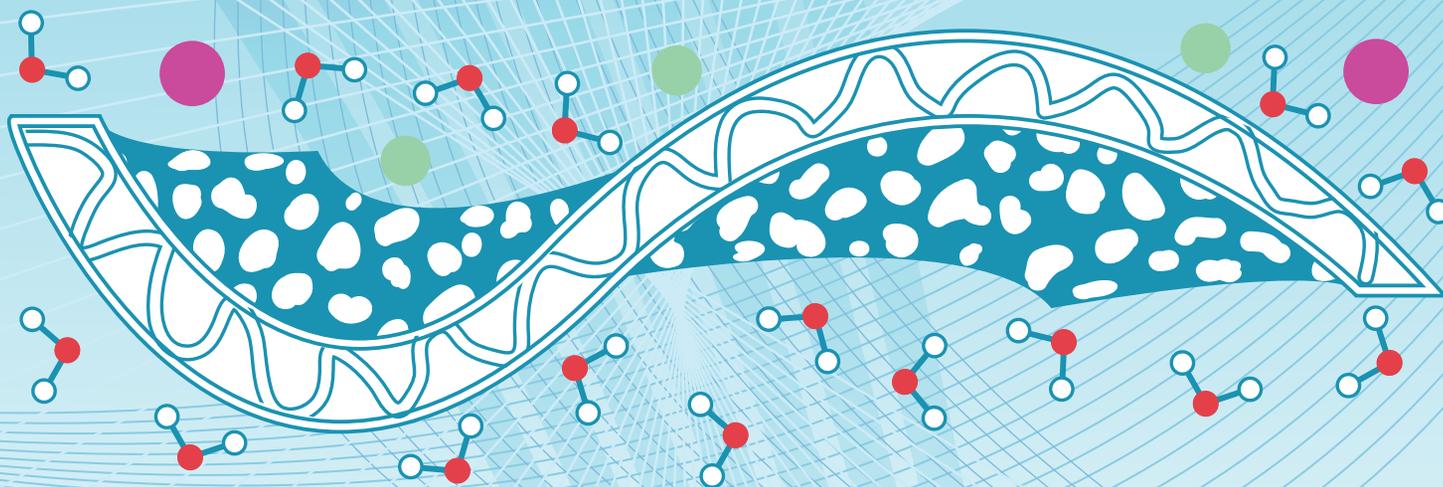
Dr. Eduardo Bárzana García  
Secretario General

Dr. Carlos Arámburo de la Hoz  
Coordinador de la Investigación Científica

Dra. Ana María Martínez Vázquez  
Directora de Instituto de Investigaciones en Materiales

Editores Responsables  
Dr. Alfredo Maciel Cerda  
M. en C. Daniela Wallander Romero

Diseño  
Alan Dierick Ortega Gutiérrez





**Comité Local:**

*Jorge Froylan Palomeque Santiago,  
Benjamín Portales Martínez,  
Alma Delia Miranda Olvera*

**Comité Nacional:**

*Alfredo Maciel Cerda  
Javier Guzmán Pantoja  
Ernesto López Chávez  
Ana Lila Ocampo Flores  
Joaquín Palacios Alquisira  
Joel Vargas Ortega*

El V Congreso Nacional de Membranas:  
Ciencia, Tecnología y Aplicaciones  
fue auspiciado por las siguientes Instituciones:



UNIVERSIDAD  
NACIONAL  
AUTÓNOMA DE  
MÉXICO



INSTITUTO  
MEXICANO  
DEL  
PETRÓLEO



**CONACYT**  
Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología



## ***PRESENTACIÓN***

El volumen número 2 de nuestra revista “Memorias del Congreso de la Sociedad Mexicana de Ciencia y Tecnología de Membranas” contiene los productos recientes de muchos de los esfuerzos que se llevan a cabo en la República Mexicana para abordar parte de los problemas que de manera global existen en diferentes ámbitos, tanto nacionales como internacionales. Una preocupación mundial es la contaminación del medio ambiente y con ello de los recursos naturales más importantes como lo son el aire, el agua y las tierras de cultivo. Una de las propuestas más limpias para abordar estos problemas es el uso de membranas.

La demanda de agua es uno de los problemas más grandes para todos los países, y para la Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura (Food and Agriculture organization, FAO), que tiene como principal objetivo erradicar el hambre y procurar el suministro de agua para consumo humano y para riego. La contaminación de los mantos acuíferos por la actividad industrial o residuos de las poblaciones dificultan su preservación y uso, y afecta también a la salud. En la actividad industrial, el uso de membranas es frecuente. En ocasiones las membranas se aplican para lograr los productos con la calidad requerida y en otras para limpiar los fluidos que son usados en los procesos industriales, de los cuales el agua es el más común. En estos procesos, el agua puede sufrir contaminación por compuestos orgánicos e inorgánicos que llevan a la necesidad de aplicar sistemas de purificación, los cuales tienen como principal componente las membranas. Al respecto, los participantes del 5º Congreso Nacional de los Sociedad Mexicana de Ciencia y Tecnología de Membranas presentaron trabajos para limpieza de aguas municipales y de industrias como la alimenticia y la petrolera y uno específico sobre el re-uso de estas aguas en la misma industria. Otro aspecto importante, entre otros mostrados, es en los procesos de desalinación de agua de mar por ósmosis inversa para consumo urbano.

La contaminación del aire por gases producto de la combustión como el CO<sub>2</sub>, NO<sub>x</sub> y los gases derivados de la actividad humana, como los clorofluorocarbonos, los compuestos de azufre y el ozono requieren de inversiones considerables para ser eliminados del medio ambiente o evitar su dispersión y difusión, para lo cual las membranas son el medio para el tratamiento de los recursos naturales contaminados. Las membranas líquidas soportadas con diferentes sustratos fueron usadas para separar CO<sub>2</sub> del medio ambiente y mezclas de CO<sub>2</sub> con N<sub>2</sub> en procesos postcombustión. En el área de gases, se estudió el diseño técnico y económico sobre el endulzamiento del gas natural mediante membranas.

Otro importante tema que se puede encontrar en este nuestro segundo volumen son membranas de diferentes polímeros comerciales y otros modificados, así como la síntesis de nuevos polímeros. En esta área fueron presentados trabajos sobre poliimididas,

poliamidas, polisulfonas, poli(eter amidas), polinorborno, polietileno, poli(ácido láctico) y polialcohol vinílico entrecruzado, entre otros. Entre los trabajos teóricos se encuentra la obtención de parámetros de filtración, como el parámetro de tortuosidad. En algunos otros trabajos usaron polímeros naturales o modificados, como la fibroina del gusano de seda, la queratina, el quitosano y los alginatos. Por su parte, de entre los materiales cerámicos, se estudiaron las membranas de grafeno y las zeolitas, mientras que entre las biológicas se presentó un trabajo sobre membranas de cutícula de diferentes aves.

En el área médico-biológica, el uso de membranas es cada vez más común. Actualmente las membranas se usan para liberación de fármacos y para el crecimiento de células para la regeneración de tejidos vivos, en los cuales se ha sufrido la pérdida de tejido por enfermedad, por traumatismo o por quemaduras. En este sector se presentaron membranas antibacteriales de quitosano, membranas para crecimiento celular de ácido hialurónico, poliácido láctico con quitosano y colágeno. Con ácido láctico se presentaron membranas para liberación de vancomicina y de vitamina B1 mientras que con quitosano se diseñaron membranas para el tratamiento de la menopausia.

Los trabajos de los invitados a la conferencias plenarias dan un panorama general de las membranas: el Dr. Joel Fried contribuyó con estudios sobre simulación computacional de alto rendimiento de transporte de iones a través de nanocanales en membrana bicapa ensambladas para aplicaciones médicas y de ingeniería, mientras que el Dr. Scott Bunch contribuyó con el tema sobre membranas de grafeno, ya que por sus impresionantes propiedades mecánicas y su gran propiedad como barrera a gases y líquidos le permiten ser una importante opción para fabricar membranas de tamaño de poros en la escala de angstroms. El M. en C. Felipe Pastrana nos ofreció un resumen de las membranas cerámicas fabricadas por Pall Corporation, las cuales tienen una alta resistencia a altas temperaturas y presiones o a solventes agresivos que les permiten una larga duración. Las aplicaciones potenciales son en la separación de gases de combustión, en el área farmacéutica y en la de alimentos y bebidas.

Deseamos que esta compilación de trabajos les sea de mucha utilidad para conocer parte de los desarrollos nacionales en el área de membranas y que en los próximos números contemos de nuevo o por vez primera con su colaboración.

*Los editores.*

## ÍNDICE DE TRABAJOS

**RP:** Resúmenes plenarias, **EP:** Extenso plenaria, **RO:** Resúmenes orales, **RC:** Resúmenes cartel, **EO:** Extensos orales, **EC:** Extensos cartel

<i>Título / Autor</i>	<i>Página</i>
<b>Ion Transport through Biomimetic Nanochannel Membranes.</b> <i>Joel Fried</i>	<i>RP1</i>
<b>Graphene membranes.</b> <i>Scott Bunch</i>	<i>RP2</i>
<b>Crossflow Ceramic Technology.</b> <i>Felipe Pastrana</i>	<i>RP3</i>
<b>Efecto de las propiedades de transporte de membranas en el diseño de un planta y en la economía del proceso de endulzamiento de gas natural.</b> <i>Palomeque Santiago Jorge F., Guzmán Lucero Diego Javier, Guzmán Pantoja Javier.</i>	<i>RO1</i>
<b>Estudio preliminar sobre la permeación de CO<sub>2</sub> en membranas líquidas soportadas usando líquidos iónicos.</b> <i>Fernández Jiménez Adrián, Méndez Robles Laura, Martínez Palou Rafael, Guzmán Pantoja Javier.</i>	<i>RO2</i>
<b>Procedimiento de limpieza y operación para obtener un permeado con características propicias para su reúso a partir de agua residual municipal.</b> <i>González Tenorio Diana, Chávez Mejía Alma, Torner Morales Francisco, Jiménez Cisneros Blanca.</i>	<i>RO3</i>
<b>Recuperación de agua para reúso a partir de un efluente industrial del sector alimenticio.</b> <i>Hernández Gómez K., Muro Urista C. R., Díaz Nava M. C., Ortega Aguilar R. E..</i>	<i>RO4</i>
<b>Análisis de la ultrafiltración asistida para el tratamiento de un efluente industrial.</b> <i>Zaragoza López P. S., Muro Urista C. R., Díaz Nava M. C., Ortega Aguilar R. E..</i>	<i>RO5</i>
<b>Análisis sobre bioensuciamiento, aplicables al proceso de desalación por ósmosis inversa.</b> <i>Romero López Griselda Evelia, Álvarez Sánchez Jesús, de los Santos Villalobos Sergio, Fimbres Weihs Gustavo Adolfo, Devora Isiordia Germán Eduardo.</i>	<i>RO6</i>
<b>Sulfonación de polisulfonas comerciales udel y radel para elaborar membranas compuestas por ósmosis inversa.</b> <i>Yam Cervantes Marcial Alfredo, Loría Bastarrachea María Isabel, Santiago García José Luis, Aguilar Vega Manuel de Jesús.</i>	<i>RO7</i>
<b>Sinergias entre flujo pulsátil y filamentos de mallas espaciadoras en módulos de ósmosis inversa.</b> <i>Fimbres Weihs Gustavo Adolfo, Alavarez Sánchez Jesús.</i>	<i>RO8</i>
<b>Permeación de gases puros en membranas obtenidas de la mezcla de un</b>	<i>RO9</i>

- nueva poliimida (PI BTD-MIMA)/ polibenzimidazol (PBI).**  
*Pérez Francisco José Manuel, Aguilar Vega Manuel de Jesús, Loria Bastarrachea María Isabel, Santiago García José Luis.*
- Diseño, construcción y caracterización de un destilador por membrana.** RO10  
*Castillo Berrones Samantha Arlette, Lambert Juliette Alexandra, Alatorre Ordaz Alejandro.*
- Separación de CO<sub>2</sub>/N<sub>2</sub> en procesos de poscombustión mediante membranas de líquidos iónicos soportados en alúmina.** RO11  
*Sánchez Fuentes Erika, Likhanova Natalya, Torres Miguel, Gómora Herrera Diana, Navarrete Bolaños Juan, Guzmán Lucero Diego.*
- Membranas entrecruzadas de PVA-PAAc con grupos sulfónicos: efecto del entrecruzamiento sobre el grado de hinchamiento y la capacidad de intercambio iónico.** RO12  
*Aca Aca M. G., Loria Bastarrachea M. I., Aguilar Vega M. J..*
- Fabricación y caracterización de membranas ultrafiltración a base de PS-SPEES/PES, vía inversión de fases.** RO13  
*Corrales López Krisnar A., Shui Wai Lin Ho, Pérez Sicairos Sergio, Félix Navarro Rosa M..*
- Fabricación y caracterización de membranas microporosas de polietilenimina y polisulfona.** RO14  
*Martínez Anaya Ana Victoria, Shui Wai Lin Ho, Pérez Sicairos Sergio, Álvarez Sánchez Jesús.*
- Redistribución del volumen libre de una membrana polimérica por eliminación de grupos laterales via reacción química en el estado sólido.** RO15  
*Sánchez García Suzanne, Ruíz Treviño Francisco Alberto, Zolotukhin Mikhail G..*
- Obtención del parámetro de tortuosidad en función de la cristalinidad en membrana de polietileno.** RO16  
*Del Castillo L. F., Hernández S. I., López González M. Mar, Compañ V.*
- El desarrollo del grafeno.** RO17  
*Sierra Solache Rosario Esmeralda, Muro Urista Claudia Rosario, Illescas Martínez Francisco Javier.*
- Síntesis y caracterización de membranas con capacidad de intercambio iónico para la remoción de cromo desde disolución acuosa.** RO18  
*Yesid. Tapiero, Bernabé.L. Rivas, Julio. Sánchez*
- Efecto de los grupos fluorocarbonados en la selectividad de membranas a base d poliimididas.** RO19  
*López Badillo Maribel, Pérez Zempoaltecatl Ángel, Galicia Aguilar José Alberto, Santamaría Juárez Juana Deisy.*
- Síntesis y caracterización de MTMC formadas a base de 6FDA-6FPA.** RO20  
*Santamaría Juárez Juana Deisy, Galicia Aguilar José Alberto, López Badillo Maribel.*
- Preparación de membranas poliméricas a partir de reacciones de acoplamiento entre diaminas y aldehídos.** RO21  
*Alcocer Márquez Luis Fernando, Palacios Alquisira Joaquín.*
- Preparación y caracterización de membranas de poli (alcohol vinílico) reticuladas con ácidos dicarboxílicos aromáticos.** RO22  
*Reyes García Liliana, Palacios Alquisira Joaquín.*
- Disolución de celulosa obtenida a partir de residuos agroindustriales para la preparación de membrana polimérica biodegradable por el** RO23

**método de electrohilado.**

*Cárdenas González María Teresa, Cadenas Madrigal Genaro, Ross Alcudia Rubí E., Maciel Cerda Alfredo, Bolio López Gloria Ivette.*

**Síntesis de membranas porosas con propiedades antibacteriales base quitosano-vainillina.** RO24

*Hernández Zamudio Hermes, Arellano Badillo Victor Manuel., Coronel Hernández José de Jesús, Santos Cruz José.*

**Reparación por electrohilado y caracterización de membranas con aplicación potencial en ingeniería de tejidos.** RO25

*Castillo Ortega María Mónica, Leyva Verduzco Abraham Alejandro.*

**Andamios de gelatina- ácido hialurónico entrecruzados con distintas concentraciones de EDC (1-(1-etil-(3-3-dimetilaminopropil) clorhidrato de carbodiimida)) para cultivo celular.** RO26

*Jarquín Yáñez Katia, Arenas Alatorre Jesús, Miranda Calderón Jorge E., Herrera Enríquez Miguel A., Hernández Téllez Bestríz, Piñón Zárate Gabriela, Castell Rodríguez Andres E..*

**Biocompatibilidad de un andamio con base de quitosano y poli (ácido láctico) para el desarrollo de un sustituto biológico dérmico.** RO27

*Vázquez Nadia, Espadín Andrés, Martínez Alan, Shirai Keiko, Tamay Lenin, Solís Lilia, Medin Antonio, Velasquillo Cristina.*

**Andamio electrohilado de poli (ácido láctico-glicólico), quitosano y colágeno para regeneración de piel.** RO28

*Trejo Caballero María Eugenia, Maciel Cerda Alfredo, Herrera Nájera Rafael, Vera Graziano Ricardo.*

**Membrana polimérica de injerto sensible al pH para carga y liberación de vancomicina.** RO29

*Lecona Vargas Cora Sofia, Álvarez Lorenzo Carmen, Concheiro Ángel, Bucio Emilio.*

**Biomateriales estímulo sensibles que contiene N- vinilcaprolactama y N- vinilimidazol sobre membranas de PP.** RO30

*Zavala Lagunes Edgar, Bucio Emilio.*

**Ósmosis inversa, una alternativa para el abastecimiento de agua destilada en laboratorios.** RC1

*Pineda Santos Alicia, López Maya Eduardo.*

**Estudio de la adsorción de fenol en biofibras y raquis de queratina modificada y encapsulada en una matriz de alginato de sodio.** RC2

*Cortes Barranca Concepción, Saucedo Rivalcoba Verónica, Vargas García José Armando.*

**Estudio de un soporte útil para la liberación controlada de vitamina B1, in vitro.** RC4

*Sánchez Cepeda Ángela Patricia, Vera Graziano Ricardo, Muñoz Prieto Efrén de Jesús.*

**Caracterización y tratamiento con foto oxidación del rechazo de un sistema de nanofiltración por membranas.** RC5

*Chávez Velasco Abraham, Chávez Mejía Alma C., Cisneros Jiménez Blanca.*

**Sulfated TiO<sub>2</sub>-ZrO<sub>2</sub> membrane as synthetized by sol-gel method: application in the olefin oligomerization.** RC6

*Torres M., López Pérez L., Gutiérrez Arzaluz M., Mugica V..*

**Remoción de iones metálicos en membranas modificadas a diferentes** RC7

**concentraciones.**

*Devi Reyes Valdez, García Fábila María Magdalena, Núñez Pineda Alejandra, Cortés Guzmán Fernando, Gómez Espinosa Rosa María.*

**Evaluación de una membrana aniónica en la remoción de iones metálicos.** RC8

*Huitrón Castillo Rafael Humberto, García Fábila María Magdalena, Núñez Pineda Alejandra, Pavón Romero Sergio Humberto, Gómez Espinosa Rosa María.*

**Estudio bibliográfico para el diseño de membranas de quitosano para el tratamiento natural de la menopausia.** RC9

*Benítez Díaz Ana Andrea, López Rodríguez Arturo, Martínez Díaz Lizbeth, Sauce Guevara Mildred Angélica, Torres Núñez Oscar Uriel, Valdez López Francisco Sebastián, Vilchis Torres Georgina, Guzmán Pantoja Javier, Rangel Porras Rosa Angélica.*

**Elaboración de andamios tisulares de Poli-(ácido Láctico) con Bioglass 45S5 obtenido por el método de fundición directa en la técnica de Electrospinning.** RC10

*Barrón Díaz David Josué, Rivera Torres Filiberto, Vera Graziano Ricardo.*

**Diseño de diferentes tipos de membranas de quitosano como alternativa para la fabricación de parches de liberación prolongada en el tratamiento natural de la menopausia.** RC11

*Benítez Díaz Lizbeth, López Rodríguez Arturo, Martínez Díaz Lizbeth, Sauce Guevara Mildred Angélica, Torres Núñez Oscar Uriel, Valdez López Francisco Sebastián, Vilchis Torres Georgina, Guzmán Pantoja Javier, Rangel Porras Rosa Angélica.*

**Membranas de cutícula de huevo de diferentes especies de aves para la regeneración tisular guiada vs una membrana comercial.** RC12

*Vargas Ulloa L., García Garduño M., Oropeza Murillo P., Espinoza Díaz P. A., Maciel Cerda A., Vera Graziano R.*

**Membranas de colágena-EDC como tratamiento potencial para lesiones dérmicas: Pruebas biológicas.** RC13

*Del Prado Audelio M. L., Rodríguez Fuentes N., Piña Barba M. C., Castell Rodríguez A. E..*

**Andamios electrohilados de quitosano y fibroina de gusano de seda Bombyx mori.** RC14

*Cárdenas Yesica Carolina, Vera Graziano Ricardo, Muñoz Prieto Efrén de Jesús, Maciel Cerda Alfredo.*

**Preparación de andamios de PVA utilizando la técnica de electrohilado.** RC15

*Montiel Martínez Ana Gabriela, Vargas Becerril Nancy, Álvarez Pérez marco Antonio.*

**Modificación superficial de membranas de silicona injertadas con un monómero termo-sensible.** RC16

*Valencia Mora Ricardo A., Bucio Emilio.*

**Synthesis of a new crosslinked polynorbornene dicarboximide bearing trifluoromethyl moieties.** RC17

*Aranda Suárez Ivette, Santiago Arlette A. Vásquez García Salomón, Cruz Morales Jorge A., Tlenkopachev Mikhail A., Vargas Joel.*

**Desarrollo de membranas catalíticas para la oxidación de fenol.** RC18

*Esquivel J. A., Gutiérrez Arzaluz M., Mugica Alvarez V., Torres Rodríguez*

M..

**Síntesis de fibras de PLA por la técnica de hilado por propulsión a gas.** RC19

*Chanes Cuevas O. A., Hernández Tapia L. G., Albanes Ojeda E. A., Vargas Becerril N., García Hipólito M., Álvarez Fregoso O., Álvarez Pérez M. A..*

**Preparación, caracterización y propiedades de permeación de membranas híbridas de polisulfona-zeolita clinoptiolina.** RC20

*Castruita de León Griselda, Meléndez Ortiz H. Iván, García Rodríguez Sandra P., Fuentes López Nidia C., Montes Luna Ángel de J., Puente Urbina Bertha A..*

**Preparación y caracterización de membranas híbridas a base de poli(éter-b-amida).** RC21

*Meléndez Ortíz H. Iván, Castruita de León Griselda, Mercado Silva J. Alfonso, Perera Mercado Yibrán, García Sandra, Puente Bertha, García Cerda L. Alfonso.*

**Síntesis por electrospinning, caracterización y evaluación de membranas poliméricas a base de polisulfona y óxido de grafeno para la purificación de agua.** RC22

*Aguilar Costumbre Yareni, Lambert Juliette Alexandra, Escobar Barrios Vladimir, Meléndez Lira Miguel Ángel.*

**Fabricación de membranas cerámicas porosas utilizando alginato como aglutinante.** RC23

*Arellano Badillo Víctor Manuel, Coronel Hernández José de Jesús, Santos Cruz José.*

**Modelamiento y simulación tridimensional de módulos de membrana en espiral con espaciadores multicapa.** RC24

*González Rodríguez Luis Mario, Tiscareño Lechuga Fernando.*

**Modificación de Na-mordenita para la preparación de membranas poliméricas.** RC25

*Sainz Vidal Ariane, Cruz Morales Jorge A., Rodríguez Hernández Joelis, Maciel Cerda Alfredo, Tlenkopachev Mikhail.*

## ÍNDICE POR AUTOR

**RP:** Resúmenes plenarias, **EP:** Extenso plenaria, **RO:** Resúmenes orales, **RC:** Resúmenes cartel, **EO:** Extensos orales, **EC:** Extensos cartel

<i>Autor</i>	<i>Clave</i>
Aca Aca María Gloria	RO12, EO12
Aguilar Costumbre Yareni	RC22, EC22
Aguilar Vega Manuel de Jesús	RO7, EO7, RO9, RO12, EO12
Alatorre Ordaz Alejandro	RO10, EO10
Albanes Ojeda E.A	RC19, EC19
Alcocer Márquez Luis F	RO21, EO21
Álvarez Fregoso O.	RC19, EC19
Álvarez Lorenzo Carmen	RO29
Álvarez Pérez Marco Antonio	RC19, EC19, RC15
Álvarez Sánchez Jesús	RO6, EO6, RO14, EO14,
Aranda Suárez Ivette	RC17
Arellano Badillo Víctor Manuel	RO24, RC24
Arenas Alatorre Jesús	RO26, EO26
Barrón Díaz David Josué	RC10, EC10
Benítez Díaz Ana Andrea	RC9
Benítez Díaz Lizbeth	RC11, EC11
Bolio López Gloria Ivette	RO23
Bucio Emilio	RC16, RO29, RO30
Cadenas Gonzáles María T.	RO23
Cadenas Madrigal Genaro	RO23
Cárdenas Yesica Carolina	RC14
Castell Rodríguez Andrés E.	RC13, RO26, EO26
Castillo Berrones Samantha A.	RO10, EO10
Castillo Ortega María Mónica	RO25
Castruita de León Griselda	RC20, EC20, RC21, EC21
Chanes Cuevas O. A.	RC19, EC19
Chávez Mejía Alma C.	RC5, RO3
Chávez Velasco Abraham	RC5
Compañ V.	RO16
Concheiro Ángel	RO29
Coronel Hernández José de Jesús	RC24, RO24
Corrales López Krisnar A.	RO13
Cortes Barranca Concepción	RC2
Cortés Guzmán Fernando	RC7
Cruz Morales Jorge A.	RC17, RC25
De los Santos Villalobos Sergio	RO6, EO6
Del Castillo Dávila Luis F.	RO16
Del Prado Audelo M.L.	RC13
Devora Isiordia Germán Eduardo	RO6, EO6
Díaz Nava M. C.	RO4, RO5

Escobar Barrios Vladimir	<i>RC22, EC22</i>
Espadín Andrés	<i>RO27, EO27</i>
Espinoza Díaz P.A	<i>RC12, EC12</i>
Esquivel J.A.	<i>RC18</i>
Felipe Pastrana	<i>RP3, EP3</i>
Félix Navarro Rosa M.	<i>RO13</i>
Fernandez Jimenez Adrián	<i>RO2, EO2</i>
Fimbres Weihs Gustavo Adolfo	<i>RO6, EO6, RO8, EO8</i>
Fuentes López Nidia C.	<i>RC20, EC20</i>
Galicia Aguilar José Alberto	<i>RO19, EO19, RO20</i>
García Cerda L. Alfonso	<i>RC21, EC21</i>
García Fábila María Magdalena	<i>RC7, RC8</i>
García Garduño M.	<i>RC12, EC12</i>
García Hipólito M.	<i>RC19, EC19</i>
García Rodríguez Sandra P.	<i>RC20, EC20</i>
García Sandra	<i>RC21, EC21</i>
Gómez Espinosa Rosa María	<i>RC7, RC8</i>
Gómora Herrera Diana	<i>RO11, EO11</i>
González Rodríguez Luis Mario	<i>RC24, EC24</i>
Gonzalez Tenorio Diana	<i>RO3</i>
Gutiérrez Arzaluz M.	<i>RC6, EC6, RC18</i>
Guzmán Lucero Diego Javier	<i>RO1, RO11, EO11</i>
Guzmán Pantoja Javier	<i>RO1, RO2, EO2, RC11, EC11</i>
Hernández Gómez Karina	<i>RO4</i>
Hernández S.I.	<i>RO16</i>
Hernández Tapia L.G.	<i>RC19, EC19</i>
Hernández Téllez Beatriz	<i>RO26, EO26</i>
Hernández Zamudio Hermes	<i>RO24</i>
Herrera Enríquez Miguel A.	<i>RO26, EO26</i>
Herrera Nájera Rafael	<i>RO28</i>
Huitrón Humberto Rafael	<i>RC8</i>
Illescas Martínez Francisco Javier	<i>RO17</i>
Jarquín Yañez Katia	<i>RO26, EO26</i>
Jesús Álvarez Sánchez	<i>RO8, EO8</i>
Jiménez Cisneros Blanca	<i>RO3, RC5</i>
Joaquín Palacios Alquisira	<i>RO21, EO21</i>
Joel Fried	<i>RP1, EP1</i>
L. Rivas Bernabé	<i>RO18</i>
Lambert Juliette Alexandra	<i>RO10, EO10, RC22, EC22</i>
Lecona Vargas Cora S.	<i>RO29</i>
Leyva Verduco Abraham A.	<i>RO25</i>
Likhanova Natalya	<i>RO11, EO11</i>
Lin Ho Shui Wai	<i>RO13, RO14, EO14</i>
López Badillo Maribel	<i>RO19, EO19, RO20</i>
López Gonzalez M. Mar	<i>RO16</i>
López Maya Eduardo	<i>RC1, EC1</i>
López Pérez L.	<i>RC6, EC6</i>
López Rodríguez Arturo	<i>RC9, RC11, EC11</i>
Loria Bastarrachea María Isabel	<i>RO7, EO7, RO9, RO12, EO12,</i>

Maciel Cerda Alfredo	<i>RC12, EC12, RC14, RC25, RO23, RO28</i>
Martínez Alan	<i>RO27, EO27</i>
Martínez Ayala Ana V.	<i>RO14, EO14</i>
Martínez Díaz Lizbeth	<i>RC9, RC11, EC11</i>
Medina Antonio	<i>RO27, EO27</i>
Meléndez Lira Miguel Ángel	<i>RC22, EC22</i>
Meléndez Ortiz H. Iván	<i>RC21, EC21, RC20, EC20</i>
Méndez Robles Laura	<i>RO2, EO2</i>
Mercado Silva J. Alfonso	<i>RC21, EC11</i>
Miranda Calderón Jorge E.	<i>RO26, EO26</i>
Montes Luna Ángel de J.	<i>RC20, EC20</i>
Montiel Martínez Ana Gabriela	<i>RC15</i>
Mugica Alvarez V.	<i>RC6, EC6, RC18</i>
Muñoz Prieto Efrén de Jesús	<i>RC4, RC14</i>
Muro Urista Claudia Rosario	<i>RO4, RO , RO17</i>
Navarrete Bolaños Juan	<i>RO11, EO11</i>
Núñez Pineda Alejandra	<i>RC7, RC8</i>
Oropeza Murillo P.	<i>RC12, EC12</i>
Ortega Aguilar R. E.	<i>RO4, RO5</i>
Joaquín Palacios Alquisira	<i>RO21,EO21 RO22</i>
Palomeque Santiago Jorge F.	<i>RO1</i>
Palou Martínez Rafael	<i>RO2, EO2</i>
Pastrana Felipe	<i>RP2, EP2</i>
Pavón Romero Sergio Humberto	<i>RC8</i>
Perera Mercado Yibrán	<i>RC21, EC21</i>
Pérez Francisco José M.	<i>RO9</i>
Pérez Sicairos Sergio	<i>RO13, RO14, EO14</i>
Pérez Zempoaltecatl Ángel	<i>RO19, EO19</i>
Piña Barba M.C.	<i>RC13</i>
Pineda Santos Alicia	<i>RC1, EC1</i>
Piñón Zárate Gabriela	<i>RO26, EO26</i>
Puente Bertha	<i>RC22, EC21</i>
Puente Urbina Bertha A.	<i>RC20, EC20</i>
Rangel Porras Rosa Angélica	<i>RC9, RC11, EC11</i>
Réyes García Liliana	<i>RO22, EO22</i>
Reyes Valdez Devi	<i>RC7</i>
Rivera Torres Filiberto	<i>RC10, EC10</i>
Rodríguez Fuentes Nayeli	<i>RC13</i>
Rodríguez Hernández Joelis	<i>RC25</i>
Romero López Griselda E.	<i>RO6, EO6</i>
Ross Alcudía Rubí E.	<i>RO23</i>
Ruiz Treviño Francisco Alberto	<i>RO15</i>
Sainz Vidal Arianee	<i>RC25</i>
Sánchez García Suzanne	<i>RO15</i>
Sánchez Cepeda Ángela Patricia	<i>RC4</i>
Sanchez Fuentes Cynthia E.	<i>RO11, EO11</i>
Sánchez Julio	<i>RO18</i>
Santamaría Juárez Juana Deisy	<i>RO19, EO19, RO20</i>
Santiago Arlette A.	<i>RC17</i>



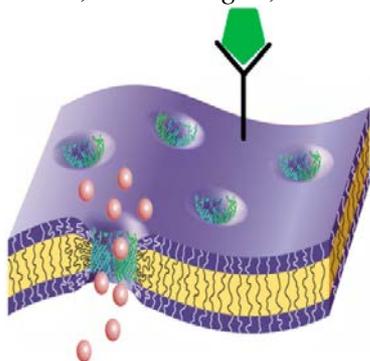
Santiago García José Luis	<i>RO7, EO7, RO9</i>
Santos Cruz José	<i>RC24, RO24</i>
Sauce Guevara Mildred Angélica	<i>RC9, RC11, EC11</i>
Saucedo Rivalcoba Verónica	<i>RC2</i>
Scott Bunch	<i>RP2, EP2</i>
Shirai Keiko	<i>RO27, EO27</i>
Sierra Solache Rosario Esmeralda	<i>RO17</i>
Solís Lilia	<i>RO27, EO27</i>
Tamay Lenin	<i>RO27, EO27</i>
Tapiero Martínez Yesid A.	<i>RO18</i>
Tiscareño Lechuga Fernando	<i>RC24, EC24</i>
Tlenkopachev Mikhail	<i>RC17, RC25</i>
Torner Morales Francisco	<i>RO3</i>
Torres Miguel	<i>RC6, EC6, RO11, EO11</i>
Torres Núñez Oscar Uriel	<i>RC9, RC11, EC11</i>
Torres Rodríguez M.	<i>RC18</i>
Trejo Caballero María E.	<i>RO28</i>
Valdez López Francisco Sebastián	<i>RC9, RC11, EC11</i>
Valencia Mora Ricardo A.	<i>RC16</i>
Vargas Joel	<i>RC17</i>
Vargas Becerril Nancy	<i>RC15, RC19, EC19</i>
Vargas García José Armando	<i>RC2</i>
Vargas Ulloa L.	<i>RC12, EC12</i>
Vásquez García Salomón	<i>RC17</i>
Vázquez Torres Nadia A.	<i>RO27, EO27</i>
Velasquillo Cristina	<i>RO27, EO27</i>
Vera Graziano Ricardo	<i>RC4, RC12, EC12, RC14, RO28, RC10, EC10</i>
Vilchis Torres Georgina	<i>RC9, RC11, EC11</i>
Yam Cervantes Marcial A.	<i>RO7, EO7</i>
Zaragoza Pedro Samuel	<i>RO5</i>
Zavala Lagunes Edgar	<i>RO30</i>
Zolotukhin Mikhail G.	<i>RO15</i>

## ION TRANSPORT THROUGH BIOMIMETIC NANOCHANNEL MEMBRANES

Joel R. Fried

Professor and Chair  
 Department of Chemical Engineering  
 University of Louisville

*It has been shown experimentally that ions such as the chloride anion and the sodium cation can be selectively moved across lipid bilayers using synthetic nanochannels synthesized from functionalized pentapeptides (i.e., synthetic anion channels or SATs) or from derivatized crown ether structures (i.e., hydraphiles), respectively. These synthetic nanochannels have been studied both in vitro and in vivo. Potential applications include the treatment of cystic fibrosis (SATs), enhancing the efficacy of traditional antibiotics in the treatment of bacterial infection (hydraphiles), and use in the development of antibacterial polymers (hydraphiles). Over the past few years, we have studied ion transport in these assembled nano-channels across lipid bilayers using high-performance computer simulations.<sup>1</sup> Results of these studies are presented and the potential of utilizing robust biomimetic membranes assembled from triblock copolymers in place of more labile lipid bilayers are discussed. In particular, amphiphilic ABA triblocks formed from hydrophilic poly(2-alkyl-2-oxazolines) as the end (A) blocks and polydimethylsiloxane (B) as the central hydrophobic (B) block have been shown by Meier, Montemagno, and others to reconstitute a large number of biological channels*



*including gramicidin and aquaporin. A biomimetic membranes with functioning biological nanochannels is illustrated on the left<sup>2</sup>. Applications here include sensors, nanoreactors, gene therapy, water treatment, and medicine. Our log-term goal is the development of robust, totally biomimetic membranes employing synthetic nanochannels and polymeric bilayer membranes with high potential in engineering and medical applications through both simulation and experiment.*

<sup>1</sup> J. B. Burkhardt, A. A. Skelton, and J. R. Fried, *Soft Matter* **9**(17), 4444–4454 (2013). (DOI: 10.1039/c3sm00061c).

<sup>2</sup> J. Kowal, X. Zhang, I. A. Dinu, C. G. Palivan, W. Meier, *Macro Letters*, **3**, 59 (2014). México, Distrito Federal. 15, 16 y 17 de Junio del 2015



## GRAPHENE MEMBRANES

J. Scott Bunch,

Assistant Professor

Department of Mechanical Engineering, Division of Materials Science and Engineering, and

Department of Physics

Boston University

Boston, MA 02215

\*[e-mail: bunch@bu.edu](mailto:bunch@bu.edu)

*Graphene, a single layer of graphite, represents the first two dimensional atomic crystal. It consists of carbon atoms covalently bonded in a hexagonal chicken wire lattice. This unique atomic structure gives it remarkable electrical, mechanical, and thermal properties. However, it is the mechanical properties of this material that fascinate our group the most. It is the thinnest and strongest material in the world as well as being impermeable to all standard gases. This high strength, extreme flexibility, and unprecedented barrier properties make graphene an intriguing starting material for membrane separations. Graphene acts as a barrier for gases and liquids and represent the thinnest membrane possible (one layer of atoms) with the smallest pore sizes attainable (single atomic vacancies), and unprecedented mechanical stability. In this talk, I will provide a general overview of the current state of the art in the science of graphene membrane based separation. Particular attention will be paid to our experimental work on gas and liquid ion transport through angstrom sized pores in suspended graphene membranes. These measurements help elucidate the fundamental molecular and ionic transport mechanisms in this unique material.*

## CROSSFLOW CERAMIC TECHNOLOGY

Felipe Pastrana

*Pall's Membralox ceramic membrane elements are ideal for applications that involve extreme processes, such as high solids bulk processes, the use of high temperatures or pressures, or aggressive solvents, and where significant long-term durability is required.*

*Available ratings start at very low molecular weight ultrafiltration used for duties such as unwanted protein removal from antibiotic solutions, through to open (up to 5  $\mu\text{m}$ ) microfiltration membranes that can be used to process difficult materials such as microspheres, or clarify solvent-based plant extracts in transgenic processes.*

*Membralox membrane elements are available in 3 different channel diameters to allow optimization for solids loading. Some configurations are available with unique longitudinal permeability gradients, that facilitates the control of permeate rate along the length of the module.*

*Membrane elements are available in sizes ranging from small laboratory devices through individual modules of about 25 square meters surface area, ensuring the ability to evaluate and scale up processes to any size.*

*Membralox ceramic membranes comprise a highly controlled surface membrane layer that is formed on the inner (feed-side) surface of a more open support layer. Two different types of materials are available, ultrapure alpha-alumina, and zirconia. All of these materials are FDA-listed for suitability in pharmaceutical and sanitary processes.*

*Ceramic membranes exhibit near zero non-specific adsorption of biological materials. Membralox ceramic elements featuring an asymmetric membrane structure combine a unique design and manufacturing process resulting in a product ideally suited for applications involving chemicals, including solvents, extremes of pH, high temperatures and pressure processing of and fermentation broths.*

*The compact multi-channel geometry and high permeability are optimized for bulk processing applications. Multiple modules each comprising a number of membrane elements can be easily assembled on manifolds to handle any scale of operation. Membralox IC ceramic elements are high surface area multichannel membranes designed for high capacity crossflow filtration of process fluids and effluents.*

*Membralox membranes are the key components of crossflow systems used in numerous food and beverage applications.*

*Membralox IC ceramic elements are asymmetric multi-channel membranes composed of a porous alumina support and filtering layers. Their innovative and highly compact design in unique 4 and 5.5 mm channel geometries provide superior filtration area per multichannel element - up to 570  $\text{m}^2/\text{m}^3$ .*



*The increased capacity of the Membralox IC filtration modules, up to 45% more than standard module configurations, enables optimized system loop design, which results in more compact systems, with smaller footprint and reduced hardware costs. The smaller hold-up volume of the system loops also results in a significant reduction of the related water and chemical cleaning costs.*

*Pall Membralox IC membranes, 100% ceramic and 100% bubble point tested, feature the same exceptional performance, mechanical and chemical resistance and service life as the well-recognized Membralox product range.*

*HCS and SD modules are available in a smart 3-A sanitary design, which meets the requirements of 3-A Sanitary Standards #10-04, and HCB industrial compact design enable flexible loop design, optimum cleanability and long reliable operating life.*



## **EFFECTO DE LAS PROPIEDADES DE TRANSPORTE DE MEMBRANAS EN EL DISEÑO DE UNA PLANTA Y EN LA ECONOMÍA DEL PROCESO DE ENDULZAMIENTO DE GAS NAUTURAL**

Jorge F. Palomeque Santiago, Diego Javier Guzmán Lucero, Javier Guzmán Pantoja

Instituto Mexicano del Petróleo

[jpalomeq@imp.mx](mailto:jpalomeq@imp.mx)

*El desarrollo de nuevas membranas para separaciones gaseosas está enfocado a mejorar las propiedades de transporte de los gases que se traduzcan en la obtención de productos con mayor pureza del componente deseado, que manejen elevados flujos para poder tratar mayor cantidad de gases y que los materiales resistan las condiciones de operación. Es así que el desarrollo de polímeros ha sido muy extenso, siendo que solo pocos materiales han sido llevados a nivel comercial. En este estudio se hace una comparación de dos membranas disponibles comercialmente para el endulzamiento de gas natural y se hace una comparación con una membrana desarrollada en el Instituto Mexicano del Petróleo. Se analiza el tamaño de las plantas, sus costos de inversión y de operación, así como los costos de procesamiento de gas.*



## ESTUDIO PRELIMINAR SOBRE LA PERMEACIÓN DE CO<sub>2</sub> EN MEMBRANAS LÍQUIDAS SOPORTADAS USANDO LÍQUIDOS IÓNICOS

Fernández Jiménez Adrián<sup>1</sup>, Méndez Robles Laura<sup>1</sup>, Martínez Palou Rafael<sup>2</sup>, Guzmán Pantoja Javier<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Unidad Académica de Ciencias Químicas, Universidad Autónoma de Zacatecas

<sup>2</sup> Instituto Mexicano del Petróleo

[jguzmanp@imp.mx](mailto:jguzmanp@imp.mx)

*En este trabajo se presentan los resultados obtenidos al someter corrientes de gases a un sistema de membranas soportadas con líquidos iónicos. Se usó 1-butil-3-metilimidazolio y 1-etil-3-metilimidazolio con CO<sub>2</sub> y N<sub>2</sub>, con el fin de encontrar cuál de estos líquidos iónicos separa mejor el dióxido de carbono así como la influencia de la presión.*

## PROCEDIMIENTO DE LIMPIEZA Y OPERACIÓN PARA OBTENER UN PERMEADO CON CARACTERÍSTICAS PROPICIAS PARA SU REÚSO A PARTIR DE AGUA RESIDUAL MUNICIPAL

Diana González-Tenorio\*, Alma Chávez-Mejía, Francisco Torner Morales y Blanca Jiménez Cisneros

Instituto de Ingeniería, Universidad Nacional Autónoma de México

[dgtd30@hotmail.com](mailto:dgtd30@hotmail.com)

*Una opción novedosa para el tratamiento de agua residual, es el uso del biorreactor con membrana (MBR, por sus siglas en inglés). Éste es la combinación de un proceso biológico y un tratamiento físico, es decir, una biodegradación y una micro o ultrafiltración. La tecnología MBR ofrece la opción del tratamiento de agua residual para la obtención de un efluente desinfectado y de alta calidad para su reúso. Entre las aplicaciones de este permeado están: la desalinización de agua, aplicaciones industriales y reutilización de agua potable de forma indirecta. El mayor problema del uso de la membrana es el ensuciamiento. Cuando éste se encuentra en la superficie de la membrana es posible de retirar empleando limpieza física, sin embargo, cuando está en el interior de los poros de la membrana se emplea limpieza química para su eliminación. Cuando ocurre un ensuciamiento o bien cuando ya la limpieza física y la química son insuficientes para recuperar el flujo con las condiciones deseadas no se puede emplear más la membrana. Este trabajo define estrategias de operación a través de la determinación experimental de flux crítico, sostenible y las mejores condiciones de limpieza sin sacrificar un permeado de alta calidad.*

*La experimentación consistió en operar a nivel laboratorio, empleando agua residual para la alimentación del biorreactor e inóculo de un proceso de lodos activados para las pruebas previas de flux, ambos provenientes de una PTAR. El biorreactor aerobio de 3 L se operó en continuo, con un tiempo de retención hidráulico (TRH) de 8 h, a una temperatura constante de 20°C, una concentración promedio de 5.5 mg de O<sub>2</sub>/L, y un pH controlado de 7. La membrana usada fue la Dow Filmtec NF 270, con un área superficial de 137.5 cm<sup>2</sup> y un tamaño de poro de 0.84 nm. La experimentación consistió en evaluar diferentes condiciones hidrodinámicas (presión y flux) y de limpieza (5 formas, variando dirección y agentes de limpieza). En cada variación de limpieza se determinó el flux permeado obtenido, el tiempo de vida de la membrana y el desempeño del tratamiento se evaluaron bajo lo establecido por APHA (2005) los siguientes parámetros: Carbón orgánico Total (COT), Demanda Química de Oxígeno (DQO), nitrógeno amoniacal, iones nitrato, conductividad, pH y turbiedad, en el influente y permeado.*



*Los resultados de flux obtenidos experimentalmente a través del tiempo de operación y considerando los diversos métodos de limpieza muestran que la mejor limpieza es la aireación constante a co-corriente, por debajo de un flux crítico y lo más cercano al valor sustentable. Las condiciones de operación para las membranas fueron: un flux de 56.6 L/m<sup>2</sup> h y una PTM por debajo de 3.2 bar. En general cuando se empleó aireación y agua a co-corriente las características y el tiempo de vida de la membrana disminuye, a diferencia de cuando se emplea solo un elemento a co-corriente (Agua o aire) o ambos a contra-corriente. El permeado obtenido cuenta con características apropiadas para su reúso.*

## RECUPERACIÓN DE AGUA PARA REUSO A PARTIR DE UN EFLUENTE INDUSTRIAL DEL SECTOR ALIMENTICIO

Hernández Gómez K\*, Muro Urista C.R., Díaz Nava M.C., Ortega Aguilar R.E

Instituto Tecnológico de Toluca

[angel\\_19135@hotmail.com](mailto:angel_19135@hotmail.com)

*Ante la problemática medioambiental, viéndose afectadas diferentes industrias alimenticias, se han planteado diferentes alternativas para el cuidado del agua, buscando diferentes procesos de tratamiento de aguas residuales para su recuperación y reuso mediante tecnologías más limpias. Por tanto, los tratamientos de efluentes en plantas convencionales dejaron de ser suficientes para cumplir con el propósito del reuso del agua tratada y actualmente se cuenta con diferentes procesos avanzados que ayudan a mejorar la calidad en los efluentes, como lo son los tratamientos terciarios con membranas, que han demostrado ser efectivos para la remoción de materia orgánica suspendida y disuelta, algunos metales, organismos microbianos presentes en efluentes tratados de este tipo de industrias. Dentro de las industrias alimenticias se encuentran las que producen grenetina, cuyo proceso engloba la obtención del colágeno, que a partir de extractos acuosos es concentrado hasta valores entre 25-35% en peso de gelatina, con una pérdida de agua alrededor del 70-80%, la cual constituye gran parte del efluente que se genera en esta etapa, y el objetivo de la investigación es la recuperación del agua para reuso, incorporándola en actividades del proceso con una calidad de 20 mg/L de calcio y 260  $\mu$ S/cm de conductividad.*

## ANÁLISIS DE ULTRAFILTRACIÓN ASISTIDA PARA EL TRATAMIENTO DE UN EFLUENTE INDUSTRIAL

Zaragoza López P.S. , Muro Urista C.R. , Díaz Nava M.C., Ortega Aguilar R.E

Instituto Tecnológico de Toluca

[xalapa\\_289@hotmail.com](mailto:xalapa_289@hotmail.com)

*Dentro de los contaminantes de origen industrial, y que son prioritarios para su tratamiento debido a su grado de toxicidad, se encuentran las especies fenólicas, dichos compuestos poseen una alta estabilidad en el medio que las contiene, son de pequeño peso molecular y son difíciles de remover porque generalmente se hallan asociadas a otros compuestos. En este trabajo se muestran los resultados del tratamiento de efluentes provenientes de la manufactura de resinas para laminados, los cuales presentan alto contenido de compuestos fenólicos derivados del uso en el tratamiento de la madera, El tratamiento consistió en un sistema de filtración continua con una membrana cerámica tubular de ultrafiltración de 15 kD, el cual fue asistido con un sistema micelar, esto con el propósito de aumentar los porcentajes de remoción del contaminante en el efluente, haciendo de esta manera un análisis en el grado de depuración del efluente, haciendo una caracterización antes y después del tratamiento en los parámetros de fenoles totales, DQO, turbiedad, conductividad de igual manera caracterizando la membrana con los parámetros de operación como lo fueron densidad de flujo de permeado ( $J_p$ ), coeficiente de permeabilidad hidráulica ( $L_p$ ) y resistencia hidráulica ( $R_m$ ).*



## ANÁLISIS SOBRE BIOENSUCIAMIENTO, APLICABLES AL PROCESO DE DESALACIÓN POR ÓSMISIS INVERSA

Griselda Evelia Romero López<sup>a\*</sup>, Jesús Álvarez Sánchez<sup>a</sup>, Sergio de los Santos Villalobosa, Gustavo Adolfo Fimbres Weihsa<sup>b</sup>, Germán Eduardo Devora Isiordia<sup>a</sup>

<sup>a</sup>Doctorado en Ciencias, Dirección de Recursos Naturales, Instituto Tecnológico de Sonora, 5 de febrero 818 Sur Cd. Obregón Sonora 85000, México.

<sup>b</sup>Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT).

[jesus.alvarez@itson.edu.mx](mailto:jesus.alvarez@itson.edu.mx)

*En una instalación de ósmosis inversa, la membrana es la unidad más susceptible a los efectos dañinos del bioensuciamiento, el daño producido puede ser revertido, pero también existe un punto crítico de ensuciamiento, en el cual ya no es posible regenerar la membrana. Las causas de bioensuciamiento no son del todo comprendidas, debido a que son muchas las variables y los elementos que lo conforman (por ejemplo, temperatura, carga biológica, pH, salinidad, etc.). Esta investigación analiza un fenómeno producido directamente por el bioensuciamiento: la formación de una biopelícula<sup>1</sup>.*

*Este trabajo analiza agua marina proveniente del mar de Cortez, específicamente de la región de la bahía de Guaymas, sobre la cual no existen trabajos reportados sobre potencial de bioensuciamiento para procesos de ósmosis inversa. También se utilizó una fuente de agua secundaria, correspondiente a la playa San José. Ambas fuentes de agua están ubicadas en el estado de Sonora. La primera parte del trabajo consistió en una etapa de muestreo, con la finalidad de recolectar suficientes muestras para efectuar los estudios de caracterización. La caracterización del agua se basó en las siguientes pruebas: medición de parámetros de campo (pH, salinidad, temperatura, potencial de reducción de oxígeno), inmersión de membranas selladas, cambio de coloración en membranas, análisis fenotípicos de cepas obtenidas a partir de aislamientos de microorganismos de cultivos diluidos. La salinidad de las costas de Guaymas no presentó una variación significativa, el rango fue de 28,500 a 29,500 ppm. Debido a su alto rango de salinidad, el medio de cultivo marino se considera como un medio selectivo<sup>2</sup>, que no permite el crecimiento de microorganismos presentes en el medio ambiente, esto significa la existencia de una gran cantidad de microorganismos pero con poca variedad. Se contabilizaron 96 colonias de microorganismos fenotípicamente diferentes. Al cultivar y aislar microorganismos extraídos de un ecosistema marino, será posible repetir estudios que determinen cuales de ellos tienen la capacidad de adherirse a las membranas. De manera preliminar, se logró el crecimiento de microorganismos, sobre piezas de membrana en medio de cultivo marino. Finalmente se buscará la experimentación con distintos tipos de membrana, con sus respectivas modificaciones, a fin de estudiar su comportamiento, en relación al número de unidades formadoras de colonias, que sean*



*capaces de evitar, o reducir. En la conferencia se presentará el avance alcanzado a la fecha.*

1. Flemming, Hans-Curt (2012). Microbial Biofouling: Unsolved Problems, Insufficient Approaches, and Possible Solutions. Biofilm, Universidad de Duisburg-Essen. Alemania. 83 – 102 p.
2. Lyudmila, A. Romanenko (2008). Isolation, phylogenetic analysis and screening of marine mollusc-associated bacteria for antimicrobial, hemolytic and Surface activities. Microbiological Research, 163, 633 – 644 p.

## **SULFONACIÓN DE POLISULFONAS COMERCIALES UDEL Y RADEL PARA ELABORAR MEMBRANAS COMPUETAS PARA OSMOSIS INVERSA**

Marcial Alfredo Yam Cervantes\*, María Isabel Loría Bastarrachea, José Luis Santiago García, Manuel de Jesús Aguilar Vega.

Centro de Investigación Científica de Yucatán, A.C.  
Calle 43 No. 130, Col. Chuburná de Hidalgo, C.P. 97200, Mérida, Yucatán, México.

[mayc12@hotmail.com](mailto:mayc12@hotmail.com)

*La introducción de grupos sulfónicos en la cadena principal de las polisulfonas comerciales (Udel y Radel) permite mejorar las propiedades de anti-ensuciamiento y retardar la formación de la capa límite en las membranas. Esto es posible mediante la variación de la concentración del clorosulfonato ácido de trimetilsililo (CSTMS). El grado de sulfonación de las polisulfonas sulfonadas se calculó mediante el método de titulación volumétrica. A través del método de linearizado de punto de nube se obtuvieron los diagramas de fase ternarios. Posteriormente, aplicando el proceso conocido como inversión de fase fue posible preparar membranas asimétricas con diferente grado de sulfonación. Los grupos químicos presentes en la estructura de las membranas fueron determinados por espectroscopia de infrarrojo-transformada de Fourier (FTIR), la morfología se determinó por microscopia electrónica de barrido (SEM). Estas membranas son probadas como membranas potenciales para ultrafiltración y material de soporte para la preparación de membranas compuestas de película delgada para osmosis inversa. Las membranas compuestas serán probadas en la celda de alta presión para evaluar su capacidad de flujo y retención de sales.*

## SINERGIAS ENTRE FLUJO PULSÁTIL Y FILAMENTOS DE MALLAS ESPACIADORAS EN MÓDULOS DE ÓSMOSIS INVERSA

Gustavo Adolfo Fimbres Weihs<sup>a\*</sup> y Jesús Álvarez Sánchez<sup>b</sup>

<sup>a</sup>Departamento de Ciencias del Agua y Medio Ambiente, Dirección de Recursos Naturales, Instituto Tecnológico de Sonora, Cd. Obregón, Sonora, 85130, México.

<sup>b</sup>Cátedras CONACyT, Instituto Tecnológico de Sonora, Cd. Obregón, Sonora, 85130, México

[gustavo.fimbres@itson.edu.mx](mailto:gustavo.fimbres@itson.edu.mx)

*Los módulos de membranas enrolladas en espiral (MEE) son usualmente la mejor opción para ósmosis inversa (OI), nanofiltración y ultrafiltración [1]. Sin embargo, las MEE desarrollan de una capa de alta concentración cerca de la superficie de la membrana, conocida como “polarización de la concentración”, que ocasiona un aumento en la presión osmótica [2], limita el flux de permeado y acelera el ensuciamiento [3]. Estos efectos son parcialmente reducidos por las mallas espaciadoras que separan las membranas, pues promueven la inestabilidad del flujo. Sin embargo, las mallas también aumentan la caída de presión a lo largo del canal, lo cual disminuye la fuerza impulsora y aumenta los requerimientos energéticos de la operación [2]. Estudios numéricos preliminares en canales de OI con mallas<sup>4</sup> indican que es posible inducir el desprendimiento de los vórtices generados por los filamentos, mediante perturbaciones oscilantes en la superficie de la membrana, lo que ocasiona un aumento en la transferencia de masa. El problema es que la inducción de oscilaciones en la superficie de la membrana es sumamente difícil y no se ha comprobado experimentalmente. Otra opción más práctica para inducir perturbaciones y mejorar la transferencia de masa es el flujo pulsátil [5]. Este trabajo investiga, mediante simulaciones en 2D de dinámica de fluidos y transferencia de masa, el uso de flujo pulsátil para OI en módulos de MEE. En especial, se exploran las sinergias que existen entre el flujo pulsátil y las oscilaciones inducidas por las mallas. Los resultados indican que existe una frecuencia óptima a la cual se amplifican las perturbaciones. Pulsaciones a dicha frecuencia (relacionada con la frecuencia natural de oscilación del canal) ocasionan el desprendimiento de vórtices a números de Reynolds menores a 350, en comparación con valores mayores a 500 que serían necesarios sin pulsaciones. Esto se ve reflejado en un aumento en la transferencia de masa y el flux de permeado del orden de 20% a dichas condiciones.*

**REFERENCIAS:** [1] Schwinge, J., P.R. Neal, D.E. Wiley, D.F. Fletcher, y A.G. Fane, Spiral wound modules and spacers Review and analysis. Journal of Membrane



- Science, 2004. 242: p. 129-153.
- [2] Fimbres-Weihs, G.A., D.E. Wiley, y D.F. Fletcher, Unsteady Flows with Mass Transfer in Narrow Zigzag Spacer-Filled Channels: A Numerical Study. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 2006. 45: p. 6594-6603.
- [3] Picioreanu, C., J.S. Vrouwenvelder, y M.C.M. van Loosdrecht, Three-dimensional modeling of biofouling and fluid dynamics in feed spacer channels of membrane devices. *Journal of Membrane Science*, 2009. 345(1-2): p. 340-354.
- [4] Liang, Y.Y., G.A. Fimbres Weihs, y D.E. Wiley, CFD Modelling of Electro-Osmotic Mass Transfer Enhancement in Spacer-Filled Membrane Channels, in *The 10th International Congress on Membranes and Membrane Processes (ICOM 2014)*: Suzhou, China. 2014.
- [5] Rodrigues, C., M. Rodrigues, V. Semiao, y V. Geraldes, Enhancement of mass transfer in spacer-filled channels under laminar regime by pulsatile flow. *Chemical Engineering Science*, 2015. 123: p. 536-541.

## PERMEACIÓN DE GASES PUROS EN MEMBRANAS OBTENIDAS DE LA MEZCLA DE UNA NUEVA POLIIMIDA (PI BTD-MIMA)/POLIBENZIMIDAZOL (PBI)

Pérez-Francisco\*, José Manuel, Aguilar-Vega, Manuel de Jesús, Loría-Bastarrachea,  
Maria Isabel, Santiago-García, José Luis

Centro de Investigación Científica de Yucatán (CICY)

[jmpf20@hotmail.com](mailto:jmpf20@hotmail.com)

*La tecnología de membranas para separación de gases en la industria petroquímica, es un proceso alternativo a procesos tradicionales tales como la destilación criogénica o la adsorción. Dentro de esta tecnología de membranas, las poliimididas (PI) han recibido una considerable atención debido a la alta selectividad que poseen para los pares de gases CO<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub> y O<sub>2</sub>/N<sub>2</sub>, además de la alta resistencia química y estabilidad térmica que poseen. En el presente trabajo se sintetizó y caracterizó una nueva poliimida [PI BTD-MIMA] derivada de la policondensación de un paso entre el dianhídrido biciclo[2.2.2]oct-7eno-2,3,5,6 tetracarboxílico y la diamina 4,4'-metilenbis(2-isopropil-6-metil-anilina) [MIMA]. La poliimida obtenida fue mezclada con polibenzimidazol [PBI] a tres diferentes concentraciones (87.5/12.5, 75/25, 50/50 % p/p). Se prepararon membranas densas mediante el método de evaporación del solvente a partir de estas mezclas y de los polímeros puros, las cuales fueron caracterizadas por análisis térmicos y espectroscópicos como son DSC, TGA, FTIR, DRX. Se determinó la permeabilidad y selectividad ideal a gases puros (He, O<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub> y CO<sub>2</sub>). Los análisis de la microestructura de las membranas confirman una variación en la distancia-d de las macromoléculas con la concentración de PBI en la mezcla. Adicionalmente, se encontró que la alta permeabilidad de la poliimida PI BTD-MIMA se incrementa a bajas concentraciones de PBI, mientras que decrece cuando la concentración de PBI incrementa.*



## DISEÑO, CONSTRUCCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE UN DESTILADOR POR MEMBRANA

Samantha Arlette Castillo Berrones<sup>\*a</sup>, Dra. Juliette Alexandra Lambert<sup>b</sup>, Dr. Alejandro Alatorre Ordaz<sup>a</sup>.

<sup>a</sup> Universidad de Guanajuato, Departamento de Química, Cerro de la Venada s/n, Guanajuato, Gto 36250. <sup>b</sup>CIATEC, A.C., Calle Omega 201, Fracc. Industrial Delta, León, Gto 37545

[jlambert@ciatec.mx](mailto:jlambert@ciatec.mx)

*Este trabajo contempla el diseño, la construcción y la caracterización de un prototipo de destilación por membrana para la desmineralización de agua salobre y producción de agua purificada. El prototipo se basa en un reactor de modo tangencial, que pueda trabajar en flujos paralelos y contra-flujos. Se evalúa su desempeño con membranas comerciales de microfiltración y ultrafiltración de PES en función de las variables como el gradiente de temperatura, la concentración en la alimentación, el flujo trabajado y la concentración en cloruro de sodio en la alimentación.*

## SEPARACIÓN DE CO<sub>2</sub>/N<sub>2</sub> EN PROCESOS DE POSCOMBUSTIÓN MEDIANTE MEMBRANAS DE LÍQUIDOS IÓNICOS SOPORTADOS EN ALÚMINA

Erika Sánchez Fuentes\*, Natalya Likhanova, Miguel Torres, Diana Gómora Herrera,  
Juan Navarrete Bolaños, Diego Guzmán Lucero

Universidad Autónoma Metropolitana Azcapotzalco. Depto. de Ciencias Básicas, Av. San Pablo  
180, Col. Reynosa Tamaulipas, Azcapotzalco, 02200, México, D.F. México. Ingeniería de  
Recuperación Adicional, Instituto Mexicano del Petróleo. Instituto Mexicano del Petróleo, Eje  
Central Lázaro Cárdenas Norte 152, Col. San Bartolo Atepehuacan, 07730 México, D.F.  
México.

[sirerika86@yahoo.com.mx](mailto:sirerika86@yahoo.com.mx)

*Se sintetizaron 4 líquidos iónicos (LI) utilizando 2 métodos de síntesis: mediante calentamiento convencional a 70 °C en presencia de disolventes adecuados y en un reactor Parr en presencia de metanol a 150 °C y 120 psi, con lo cual se obtuvo los halogenuros adecuados para llevar a cabo las reacciones de intercambio iónico y obtener los LI: tetrafluoroborato de 1-(2-Aminoetil)-3-metilimidazolio ([AEMIm]BF<sub>4</sub>), trifluorometansulfonato de 1-(2-Aminoetil)-3-metilimidazolio ([AEMIm]Tf), antranilato de trioctilmetilamonio ([TOMA]An), oleato de trietilmetilamonio ([TEMA]Ol), y fueron caracterizados en su estructura química por RMN, FTIR y su comportamiento térmico por TGA. Mediante estudios de microscopía electrónica de barrido (SEM) y gravimetría se determinó el nivel de impregnación y masa de los LI en soportes tubulares de alúmina, los cuales tienen poros de 10 nm. La membrana líquida soportada (MLS) de 10 cm de largo y 1 cm de diámetro externo por 0.7 de diámetro interno se montó en un cartucho de acero inoxidable. Las pruebas de permeación se llevaron a cabo mediante el método de volumen variable, utilizando los gases puros a temperaturas de 20, 40, 60, 80 y 100 °C y presiones de 1.5, 2.5 y 3.5 bares. Una vez que se alcanzó el régimen estacionario se calculó la permeancia de acuerdo a la norma ASTM D-1434-82. La selectividad se calculó como la relación entre la permeancia del CO<sub>2</sub> y N<sub>2</sub>. Así mismo, se utilizó la mezcla equimolar de los gases, y el factor de separación se calculó a partir de los datos de cromatografía de gases. Se confirmó que en los LI [AEMIm]BF<sub>4</sub>, [AEMIm]Tf y [TOMA]An, los cuales poseen aminas primarias, existen reacciones con el CO<sub>2</sub>, dando lugar a la formación de carbamatos. El líquido iónico [TOMA]An que tiene el grupo amina en la parte aniónica presentó el mejor balance de permselectividad con gases puros, conservando la capacidad de separación hasta 60 °C y 1.5 bares. De igual manera, este LI presentó el mejor desempeño cuando se utilizó la mezcla equimolar de gases. Sin embargo, la capacidad de separación a 20 °C disminuyó desde un factor de 94, cuando se utilizó gases puros, hasta 74 en el caso de utilizar la mezcla gaseosa equimolar.*

## MEMBRANAS ENTRECruzADAS DE PVA-PAAc Y PAAc CON GRUPOS SULFÓNICOS: EFECTO DEL ENTRECruzAMIENTO SOBRE EL GRADO DE HINCHAMIENTO Y LA CAPACIDAD DE INTERCAMBIO IÓNICO

M. G. Aca-Aca, M. I. Loría-Bastarrachea, M. J. Aguilar-Vega

Centro de Investigación Científica de Yucatán, A.C.  
Calle 43 No. 130, Col. Chuburná de Hidalgo, C.P. 97200, Mérida, Yucatán, México.

[acagloria15@gmail.com](mailto:acagloria15@gmail.com)

*En el presente estudio se prepararon membranas de alcohol polivinílico 88% hidrolizado (PVA-88) y 99% hidrolizado (PVA-99) usando ácido sulfosuccínico como agente de entrecruzamiento. De la misma forma se prepararon membranas de ácido poliacrílico (PAAc) usando el 4,4'-diaminobifenil 2,2' ácido disulfónico (BDSA) como agente de entrecruzamiento. Estas membranas fueron entrecruzadas a diferentes temperaturas (80 a 130°C para las membranas de PVA-88 y PVA-99; 150 a 190°C para las membranas de PAAc) con diferentes cantidades de agente de entrecruzamiento (5% y 10% mol de SSA y 5% mol de BDSA). Se estudió el efecto del entrecruzamiento sobre el grado de hinchamiento en metanol, aceite de soya y agua de estas membranas y su capacidad de intercambio iónico (IEC). Las membranas entrecruzadas fueron caracterizadas a través de espectroscopia de infrarrojo (FTIR). Se observó que en las membranas de PVA, la acidez incrementa y el grado de hinchamiento decrece con el incremento de la temperatura de entrecruzamiento y el contenido de SSA. En el caso de las membranas de PAAc-BDSA los valores de IEC y el grado de hinchamiento son mayores que para las membranas de PVA-SSA debido a la naturaleza hidrofílica del polímero y a que BDSA contiene dos grupos sulfónicos por cada molécula.*



## FABRICACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE MEMBRANAS ULTRAFILTRACIÓN A BASE DE PS-SPEES/PES, VÍA INVERSIÓN DE FASES

Krisnar A. Corrales López<sup>a\*</sup>, Shui Wai Lin Ho<sup>a</sup>, Sergio Pérez Sicaños<sup>a\*</sup>, Rosa M. Félix Navarro<sup>a</sup>.

<sup>a</sup>Centro de Graduados e Investigación en Química, Instituto Tecnológico de Tijuana, Tijuana, B.C. 22500, México.

[sperez@tectijuana.mx](mailto:sperez@tectijuana.mx)

*La tecnología de membranas se ha desarrollado de manera acelerada en las últimas décadas, prueba de ello es que se ha logrado aumentar los niveles de permeado con un menor gasto energético,1 ha permitido la generación de diferentes membranas más versátiles en su aplicación y su investigación no se centra solamente en el uso como barrera física. De los diferentes procesos con membranas poliméricas, la ultrafiltración puede definirse como una operación de clarificación y desinfección por membrana, en el tratamiento de aguas. Las membranas empleadas en la ultrafiltración son porosas y permiten sólo el rechazo de solutos gruesos (macromoléculas), todo tipo de microorganismos como virus y bacterias y otros tipos de partículas. Uno de los polímeros más usados para la fabricación de membranas de ultrafiltración es la polisulfona, debido a que es térmicamente estable, mecánicamente fuerte y químicamente inerte (en un intervalo de pH amplio);2 sin embargo, presenta un carácter hidrofóbico, el cual se debe modificar para mejorar el rendimiento de la membrana, esto se puede lograr sulfonando la polisulfona o generando una mezcla de polímeros.*

*Dado que la optimización de las propiedades funcionales de las membranas de ultrafiltración es un tema de importancia científica y tecnológica, resulta importante el estudio de las variables del proceso de fabricación de las mismas. En el presente trabajo se fabricaron nueve membranas diferentes de ultrafiltración mediante el método de inversión de fases, empleando como base el polímero de polisulfona, al cual se le adicionó el copolímero poli (éter éter sulfona) sulfonada/poli (éter sulfona), (esto para mejorar el carácter hidrofóbico, aumentando el permeado de las membranas), se generó una matriz donde se varió la concentración de los mismos usando N-metil-2-pirrolidona. Las membranas se caracterizaron mediante el valor de permeación (Valor A), peso molecular límite (MWCO), microscopía electrónica de barrido (SEM), análisis termogravimétrico, densidad de carga superficial y potencial Z. La eficiencia de remoción fue evaluada mediante soluciones de CaCl<sub>2</sub> (100, 500 y 1000 ppm a un pH de 6) a 40 psig. Algunas tendencias que se pudieron observar son que al incrementar la cantidad del copolímero se obtienen mayores permeados, de igual manera el tamaño de poro se ve incrementado, contrario a lo que ocurre al incrementar el contenido de polisulfona.*



1. Ozaki, H.; Li, H. Water Res Vol. 36, p. 123–130, 2002.
2. Leo, C. P.; Cathie Lee, W. P.; Ahmad, A. L.; Mohammad, A. W. Sep. Purif. Technol. Vol. 89, p. 51–56, 2012.

## FABRICACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE MEMBRANAS MICROPOROSAS DE POLIETILENIMINA Y POLISULFONA

<sup>a</sup>Ana Victoria Martínez Ayala, <sup>a</sup>Shui Wai Lin Ho, <sup>a</sup>Sergio Pérez Siccairos, <sup>b</sup>Jesús Álvarez Sánchez

<sup>a</sup>Centro de Graduados e Investigación en Química, Instituto Tecnológico de Tijuana, Tijuana, B.C. 22500, México. <sup>b</sup>Departamento de Ciencias del Agua y Medio Ambiente, Instituto Tecnológico de Sonora, Cd. Obregón, Sonora, 85000, México

[annitav.martinez@yahoo.com.mx](mailto:annitav.martinez@yahoo.com.mx)

*La rápida industrialización y el crecimiento económico global en las últimas décadas han aumentado la demanda de tecnologías de separación con membranas con aplicaciones industriales, ambientales y domésticas. Los procesos de separación usando membranas de ultrafiltración (UF), fueron desarrollados por primera vez en la década de los sesenta. Obteniendo una gran variedad de aplicaciones para este proceso (recuperación de compuestos, tratamiento de agua y en medicina como crecimiento de células, entre otros). En este trabajo se fabricaron y se caracterizaron dos membranas microporosas de ultrafiltración, usando polietilenimina (PEI) y polisulfona (PS), mediante el método de inversión de fases. Estas membranas fueron caracterizadas posteriormente, evaluando su Valor-A, peso molecular límite (M. W. C. O.), Ángulo de Contacto, Microscopía de Fuerza Atómica (AFM) y Microscopía Electrónica de Barrido (SEM). De acuerdo con los resultados, la membrana microporosa de PEI tiene mayor permeabilidad (al valor-A fue mayor), esto debido a la gran cantidad de poros encontrados en su superficie, lo cual fue corroborado mediante SEM; por otro lado, se observó que su superficie es bastante lisa, lo cual se muestra en el análisis de AFM, obteniendo una rugosidad promedio de 0.055  $\mu\text{m}$ , a diferencia de la membrana de PS, en la cual se encontraron protuberancias con una rugosidad promedio de 0.16  $\mu\text{m}$ . También se encontró que la película de la membrana de PS es más compacta, por lo tanto su valor-A fue de 3679  $10^{-5} \text{ g/cm}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{atm}$ , menor al presentado por la membrana de PEI, el cual fue de 5158  $10^{-5} \text{ g/cm}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{atm}$ . El ángulo de contacto indica que la membrana de PEI es más hidrofóbica que la membrana de PS. Finalmente, el peso molecular límite obtenido para ambas membranas se encuentra entre 500-2000 KDa.*

## REDISTRIBUCIÓN DEL VOLUMEN LIBRE EN UNA MEMBRANA POLIMÉRICA POR ELIMINACIÓN DE GRUPOS LATERALES VÍA REACCIÓN QUÍMICA EN EL ESTADO SÓLIDO

Suzanne Sánchez García\*, Francisco Alberto Ruiz Treviño y Mikhail G. Zolotukhin

<sup>1</sup>Departamento de Ingenierías, Universidad Iberoamericana, Prol. Paseo de la Reforma No. 880, Lomas de Santa Fe, México D. F. 01219. <sup>2</sup> Instituto de Investigaciones en Materiales, Universidad Nacional Autónoma de México, Apartado Postal 70-360, CU, Coyoacán 04510, México D. F., México.

[suzanne\\_sg55@hotmail.com](mailto:suzanne_sg55@hotmail.com)

*La tecnología de membranas y la ciencia de polímeros han crecido sinérgicamente durante los últimos 30 años. Los novedosos procesos de separación de membranas no hubiesen existido sin la sofisticada gama de materiales proporcionados por la química de polímeros. Al mismo tiempo, el campo de las membranas ha proporcionado la fuerza motriz de muchos estudios fundamentales de los polímeros en el estado sólido. Recientemente, una nueva categoría de polímeros térmicamente reordenados en estado sólido han llamado el interés debido a su notable desempeño para la separación de gases y a su gran resistencia química y térmica. Los altos valores de permeabilidad y selectividad característicos de estos polímeros se atribuyen a la redistribución de los elementos de volumen libre durante el tratamiento térmico. En el presente trabajo, se pretende investigar el efecto en las propiedades de transporte de gases por la descomposición y posterior difusión controlada de los grupos colgantes de la unidad repetitiva en las membranas de un nuevo polioxindolarileno (PN-CO<sub>2</sub>C(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>), vía tratamiento térmico en el estado sólido. Con la interpretación de resultados termogravimétricos, se plantea un protocolo de tratamiento térmico para poder estudiar la cinética de descomposición de los grupos termolábiles del polímero PN-CO<sub>2</sub>C(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub> y su efecto en las propiedades de transporte de gases puros (H<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub>, CO<sub>2</sub>). El tratamiento consiste en someter membranas del polímero que sirve como modelo a 150°C por 5, 10, 15 y 60 min. Por otro lado, mediante análisis FTIR-ATR, se comprueba el eventual progreso de la reacción química de los grupos colgantes de la unidad repetitiva del polímero. Los resultados en las propiedades de transporte de gases puros, medidos a 2 atm y 35°C, revelan que la redistribución de los elementos del volumen libre, consecuencia de la descomposición de los grupos termolábiles, modifican los valores de permeabilidad y selectividad hacia pares de gases. De modo general, se distinguen dos etapas: 1) Aumento de permeabilidad a expensas de selectividad en los primeros 5 minutos de tratamiento térmico; y 2) Disminución en los coeficientes de permeabilidad con un respectivo aumento en selectividad a partir de los 10 minutos de tratamiento térmico.*

## OBTENCIÓN DEL PARÁMETRO DE TORTUOSIDAD EN FUNCIÓN DE LA CRISTALINIDAD EN MEMBRANAS DE POLIETILENO

L. F. del Castillo\*<sup>a</sup>, S.I. Hernández<sup>b</sup>, M. Mar López-Gonzalez<sup>c</sup>, V. Compañ<sup>d</sup>.

<sup>a</sup>Departamento de polímeros, Instituto de Investigaciones en Materiales, UNAM. Ciudad Universitaria. Apartado Postal 70-360, Coyoacán, Mexico DF, 04510. <sup>b</sup>Unidad Multidisciplinaria de Docencia e Investigación-Juriquilla, Facultad de Ciencias, Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM), CP 76230, Juriquilla, Querétaro, México. <sup>c</sup>Instituto de Ciencia y Tecnología de Polímeros (CSIC). 28006 Madrid. (Spain). <sup>d</sup>Departamento de Termodinámica Aplicada. ETSII. Universidad Politécnica de Valencia. Campus de Vera s/n. 46022-Valencia. (España).

[lfelipe@unam.mx](mailto:lfelipe@unam.mx)

*En este trabajo, se presenta un marco termodinámico para obtener los valores de los parámetros de tortuosidad ( $\tau$ ) y el factor de inmovilización de cadena ( $\beta$ ) en membranas poliméricas con incrustaciones cristalinas (Membranas de Matriz Mixta) o polímeros semicristalinos. De manera sencilla se ha obtenido una expresión termodinámica de los parámetros  $\tau$  y  $\beta$  en términos de la entropía de activación y la energía de cohesión de la estructura polimérica, respectivamente. Así mismo, se aplica dicho modelo a los datos experimentales obtenidos para membranas de polietilenos lineales de diferente porcentaje de cristalinidad con diferentes densidades 0.94, 0.93, 0.92, 0.91, 0.904 and 0.87 g/cm<sup>3</sup>. La temperatura y presión del análisis experimental fueron en todos los casos de 1 bar y 30°C. Se midieron la sorción, la difusión y la permeabilidad del oxígeno, dióxido de carbono, metano, etano, etileno, propano y propileno. Para la caracterización estructural se usó la permeación con gas de Helio de alta pureza.*

*Un análisis la capacidad de sorción observa la regla de proporcionalidad que hay entre la fase amorfa y cristalina<sup>3</sup>. El coeficiente de difusión pone de manifiesto que sigue un comportamiento exponencial con el grado de cristalinidad de los polietilenos, y para la permeabilidad de manera semejante.*

*De los resultados experimentales obtenidos hemos efectuado una comparación con el estudio realizado por otros autores<sup>1,2</sup> para los mismos gases y tenemos similitud de comportamiento con el obtenido por dichos investigadores. Agradecimiento a los proyectos DGAPA-PAPIIT IG-100315, SEP-CONACYT 154626.*

### Referencias

1. Michaels, A.S.; Bixler, H. J. Polymer Sci. 1959, 41, 33.
2. Michaels, A.S.; Bixler, H. J. Polymer Sci. 1961, 50, 393.
3. Compañ, V.; L.F. del Castillo; Hernández, S.I.; López-Gonzalez, M.M.; Riande, E. J.



Polymer. Sci. Part. B Polymer physics, 2007, 45, 1798.  
4. Compañ, V.; L.F. del Castillo; Hernández, S.I.; López-González, M. M.; Riande, E.  
Polymer. Sci. Part. B Polymer physics, 2010, 48, 634.



## EL DESARROLLO DEL GRAFENO

M. en C. Rosario Esmeralda Sierra Solache\*, Dra. Claudia Rosario Muro Urista, Dr.  
Francisco Javier Illescas Martínez

[essme\\_sh@hotmail.com](mailto:essme_sh@hotmail.com)

*Ésta revisión tiene como objetivo recopilar información del grafeno planteando las técnicas de obtención, las características encontradas en el material, así como las diferentes aplicaciones que se han desarrollado hasta ahora. A más de una década de la síntesis del grafeno, la investigación de este material sigue extendiéndose en busca de las posibles aplicaciones. El grafeno es un material bidimensional con base en el carbono, de geometría plana hexagonal y el grosor de un átomo, que puede obtenerse en láminas o en polvo fino a partir del grafito, y tiene entre otras propiedades flexibilidad, resistencia, impermeabilidad y conductividad de la electricidad. Su obtención y aplicación sigue siendo estudiada desde varios aspectos, reducción química de óxido de grafito y exfoliación mecánica y química, entre otros; a fin de mejorar la eficiencia de los procesos, la calidad del material y la reducción de costos. Los diferentes usos como material ha sido aliado con otros, para cubiertas, circuitos, en áreas de electrónica, comunicaciones, aeronáutica, automotriz y espacial. El área de la medicina considera su uso en prótesis, implantes, y medicamentos; en la industria alimenticia se plantea nuevos envases y sus técnicas de producción, mientras que en el área ambiental se ha considerado en la desalinización del agua y su uso en membranas de filtración. Cabe señalar que la investigación está en sus inicios, que falta por evaluar sus usos y posibles beneficios o afectaciones a mediano y largo plazo.*

## SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE MEMBRANAS CON CAPACIDAD DE INTERCAMBIO IÓNICO PARA LA REMOCIÓN DE CROMO DESDE DISOLUCION ACUOSA

Yesid. Tapiero<sup>1</sup>, Bernabé.L. Rivas<sup>1</sup>, Julio. Sánchez<sup>1</sup>

Departamento de Polímeros, Facultad de Ciencias Químicas, Universidad de Concepción. Chile.

[ytapiero@udec.cl](mailto:ytapiero@udec.cl)

*Los iones cromo dependiendo del estado de oxidación ( $Cr^{3+}/Cr^{6+}$ ), la concentración y el pH generan problemas ambientales y de salud pública. El  $Cr^{3+}$  es menos tóxico pero en altas concentraciones es dañino. El  $Cr^{6+}$ , es una especie iónica tóxica la cual produce problemas ambientales y en la salud humana. Diversas técnicas de remediación han sido diseñadas y probadas en la remoción de los iones cromo. La remoción de estos iones contaminantes usando la técnica de diálisis de Donnan con membranas de redes interpoliméricas es una alternativa prometedora. Se ha realizado la formación "in situ" de las redes interpoliméricas desde monómeros vinílicos con grupos sulfonato, amonio cuaternario, carboxilato y N-metil-D-glucamina, al interior de membranas de polipropileno microporoso. En la síntesis radicalaria se varió la concentración del reticulante (N,N'-metilen-bis-acrilamida) y del agente iniciador (persulfato de amonio). Los cambios se comprobaron a través del porcentaje del grado de modificación, la capacidad de absorción de agua, la capacidad de intercambio hacia los iones Cr(III) o Cr(VI), potencial electrocinética, espectroscopía IR, <sup>13</sup>C-RMN, en estado sólido, SEM/EDS, TGA, DSC, y la diálisis de Donnan con agente de extracción 1 mol/L de cloruro de sodio.*

*A través de la diálisis de Donnan fue estudiada la capacidad de remover selectivamente los iones Cr(VI) y Cr(III). Se encontró un porcentaje de extracción de 59.2%, para el Cr(VI) a pH 9.0 usando la membrana MplasmaCl. En el estudio de una mezcla binaria Cr(VI)/MnO<sub>4</sub><sup>-</sup>, a pH 9.0, el porcentaje de extracción obtenido usando la membrana MPCIVBTA6% fue 65.2%. Para el ion Cr(III) se alcanza un valor del porcentaje de extracción de 49.4%, cuando se usa el agente de extracción la mezcla  $1 \times 10^{-1}$  mol/L HNO<sub>3</sub> y 1 mol/L NaCl, junto con la membrana MplasmaNa a pH 3.0. En el estudio de una mezcla binaria Cr(III)/Cr(VI), a pH 3.0, el porcentaje de extracción obtenido usando la membrana MPMP56% fue 63.4%.*

Agradecimientos: Los autores agradecen a MECESUP por la beca de doctorado otorgada, FONDECYT (Nº 1110079 y Nº 11140324), PIA (Anillo ACT-130) y a CIPA. 1. Tapiero<sup>1</sup> Y, Rivas<sup>1</sup>,\*B, Sánchez<sup>1</sup> J, Bryjak<sup>2</sup> M, and Kabay<sup>3</sup> N, Journal of Applied Polymer Science, 132, (2015), DOI: 10.1002/app.41953.



2. Tapiero<sup>1</sup> Y, Rivas<sup>1,\*</sup> B, and Sánchez<sup>1</sup> J, Journal of the Chilean Chemical Society, 59, 4 (2014), pp. 2737-2746.

## EFFECTO DE LOS GRUPOS FLUOROCARBONADOS EN LA SELECTIVIDAD DE MEMBRANAS A BASE DE POLIIMIDAS

Maribel López Badillo<sup>a\*</sup>, Ángel Pérez Zempoaltecatl<sup>a</sup>, José Alberto Galicia Aguilar<sup>a</sup>,  
Juana Deisy Santamaría Juárez<sup>a</sup>

<sup>a</sup>Benemérita Universidad Autónoma de Puebla. Facultad de Ingeniería Química

[jose.galicia@correo.buap.mx](mailto:jose.galicia@correo.buap.mx)

*Las membranas densas a base de poliimidas han sido estudiadas para su uso en la separación de gases. Sin embargo, para lograr las aplicaciones propuestas, es necesario incrementar el rendimiento de las membranas ante las condiciones de separación. El reforzamiento de la poliimida puede realizarse durante la etapa de síntesis y se evalúan mediante la determinación de la permeabilidad y la selectividad. En este trabajo realizamos la síntesis de una serie de poliimidas mediante imidación térmica. Las poliimidas se sintetizaron a base de 6FDA-FDA, DAPM-6FDA y DAPM-FDA. Las poliimidas sintetizadas se caracterizaron mediante técnicas de estructura. La estabilidad térmica se determinó mediante Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) y se cuantificó la fracción en gel. Los resultados de caracterización de la estructura permitieron confirmar que éstas corresponden a las formulaciones deseadas. Todas las poliimidas mostraron una alta estabilidad térmica, con temperaturas de transición vítrea superiores a 260°C. Con las combinaciones 6FDA-FDA y DAPM-6FPA se obtuvieron los valores más altos de volumen libre y sus resultados de fracción en gel demuestran que estas membranas tienen un alto grado de reticulación. Los valores de permeabilidad obtenidos para estas membranas son bajos pero muestran una alta selectividad a pares de gases de interés.*

## SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE MTMC FORMADAS A BASE DE 6FDA-6FPA

Juana Deisy Santamaría Juárez<sup>a,b</sup>, José Alberto Galicia Aguilar<sup>a</sup>, Maribel López  
Badillo<sup>a\*</sup>

<sup>a</sup>Facultad de Ingeniería Química, Benemérita Universidad Autónoma de Puebla.

<sup>b</sup>División de Estudios de Posgrado e Investigación. Instituto Tecnológico de Zacatepec Morelos

[jose.galicia@correo.buap.mx](mailto:jose.galicia@correo.buap.mx)

*Realizamos el termoformado de soportes de grafito-resina fenólica tipo resol, variando la cantidad másica de esta última. Las resinas utilizadas fueron sintetizadas con una relación molar formaldehído:fenol, 1:1, 1:0.7 y 1:0.5. La resina es de color marrón rojizo con una viscosidad de 548 cP, pH 8, miscible en DMSO, metanol y NMP, con índices de refracción 1.531–1.498 a 24.6°C. De acuerdo a los resultados de FT-IR-ATR y RMN-H1 se identificaron los grupos funcionales característicos y de estructura del pre-polímero. En el termograma obtenido por DSC la resina muestra una Tg de 170.81°C. La resina fue obtenida con un rendimiento del 75% y una pureza del 87% la cual fue determinada por cromatografía de gases. El termoformado de los soportes se llevó a cabo en una prensa CARVER a condiciones de 10 ton y 250°C. Los soportes fabricados fueron sometidos a tratamiento térmico de pirólisis en un horno tubular, y posteriormente caracterizados mediante MEB. Adicionalmente, se realizaron análisis térmicos a los soportes mediante calorimetría diferencial de barrido. Finalmente, se depositó en los soportes una capa de poliimida 6FDA-6FPA mediante aspersion variando el tiempo de exposición para variar el espesor de la capa de poliimida.*



## PREPARACIÓN DE MEMBRANAS POLIMÉRICAS A PARTIR DE REACCIONES DE ACOPLAMIENTO ENTRE DIAMINAS Y ALDEHIDOS

Luis Fernando Alcocer Márquez\*, Joaquín Palacios Alquisira

Facultad de Química, UNAM

[sorz24@hotmail.com](mailto:sorz24@hotmail.com)

*El uso de membranas para la separación de gases en la industria ha sido comercializado desde hace más de 30 años. En la industria se usan las membranas generalmente en procesos de producción de nitrógeno (N<sub>2</sub>) a partir del aire, recuperación de hidrógeno de procesos de producción de amoníaco o de procesamiento de hidrocarburos, eliminación de dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) en el gas natural, entre otros. Comercialmente, las membranas son derivadas de polímeros con cadenas rígidas empaquetadas para crear pequeños espacios intermoleculares que permiten que exista una selectividad de gas. En el trabajo presente se describe la preparación de cinco compuestos poliméricos nuevos obtenidos a partir de diaminas aromáticas y paraformaldehído. Además de la preparación de películas poliméricas y caracterización del material y de las películas, se determinaron las propiedades fisicoquímicas como lo son la temperatura de transición vítrea (T<sub>g</sub>), la temperatura de fusión (T<sub>m</sub>), su estructura micro y estructura molecular. Se hizo la comparación de las técnicas de activación para llevar a cabo la polimerización de las diaminas: calentamiento convencional y calentamiento por microondas.*

## PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE MEMBRANAS DE POLI (ALCOHOL VINÍLICO) RETICULADAS CON ÁCIDOS DICARBOXÍLICOS AROMÁTICOS

Liliana Reyes García\*, Joaquín Palacios Alquisira

Facultad de Química, UNAM

[liliumiq@gmail.com](mailto:liliumiq@gmail.com)

*Actualmente se desea implementar procesos sustentables en la industria química que no requieran de un alto consumo energético, los procesos de separación por membranas representan una alternativa útil que además de implicar un menor consumo de energía poseen una alta selectividad, costos moderados y un diseño compacto. En este trabajo de investigación se prepararon membranas empleando como sustrato al poli (alcohol vinílico) con la visión de que estas membranas puedan ser empleadas en el proceso de pervaporación para la deshidratación de alcoholes. El PVA posee una alta estabilidad térmica, química y mecánica además de un bajo costo de fabricación, sin embargo, debido a su carácter hidrofílico este polímero tiende a ser soluble en agua, lo cual provoca que se hinche con facilidad. El hinchamiento de la membrana es un fenómeno indeseable que disminuye la efectividad cuando se emplea en el proceso de pervaporación y debido a esto es necesario lograr un equilibrio adecuado entre hidrofiliidad e hidrofobicidad, para que la membrana sea selectiva al agua pero no presente alto grado de hinchamiento. Con el propósito de disminuir el hinchamiento de la membrana, el PVA fue reticulado con cuatro ácidos dicarboxílicos aromáticos (4,4-Oxibis (ácido benzoico), 2,5-Ácido Furandicarboxílico, Ácido bifenil-4,4'-dicarboxílico y ácido tereftálico) mediante una reacción de esterificación utilizando diferentes concentraciones (10, 20 y 30 % en masa respecto al PVA). Para efectuar la reticulación del PVA fueron empleadas y comparadas dos técnicas: el tratamiento térmico y el uso de microondas. Mediante el uso de microondas se ha pretendido reducir los tiempos de reacción y el consumo energético, para esto, se probaron tres potencias y diferentes tiempos de reacción. Las membranas resultantes fueron caracterizadas mediante las siguientes técnicas:*

- Análisis de Espectrometría Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR).*
- Calorimetría diferencial de barrido (DSC) para observar su comportamiento térmico.*
- Microscopia electrónica de barrido.*
- Determinación del grado de hinchamiento.*
- Pruebas de solubilidad y determinación de extractables.*
- Determinación de densidad*

*De esta manera se presentan los resultados de las características de las membranas obtenidas y se discuten las relaciones entre estas propiedades y la estructura química*



*de los agentes reticulantes, así como la influencia del tiempo y potencia de reacción (en el caso de las microondas) y del tipo de calentamiento (convencional o dieléctrico).*

## DISOLUCIÓN DE CELULOSA OBTENIDA A PARTIR DE RESIDUOS AGROINDUSTRIALES PARA LA PREPARACIÓN DE MEMBRANA POLIMÉRICA BIODEGRADABLE POR EL MÉTODO DE ELECTROHILADO

María Teresa Cadenas-González\*<sup>1</sup>, Genaro Cadenas-Madrigal<sup>1</sup>, Rubí E. Ross-Alcudia, Alfredo Maciel Cerda<sup>2</sup>, Gloria Ivette Bolio López<sup>1</sup>

<sup>1</sup>División de Ciencias Básicas e Ingenierías, UPCH. <sup>2</sup>Instituto de Investigaciones en Materiales, UNAM.

[gloriabolio@hotmail.com](mailto:gloriabolio@hotmail.com)

*El uso de materiales renovables para diversas aplicaciones está cobrando importancia debido a la creciente demanda de alternativas a los suministros de petróleo no renovables. En este sentido, la celulosa, el biopolímero más abundante, es uno de los materiales más prometedores. A fin de preparar membranas poliméricas a partir de celulosa obtenida de desechos agroindustriales por electrohilado se probarán dos sistemas de solventes: 1. un disolvente mixto de NaOH/Urea 7 wt.% -12 wt. % urea, para la obtención de la solución de celulosa y 2. digestión en ácido trifluoroacético (TFA), para obtener celulosa amorfa en solución. Posteriormente se procederán a electrohilar las dos soluciones de celulosa a diferentes voltajes y distancia de la aguja al colector iniciando con parámetros de voltaje 15 kV, distancia del colector 8 cm y velocidad de rotación de 300 r/min. La caracterización de las nanofibras se hará por medio de Microscopía electrónica de barrido (SEM-EDX) para el análisis de la morfología y el análisis elemental; el índice de cristalinidad y tamaño de cristales será determinado por Difracción de rayos-X (XRD) y el análisis de los grupos funcionales por medio de Espectroscopía de infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR). Esto abre posibilidades para la sustitución de algunos de los polímeros no degradables con los bioplásticos obtenidos a partir de desechos agrícolas.*



## SÍNTESIS DE MEMBRANAS POROSAS CON PROPIEDADES ANTIBACTERIALES BASE QUITOSANO-VAINILLINA

Hermes Hernández Zamudio, Víctor Manuel Arellano Badillo\*, José de Jesús Coronel Hernández, José Santos Cruz

Materiales, Facultad de Química, Universidad Autónoma de Querétaro

[vmabadillo@gmail.com](mailto:vmabadillo@gmail.com)

*En este trabajo se prepararon membranas porosas con quitosano. Para su caracterización se utilizaron las técnicas de microscopía electrónica de barrido (SEM) para observar su morfología y espectroscopía en infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR) para comprobar la presencia de los grupos funcionales característicos de la molécula de quitosano. Para la síntesis de las membranas se extrajo el quitosano de residuos de exoesqueleto de camarón, el cual se disolvió en ácido acético y fue mezclado con una solución de vainillina, metanol, acetona y agua destilada. Las membranas obtenidas fueron sometidas a un tratamiento con glutaraldehído, el cual ayuda a reforzar la membrana y la vuelve más hidrofílica. A estas membranas se confirmó sus propiedades antibacterianas mediante la prueba del halo sobre un cultivo sólido de *Escherichia coli* y de *Staphylococcus aureus*.*

## REPARACIÓN POR ELECTROHILADO Y CARACTERIZACIÓN DE MEMBRANAS CON APLICACIÓN POTENCIAL EN INGENIERÍA DE TEJIDOS

María Mónica Castillo Ortega, Abraham Alejandro Leyva Verduzco\*

Departamento de Investigación en Polímeros y Materiales, Universidad de Sonora.

[abrahamaalv@hotmail.com](mailto:abrahamaalv@hotmail.com)

*La ingeniería de tejidos se encuentra emergiendo como una herramienta en el área del cuidado de la salud humana, en la cual, el entendimiento básico de la biología celular y la aplicación de bioingeniería están íntimamente relacionadas para desarrollar materiales que puedan atender cierto tipo de afecciones, tales como, heridas y disfuncionalidad en diferentes tejidos. Uno de los instrumentos que la ingeniería de tejidos puede utilizar son las membranas debido a que estas pueden tener la capacidad de soportar células, liberar fármacos o ambos, esto con el fin de utilizarlas como andamios celulares, como apósitos para heridas, como materiales para fabricar catéteres, entre otros. El uso de biomateriales procesados por la técnica de electrohilado es de interés porque, con este procedimiento se pueden generar membranas fibrosas que son capaces de llevar a cabo la liberación de un fármaco. Estudios han demostrado que las composiciones y arquitecturas de las matrices creadas por electrohilado a partir de Poli-L-ácido láctico (PLLA) son favorables y recomendables para usarse en este tipo de procesos, ya que, el que estas estén elaboradas a base de PLLA les proporciona biodegradabilidad y biocompatibilidad y el que hayan sido fabricadas por electrohilado ayuda a que tengan mayor superficie de contacto. Una posible aplicación para las membranas es utilizarlas como parches de liberación farmacológica en los pacientes con heridas de pie diabético. Debido a que la infección en el pie diabético es polimicrobiana, propicia que se desarrolle una gangrena húmeda, rápida y progresiva que de no tratarse oportunamente puede ser fatal, por eso es necesario llevar a cabo un tratamiento farmacológico. Un medicamento que ha resultado bueno para atender infecciones de este tipo es el cloranfenicol, un antibiótico de amplio espectro que trabaja a nivel de traducción de ADN. Con el fin de contribuir al avance en el conocimiento de la ingeniería de tejidos, en este proyecto se ha planteado evaluar la actividad en ingeniería de tejidos de fibras a base de PLLA y cloranfenicol fabricadas por electrohilado para una posible aplicación como parches de liberación de fármaco.*



## **ANDAMIOS DE GELATINA-ÁCIDO HIALURÓNICO ENTRECRUZADOS CON DISTINTAS CONCENTRACIONES DE EDC (1-(1-ETIL-(3-3-DIMETILAMINOPROPIL) CLORHIDRATO DE CARBODIIMIDA)) PARA CULTIVO CELULAR**

Katia Jarquín Yáñez<sup>1,2\*</sup>, Jesus Arenas Alatorre<sup>3</sup> Jorge E. Miranda Calderón<sup>4</sup>, Miguel A. Herrera Enríquez<sup>1</sup>, Beatriz Hernández Téllez<sup>1</sup>, Gabriela Piñón Zárata<sup>1</sup> y Andrés E. Castell Rodríguez

INSTITUTO DE FISICA, FACULTAD DE MEDICINA, FACULTAD DE ODONTOLOGÍA,  
UNAM

[katys12@hotmail.com](mailto:katys12@hotmail.com)

*Los biomateriales son extensamente utilizados como una alternativa terapéutica en el tratamiento de regeneración ósea, las características principales que deben cumplir son: osteoconductivos, osteoinductivos, osteogénicos y osteofílicos permitiendo con ello la reparación de fracturas o el relleno de defectos óseos. Por lo que es necesario fabricar matrices que puedan ser utilizadas como soporte de células, permitiendo simular las condiciones tridimensionales del tejido óseo.*

*La combinación de gelatina-ácido hialurónico puede ser un excelente biomaterial ya que ambos son componentes orgánicos de la matriz extracelular de tejido óseo.*

## **BIOCOMPATIBILIDAD DE UN ANDAMIO CON BASE EN QUITOSANO Y POLI(ÁCIDO LÁCTICO) PARA EL DESARROLLO DE UN SUSTITUTO BIOLÓGICO DÉRMICO**

Nadia Vázquez <sup>1\*</sup>, <sup>2</sup>, Andres Espadin <sup>3</sup>, Martínez Alan<sup>1</sup> Keiko Shirai <sup>3</sup>, Lenin Tamay <sup>2</sup>, Lilia Solis<sup>2</sup>, Antonio Medina<sup>4</sup>, Cristina Velasquillo<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Universidad Nacional Autónoma de México <sup>2</sup>Laboratorio de Biotecnología, Instituto Nacional de Rehabilitación <sup>3</sup>Laboratorio de Biopolímeros, Universidad Autónoma Metropolitana

<sup>4</sup>Departamento de Cirugía General, Instituto Nacional de Pediatría

[nadisva@ciencias.unam.mx](mailto:nadisva@ciencias.unam.mx)

*Hidrogeles fueron sintetizados a partir del quitosano obtenido biológicamente por fermentación láctica de la quitina e injertado con poli(ácido láctico) sin catalizador. Fibroblastos humanos fueron aislados de muestras de prepucio y sembrados sobre las membranas de quitosano bajo condiciones estándares de cultivo. Se evaluó su biocompatibilidad a través de su viabilidad, proliferación, adhesión y funcionalidad celular. Las pruebas biológicas mostraron a los fibroblastos vivos y extendidos, además de que el andamio permitió que éstos proliferaran y sintetizarán proteínas de matriz. El análisis de Microscopía Electrónica de Barrido mostró que los fibroblastos se adhirieron al andamio. Membranas de quitosano y poli(ácido láctico) son biocompatibles con potencial para desarrollar un sustituto dérmico para pacientes quemados.*

## ANDAMIO ELECTROHILADO DE POLI (ÁCIDO LÁCTICO-GLICÓLICO), QUITOSANO Y COLÁGENO PARA REGENERACIÓN DE PIEL

Trejo Caballero María Eugenia\*,  
Maciel Cerda Alfredo, Herrera Nájera Rafael, Vera Graziano Ricardo.

Apoyos: DGAPA-UNAM, Proyecto IN198913 y CONACYT, Proyecto CNPq 117373

[maetc@outlook.com](mailto:maetc@outlook.com)

*La ingeniería de tejidos combina el cultivo celular, la ingeniería de materiales y la bioquímica, dependiendo de la aplicación se buscan diferentes propiedades. Para la regeneración de piel humana se requieren andamios que promuevan una regeneración rápida completa y que mimeticen sus funciones de barrera, protección y termorregulación. En este proyecto se estudia un andamio biodegradable compuesto a partir de un copolímero glicólico con ácidos L-láctico y D,L-láctico (PLGA), quitosano y colágeno. El primer propósito es lograr características y propiedades ad-hoc para inducir la adhesión y diferenciación celular. Se busca que estos andamios se biodegraden en tiempos comparables a los que se regenera la piel y que tengan propiedades mecánicas similares a la misma. (Liu et al 2011, Wu et al., 2008). Debido a que la piel está constituida por capas y cada una de ellas desempeña funciones específicas, es necesario que el andamio tenga una estructura similar. Se usan solventes como el hexafluoroisopropanol y ácido acético para preparar soluciones que permitan obtener andamios reproducibles de calidad. Se evalúan y comparan sus diferentes propiedades físicas, químicas y mecánicas a fin de obtener un andamio óptimo para su uso potencial en regeneración de piel (Meng et al, 2011).*

## MEMBRANA POLIMÉRICA DE INJERTO SENSIBLE AL pH PARA CARGA Y LIBERACIÓN DE VANCOMICINA

Cora Sofía Lecona-Vargas\*, Carmen Alvarez-Lorenzo, Angel Concheiro, Emilio Bucio

<sup>1</sup>Departamento de Química de Radiaciones y Radioquímica, Instituto de Ciencias Nucleares, Universidad Nacional Autónoma de México, Circuito Exterior, Ciudad Universitaria, México DF 04510, México. E-mail: lecona.qfb@gmail.com

<sup>2</sup>Departamento de Farmacia y Tecnología Farmacéutica, Facultad de Farmacia, Universidad de Santiago de Compostela, 15782 Santiago de Compostela, España

[lecona.qfb@gmail.com](mailto:lecona.qfb@gmail.com)

*Un nuevo biomaterial fue sintetizado a partir de silicona (SR) y ácido acrílico (AAc) usando radiación gamma para formar el copolímero de injerto, SR-g-AAc por el método de pre-irradiación oxidativa. Este método consiste en irradiar una matriz polimérica con radiación ionizante en presencia de oxígeno para dar lugar a la formación de peróxidos e hidroperóxidos en la matriz. Posteriormente ésta se pone en contacto con el monómero a injertar y se le aplica calor para favorecer la ruptura de los peróxidos, los cuales fungen como iniciadores de la polimerización. Se evaluaron las condiciones de dosis, temperatura, concentración de monómero y tiempo de reacción para determinar el porcentaje de injerto obtenido. El copolímero se caracterizó por DSC, TGA, FT-IR e hinchamiento, además de obtener imágenes de SEM.*

*Este material presentó respuesta al pH, siendo capaz de absorber más agua por encima de pH 4.5 debido a la ionización de los carboxilos presentes. Se evaluó su capacidad para cargar y liberar vancomicina (un fármaco antimicrobiano), observándose una potencial aplicación como sistema de liberación controlada de éste fármaco a pH neutro.*

**AGRADECIMIENTOS:** a la Dirección General de Asuntos del Personal Académico DGAPA-UNAM IN200714 y al proyecto CONACYT-CNPq 174378 (México), MICINN (SAF2011-22771) y FEDER (España) por el apoyo brindado para la elaboración de este proyecto. Al M. en C. Benjamín Leal, Dra. Alejandra Ortega y Sr. Martín Cruz del ICN-UNAM por el apoyo técnico.

## BIOMATERIALES ESTÍMULO SENSIBLES QUE CONTIENE N-VINILCAPROLACTAMA Y N-VINILIMIDAZOL SOBRE MEMBRANAS DE PP

Edgar Zavala-Lagunes\*, Emilio Bucio

Departamento de Química de Radiaciones y Radioquímica, Instituto de Ciencias Nucleares, Universidad Nacional Autónoma de México, Circuito Exterior, Ciudad Universitaria, México DF 04510, México.

[zavala.lagunes.edgar@outlook.com](mailto:zavala.lagunes.edgar@outlook.com) (55) 56224674

*La N-vinilcaprolactama (NVCL) se injertó sobre membranas de polipropileno (PP) para obtener un biomaterial con respuesta a la temperatura para una posible carga y liberación de fármacos a temperatura corporal y el N-vinilimidazol (NVIM) de igual manera se injertó sobre membranas de PP aprovechando las propiedades antimicrobianas que presenta. Estos injertos se realizaron inicialmente por separado para determinar las condiciones óptimas a las que se llevaron los injertos (dosis, concentración de monómero, temperatura y tiempo de reacción), posteriormente se realizaron injertos binarios en uno y dos pasos con NVCL y NVIM. Se utilizó el método de pre-irradiación oxidativa mediante radiación ionizante (rayos gamma) para la NVCL y el NVIM. Adicionalmente se realizaron injertos de NVIM sobre membranas de PP utilizando el método de irradiación directa con rayos gamma para comparar el dicho sistema por ambos métodos encontrándose que por método directo se lograron injertos máximos de 14% mientras que por el método de pre-irradiación oxidativa se alcanzan injertos de 25%. Los sistemas PP-g-PVIM, PP-g-PNVCL, (PP-g-PVIM)-g-PNVCL, (PP-g-PNVCL)-g-PVIM, (PP-g-(PNVCL-co-PVIM)) se caracterizaron por calorimetría diferencial de barrido (DSC), análisis termogravimétrico (TGA), espectroscopia de infrarrojo (FTIR-ATR), hinchamiento límite y ángulo de contacto.*

**AGRADECIMIENTOS:** a la Dirección General de Asuntos del Personal Académico DGAPA-UNAM IN200714, al proyecto CONACYT-CNPq 174378 por el apoyo brindado para la elaboración de este proyecto. Al M. en C. Benjamín Leal, Alejandra Ortega y Martín Cruz del ICN-UNAM por el apoyo técnico.



## OSMOSIS INVERSA, UNA ALTERNATIVA PARA EL ABASTECIMIENTO DE AGUA DESTILADA EN LABORATORIOS

Dra. Alicia Pineda Santos\*, TSU. Eduardo López Maya

Universidad Tecnológica del Valle de Toluca. Carrera de Mantenimiento Industrial. Carretera del Departamento del D.F. km. 7.5, Santa María Atarasquillo, Lerma, México. C.P. 52044

[alipineda@hotmail.com](mailto:alipineda@hotmail.com)

*La necesidad de optimizar los recursos en las Instituciones Educativas para el desarrollo formativo de los alumnos, ha originado la búsqueda de alternativas en la realización de la actividad didáctica práctica. La Universidad Tecnológica del Valle de Toluca, específicamente en los laboratorios de la carrera de Tecnología Ambiental con la finalidad de abastecer los requerimientos en tres laboratorios pertenecientes a la carrera; ha empleado para abastecimiento de agua destilada, la tecnología de membranas, específicamente la osmosis inversa, de la cual se ha logrado obtener resultados favorables cuantitativamente. El presente trabajo describe el proceso de obtención de agua destilada a partir del uso eficaz del módulo de osmosis inversa ubicado en la planta piloto de tratamiento de aguas perteneciente a la carrera, así como los resultados cuantitativos al emplear esta alternativa como beneficio adicional para la generación de agua destilada necesaria en la realización de prácticas experimentales.*

## ESTUDIO DE LA ADSORCIÓN DE FENOL EN BIOFIBRAS Y RAQUIS DE QUERATINA MODIFICADA Y ENCAPSULADA EN UNA MATRIZ DE ALGINATO DE SODIO

Concepción Cortes Barranca\*, Saucedo Rivalcoba Verónica, Vargas García Jose Armando

Estudios de investigación y Posgrado. Instituto Tecnológico Superior de Tierra Blanca. Avenida Veracruz s/n esquina Héroes de Puebla colonia Pemex. Tierra Blanca, Veracruz, México. C.P. 95180

[angel\\_galaxy98@hotmail.com](mailto:angel_galaxy98@hotmail.com)

*Las plumas de ave son una fuente importante de queratina, ya que es una proteína cuya estructura molecular está compuesta por cadenas de aminoácidos, considerados como sitios activos de unión con otros compuestos; metales y/o compuestos orgánicos como los fenoles. Una desventaja de las plumas, es su baja densidad y su alto volumen, siendo su incorporación a matrices poliméricas una estrategia para su apilamiento. La adsorción, a pesar de que no elimina el soluto de manera permanente, es una técnica de remoción y/o eliminación aplicable a concentraciones diferentes de adsorbato. En un proceso de adsorción es necesario conocer las condiciones de equilibrio del sistema y la velocidad con la que se alcanzan, para ello se dispone de modelos matemáticos de equilibrio y cinéticos. En el presente trabajo se evaluó la adsorción de fenol sobre capsulas de alginato con biofibras y raquis de queratina modificados. Las plumas de ave, fueron sometidas a un proceso de sanitizado y pulverizado para obtener biofibras y raquis neutro; estas se modificaron en soluciones de ácido sulfúrico e hidróxido de sodio al 0.1N. Posteriormente se procedió al encapsulado de la queratina modificada en una matriz de alginato de sodio y cloruro de calcio, como agente entrecruzante. Las capsulas se evaluaron por cinéticas de adsorción, utilizando una solución de fenol a 100 ppm y pH de 1, 5, 7, 10 y 11. Durante el proceso de adsorción del fenol en la matriz de alginato-queratina modificada, se observó que las curvas experimentales presentaban un máximo de absorción de una hora en un rango de 28 y 60%; cuando se trabajó con el raquis obtenido de las plumas de ave y modificado en medio alcalino, con la solución de fenol a pH 10. La queratina proveniente del raquis; en comparación con el de las biofibras, presenta una mayor concentración de cistina, así como de sulfuros. Además se encontró que la afinidad del fenol en los sitios activos de la queratina varía en función de su estado iónico y el pH de la solución de fenol.*

Palabras clave: Queratina, fenol, adsorción, alginato de sodio, sitios activos.

## ESTUDIO DE UN SOPORTE ÚTIL PARA LA LIBERACION CONTROLADA DE VITAMINA B1, IN VITRO

Ángela Patricia Sánchez Cepeda<sup>a\*</sup>, Ricardo Vera Graziano<sup>b</sup>, Efrén de Jesús Muñoz Prieto<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Desarrollo y Aplicación de Nuevos Materiales, Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia, Avenida Central del Norte 39-115, Sede Central, Tunja, Boyacá, Colombia, 150002.

<sup>b</sup>Instituto de Investigaciones en Materiales, Universidad Nacional Autónoma de México, Circuito Exterior, Ciudad Universitaria, Coyoacán, México, Distrito Federal, 04510

[angelita1125766@hotmail.com](mailto:angelita1125766@hotmail.com)

*El estudio de sistemas de liberación controlada de fármacos ha permitido crear métodos para una aplicación adecuada de los mismos. La administración de medicamentos a partir de las nanofibras generadas por electrohilado, se basa en el principio de que la velocidad de disolución del fármaco aumenta, con el aumento de su superficie y de la estructura polimérica que lo soporta. En este estudio nos proponemos desarrollar un sistema portador adecuado, capaz de entregar el medicamento correcto en la dosis, lugar y tiempo deseados. Nanofibras de policaprolactona y quitosano fueron obtenidas por electrohilado para estudiar la liberación de la Vitamina B1. Las fibras fueron caracterizadas por medio de las técnicas de Microscopía Electrónica de Barrido, FTIR, DSC y TGA. La liberación de la vitamina se estudió en una solución de PBS a 37°C y pH=7.4. La cinética de liberación del principio activo se analizó mediante el trazado de los datos acumulativos frente al tiempo y los datos experimentales se ajustaron a una ecuación exponencial. Estas propiedades indican que los andamios de nanofibras cargadas con la vitamina B1 tienen el potencial para ser desarrolladas como agente de administración de fármacos útiles en aplicaciones en la deficiencia de tiamina como la enfermedad de beriberi y el síndrome de Wernicke-Korsakoff.*



## CARACTERIZACIÓN Y TRATAMIENTO CON FOTO OXIDACIÓN DEL RECHAZO DE UN SISTEMA DE NANOFILTRACIÓN POR MEMBRANAS

Chávez-Velasco Abraham\*, Chávez-Mejía Alma C, Jiménez-Cisneros Blanca

Instituto de Ingeniería, Universidad Nacional Autónoma de México  
Ciudad Universitaria, Av. Universidad 3000, Coyoacán 04510 México, D.F., México.

[AChavezV@iingen.unam.mx](mailto:AChavezV@iingen.unam.mx)

*Debido a que el Valle de México tiene problemas de sobre explotación del acuífero (40% de la recarga natural) que aumenta con la cantidad de personas, las actividades comerciales del Valle de México ha obligado a considerar la reutilización de agua residual renovada como una alternativa para la solución del problema [Acero et al., 2010; Klammerth et al., 2009]. El agua del acuífero del valle de Tula ubicado a 90 km del Valle de México y que proviene los excedentes de agua residual que se emplea para riego agrícola del Distrito de Riego 003, pretende utilizarse como una posible fuente de abastecimiento de la población futura del Valle de México. Entre las opciones de potabilización analizadas destaca el empleo de la nanotecnología debido a que el agua contiene sales disueltas ( $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$  y  $\text{Na}^+$ , entre los principales), material orgánico, microorganismos y micro contaminantes orgánicos tales como el ibuprofeno, el ácido salicílico, el gemfibrozil, el bisfenol A y el triclosán concentraciones de ng/L y de difícil remoción [Chavez et al., 2011]. El agua de rechazo utilizada durante el estudio, provino de una planta piloto (11.4 m<sup>3</sup>/d) basada en nanofiltración con membranas instalada en un acuífero superficial en Cerro Colorado en el municipio de Tlahuelilpan en el valle del Mezquital. El sitio de muestreo se encontró en una zona de irrigación situada en los municipios de Tula y Tlahuelilpan denominado "Cerro Colorado" entre latitudes 19º54' y 20º30' Norte y 99º22' y 98º56' Este. La altitud está aproximadamente en 1700 m sobre el nivel del mar.*

*El reactor para la fotodegradación consistió en una celda de cuarzo con volumen de 1 litro. Este consistió en un reactor continuo de tanque agitado en estado estacionario y su variable de operación fue el tiempo de retención hidráulico. Se utilizó una fuente de luz con lámparas de luz ultra violeta de baja presión G15T8 (Figura 1). La celda de cuarzo fue agitada con un agitador magnético situado en el fondo del reactor. En este reactor se hizo pasar el agua de rechazo de la membrana mediante una bomba peristáltica de velocidad variable. Los tiempos de retención hidráulica evaluados fueron de 15, 30, 45, 60 y 90 minutos. En general, los tiempos de reacción en la oxidación avanzada para la remoción de MCO de acuerdo a estudios hechos por Andreozzi et al., 2004, Gonzalez, 2011 y Rosenfeldt y Linden, 2004 es de entre 60 y 70 minutos y las remociones entre 90 y 98%. Por tanto, los tiempos de retención y los porcentajes de remoción son acordes a lo reportado y corresponden a valores de remoción altos con respecto al tiempo de*

*México, Distrito Federal. 15, 16 y 17 de Junio del 2015*



*retención ya que para compuestos como el gemfibrozil y el ibuprofeno la respuesta a la oxidación es inmediata (menos de 20 min).*

## SULFATED TiO<sub>2</sub>-ZrO<sub>2</sub> MEMBRANES AS-SYNTHESIZED BY SOL-GEL METHOD: APPLICATION IN THE OLEFIN OLIGOMERIZATION

M. Torres\*, L. López-Pérez, M. Gutiérrez-Arzaluz, V. Mugica

Universidad Autónoma Metropolitana

[trm@correo.azc.uam.mx](mailto:trm@correo.azc.uam.mx)

*The sulfated binary oxide SO<sub>4</sub>-2/TiO<sub>2</sub>/ZrO<sub>2</sub> (1:1 mol ratio) powder catalyst and membrane precursor were prepared by sol-gel route where zirconium and titanium propoxide are hydrolyses in the presence of a water/propanol mixture. The catalytic membrane was prepared using the slip-casting technique. The samples were dried and calcined for 2 hs at 873 K and characterized by X Ray Diffraction, FT-Raman and Nitrogen physisorption. As a result, X-ray diffraction (XRD) patterns of SO<sub>4</sub>/ZrO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> calcined at 923 K shows that the material has developed the ZrTiO<sub>4</sub> phase [1] and this result is confirm by FT Raman spectrum where the material present bands at around 135, 168,280,338,412,640 and 803 cm<sup>-1</sup> which should be characteristic for the ZrTiO<sub>4</sub> compound [2]. The so-obtained samples calcined at 923 K shows the shape of the isotherm IV with hysteresis loop that is representative of mesoporous materials and has specific BET surface area of 35 m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup>, pore volume 0.033 cm<sup>3</sup> g<sup>-1</sup> and average pore diameter of 35.8 Å. The catalytic activity of these samples was evaluated in the isobutene oligomerization at 373, 383 and 393 K over differential fixed bed reactor (DFBR) and membrane reactor (MR). For DFBR the temperature do not have effect in the conversion of isobutene, this results show that this configuration of reactor presents mass transport limitations while in a MR when the temperature increases the conversion increases, because with this reactor configuration there are not mass transport limitations, working in kinetic regime. The shape selectivity of MR improves the yield to desired C<sub>8</sub>-C<sub>12</sub> products, minimizing the formation of long chains oligomerized products [3-4]. The selectivity towards dimerization in the MR is 11% higher than DFBR.*

**Keywords:** Sulfated binary oxide SO<sub>4</sub>-2/TiO<sub>2</sub>/ZrO<sub>2</sub>, Membrane Reactor, Oligomerization.

### References

- [1] H.K. Mishra, K.M. Parida Appl. Catal. A: Gen. 224 (2002) 179-189.
- [2] B. M. Reddy, P. M. Sreekanth, Y. Yamada, Q. Xu, T. Kobayashi. Appl. Catal. A: Gen. 228 (2002), 269-278.
- [3] E. Piera, C. Téllez, J. Coronas, M. Menéndez, J. Santamaría. Catal. Today 67 (2001) 127-138.
- [4] M. Torres, M. Gutiérrez, V. Mugica, M. Romero, L. López. Catal. Today 166 (2011) 205-208.



## REMOCIÓN DE IONES METÁLICOS EN MEMBRANAS MODIFICADAS A DIFERENTES CONCENTRACIONES

Reyes Valdez Devi\*, García Fábila María Magdalena, Nuñez Pineda Alejandra, Cortés Guzmán Fernando, Gómez Espinosa Rosa María

Facultad De Química, Centro Conjunto de Investigación en Química Sustentable UAEM-UNAM

[devireyes@hotmail.com](mailto:devireyes@hotmail.com)

*En el presente trabajo se evaluó el efecto de la concentración de un biopolímero (almidón) en membrana modificada y su estudio en la remoción de iones metálicos. Se obtuvieron diferentes membranas modificadas dependiendo la concentración del almidón, se encontró que se puede manipular el tamaño del poro teniendo un control de la concentración; además la membrana de polipropileno cambia radicalmente su carácter hidrofóbico, teniendo como producto final un material hidrofílico, esto genera un material con gran afinidad por el agua conteniendo grupos polares que tienen afinidad por iones metálicos ( $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ). La membrana fue caracterizada por FT-IR-ATR, MEB-EDS, % de Hinchamiento y los iones removidos fueron cuantificados por flamometría.*



## EVALUACIÓN DE UNA MEMBRANA ANIÓNICA EN LA REMOCIÓN DE IONES METÁLICOS

Castillo Huitrón Humberto Rafael\*, García Fábila Maria Magdalena, Nuñez Pineda Alejandra, Pavón Romero Sergio Humberto, Gómez Espinosa Rosa Maria.

Facultad de Química, Centro Conjunto de Investigación en Química Sustentable UAEM-UNAM

[humraf\\_95@hotmail.com](mailto:humraf_95@hotmail.com)

*En el presente trabajo se llevó a cabo la remoción de cationes metálicos de manera eficiente utilizando una membrana aniónica. Se realizó la funcionalización de membranas de polipropileno y su posterior formación de la sal, obteniendo un material aniónico. Se llevó a cabo la reacción de polimerización por injerto inducida por radiación UV utilizando con Ácido Acrílico (AAc); posteriormente se llevó a cabo la formación de la sal utilizando NaOH y obtener así el grupo acrilato injertado en la membrana. La membrana aniónica se utilizó como filtro de agua sintética a diferentes concentraciones de los iones  $Ca^{+2}$  y  $Mg^{+2}$ . La caracterización de la membrana se llevó a cabo por FT-IR-ATR, MEB-EDS, % de Hinchamiento. La cuantificación de los iones removidos se realizó utilizando absorción atómica.*



## ESTUDIO BIBLIOGRÁFICO PARA EL DISEÑO DE MEMBRANAS DE QUITOSANO PARA EL TRATAMIENTO NATURAL DE LA MENOPAUSIA

Benítez Díaz Lizbeth, López Rodríguez Arturo, Martínez Díaz Lizbeth, Sauce Guevara Mildred Angélica, Torres Núñez Oscar Uriel, Valdez López Francisco Sebastián, Vilchis Torres Georgina, Guzmán Pantoja Javier, Rangel Porras Rosa Angélica\*

Universidad del Valle de México, Campus Lomas Verdes. Instituto Mexicano del Petróleo

[angelicarangelporras@yahoo.com.mx](mailto:angelicarangelporras@yahoo.com.mx)

*El quitosano es un polisacárido biopolímero amino, tiene una estructura química única como un polication lineal con una densidad de carga alta, hidroxilo reactivos y grupos amino, así como extensa de enlaces de hidrógeno. Exhibe una excelente biocompatibilidad, estabilidad física y capacidad de procesamiento. Durante los últimos 200 años, el estudio y la aplicación de quitosano original de Bracannot, descubrieron nuevos usos para la quitina y el quitosano, al encontrar diferentes formas de la misma en la naturaleza. Las preparaciones de quitosano de varios pesos moleculares, grados de desacetilación y con otros patrones moleculares de derivación, han atraído la atención debido a sus propiedades biológicas potencialmente beneficiosas. El quitosano se ha utilizado como membrana proporcionando una técnica sencilla para su colocación brindándole al operador la certeza de aplicar la dosis necesaria en el sitio de absorción. Estríol es una hormona sexual femenina del grupo de los estrógenos naturales. Es responsable del desarrollo sexual normal en las mujeres y de la regulación del ciclo menstrual.*

*Estríol puede ser empleado en el tratamiento de síntomas y molestias relacionadas con deficiencia estrogénica como en el episodio de la menopausia. En términos de actividad estrogénica natural los estrógenos: estradiol, estrona y estríol tienen un perfil adecuado para terapia hormonal de reemplazo que los estrógenos sintéticos (etinilestradiol y mestranol). La terapia estrogénica es administrada clínicamente o continuamente para un número de condiciones ginecológicas. El uso adecuado, fácil y controlado de terapia hormonal en las mujeres con menopausia representa un menor riesgo asociado a la calidad de vida; sin que ello represente malestares secundarios. Debido a la naturaleza del quitosano y de sus múltiples aplicaciones en el campo biomédico, la evaluación de diferentes membranas de quitosano en presentación de parches de liberación prolongada, representa una alternativa viable para el uso en mujeres en dicha etapa. Las membranas de quitosano integradas con estradiol elaboradas bajo técnicas de evaporación de solventes e inversión de fases serán evaluadas por su capacidad de liberación hormonal y estabilidad.*

Tianhong Dai, Masamitsu Tanaka, Ying-Ying Huang, Michael R Hamblin. Chitosan preparations for wounds and burns: antimicrobial and wound-healing effects. , Expert.

México, Distrito Federal. 15, 16 y 17 de Junio del 2015



Rev. Anti. Infect. Ther. 2011 July; 9(7): 857–879.

Ricki Pollycove, Frederick Naftolin, James A. Simon., The evolutionary origin and significance of Menopause. 2011 March; 18(3): 336–342.

## ELABORACIÓN DE ANDAMIOS TISULARES DE POLI-(ÁCIDO LÁCTICO) CON BIOGLASS 45S5 OBTENIDO POR EL MÉTODO DE FUNDICIÓN DIRECTA EN LA TÉCNICA DE ELECTROSPINNING

David Josué Barrón Díaz\*, Filiberto Rivera Torres, Ricardo Vera Graziano

Instituto de Investigaciones en Materiales, Universidad Nacional Autónoma de México

[davJosunam13@outlook.com](mailto:davJosunam13@outlook.com)

*El electrohilado es una técnica con un amplio desarrollo en las últimas décadas que consiste en aplicar una diferencia de potencial a un sistema (inyector-colector) el cual, "hila" un biopolímero disuelto en un disolvente polar generando andamios compuestos por fibras a escala micro y nanométrica. Estos andamios han ayudado en materia de investigación a proponer posibles soluciones para diferentes problemáticas en el área de los biomateriales. En el campo de aplicaciones biomédicas, ha sido un factor importante al aportar nuevos biomateriales con características biocompatibles, bioabsorbible y biodegradables, que proporcionan la base para la ingeniería de tejidos. El Biovidrio es un material cerámico biocompatible que puede coexistir con los tejidos debido a su bioactividad "in vitro" e "in vivo". La forma en como este biovidrio tiene un impacto en la regeneración de tejido es mediante la formación de capas de hidroxiapatita en el tejido óseo; tras su implantación, simultáneamente al proceso de degradación del material, se produce la formación de este tejido óseo a partir de la formación de capas de hidroxiapatita. La elaboración de andamios para la regeneración de tejidos a partir de biopolímeros sintéticos reforzados con biocerámicas y biovidrios, obtenidos por la técnica de electrohilado, es uno de los sistemas que mejores resultados han proporcionado en la regeneración del tejido óseo y cartílago, lo que ha revolucionado la ingeniería de tejidos. En este trabajo se han propuesto andamios elaborados a partir de Poli-(ácido láctico), PLA. Se ha probado la adsorción de nano y micro partículas de Bioglass 45S5 obtenidas a través de un proceso de fusión y molienda, con la finalidad de incrementar la bioactividad superficial de las nanofibras. Se han determinado sus propiedades físico-químicas y de superficie.*

## DISEÑO DE DIFERENTES TIPOS DE MEMBRANAS DE QUITOSANO COMO ALTERNATIVA PARA LA FABRICACIÓN DE PARCHES DE LIBERACIÓN PROLONGADA EN EL TRATAMIENTO NATURAL DE LA MENOPAUSIA.

Benítez Díaz Lizbeth, López Rodríguez Arturo, Martínez Díaz Lizbeth, Sauce Guevara Mildred Angélica, Torres Núñez Oscar Uriel, Valdez López Francisco Sebastián, Vilchis Torres Georgina, Guzmán Pantoja Javier, Rangel Porras Rosa Angélica

Universidad del Valle de México, Campus Lomas Verdes  
Instituto Mexicano del Petróleo

[angelicarangelporras@yahoo.com.mx](mailto:angelicarangelporras@yahoo.com.mx)

*El quitosano es un polisacárido biopolímero amino, tiene una estructura química única como un polication lineal con una densidad de carga alta, hidroxilo reactivos y grupos amino, así como extensa de enlaces de hidrógeno. Exhibe una excelente biocompatibilidad, estabilidad física y capacidad de procesamiento. Durante los últimos 200 años, el estudio y la aplicación de quitosano original de Bracannot, descubrieron nuevos usos para la quitina y el quitosano, al encontrar diferentes formas de la misma en la naturaleza. Las preparaciones de quitosano de varios pesos moleculares, grados de desacetilación y con otros patrones moleculares de derivación, han atraído la atención debido a sus propiedades biológicas potencialmente beneficiosas. El quitosano se ha utilizado como membrana proporcionando una técnica sencilla para su colocación brindándole al operador la certeza de aplicar la dosis necesaria en el sitio de absorción. Estríol es una hormona sexual femenina del grupo de los estrógenos naturales. Es responsable del desarrollo sexual normal en las mujeres y de la regulación del ciclo menstrual.*

*Estríol puede ser empleado en el tratamiento de síntomas y molestias relacionadas con deficiencia estrogénica como en el episodio de la menopausia. En términos de actividad estrogénica natural los estrógenos: estradiol, estrona y estríol tienen un perfil adecuado para terapia hormonal de reemplazo que los estrógenos sintéticos (etinilestradiol y mestranol). La terapia estrogénica es administrada clínicamente o continuamente para un número de condiciones ginecológicas. El uso adecuado, fácil y controlado de terapia hormonal en las mujeres con menopausia representa un menor riesgo asociado a la calidad de vida; sin que ello represente malestares secundarios. Debido a la naturaleza del quitosano y de sus múltiples aplicaciones en el campo biomédico, la evaluación de diferentes membranas de quitosano en presentación de parches de liberación prolongada, representa una alternativa viable para el uso en mujeres en dicha etapa. Las membranas de quitosano integradas con estradiol elaboradas bajo técnicas de evaporación de solventes e inversión de fases serán evaluadas por su capacidad de liberación hormonal y*



*estabilidad.*

*Tianhong Dai, Masamitsu Tanaka, Ying-Ying Huang, Michael R Hamblin. Chitosan preparations for wounds and burns: antimicrobial and wound-healing effects., Expert. Rev. Anti. Infect. Ther. 2011 July; 9(7): 857–879.*

*Ricki Pollycove, Frederick Naftolin, James A. Simon., The evolutionary origin and significance of Menopause. 2011 March; 18(3): 336–342.*

## MEMBRANAS CUTÍCULAS DE HUEVO DE DIFERENTES ESPECIES DE AVES PARA LA REGENERACIÓN TISULAR GUIADA (RTG) VS UNA MEMBRANA COMERCIAL

Vargas Ulloa L.E<sup>a-b\*</sup>, García Garduño M:V<sup>a</sup>: Oropeza Murillo P<sup>a</sup>, Espinoza Díaz P.A., Maciel Cerda A<sup>c</sup>. Vera Graziano R<sup>c</sup>.

<sup>a</sup>Universidad Nacional Autónoma de México, División de Estudios de Posgrado e Investigación Facultad de Odontología, <sup>b</sup>Universidad del Ejército y Fuerza Aérea, Escuela Militar de Odontología. <sup>c</sup>Universidad Nacional Autónoma de México, Instituto de Investigación en Materiales

[laura\\_ulloa2006@yahoo.com.mx](mailto:laura_ulloa2006@yahoo.com.mx)

*Las membranas de colágena se han producido comercialmente en diferentes países como en la elkejibang producida en China pero no ha sido reportada la utilización de las membranas internas de cascarones de huevo como biomaterial que participa en la Regeneración Tisular guiada (RTG) utilizada en la Ingeniería de tejidos [1]. Es interesante reconocer que han existido aplicaciones empíricas solamente con el cascaron de huevo de gallina pero no se ha utilizado la cutícula de huevo en odontología para estimular la osteoregeneración [2]. Por lo que el objetivo de éste trabajo es comparar las membranas de cascaron de huevo de diferentes especies con una membrana comercial utilizada para futura osteregeneración. Se obtuvieron muestras de membranas de cascarón de aves como gallina, guajolota, pata, paloma y codorniz (12 de cada especie), las cuales se caracterizaron morfológicamente con un MEB, JEOL 5200 con un voltaje de aceleración de 20 kV. La caracterización elemental química de los cascarones de huevo se realizaron con un EDS marca EDAX; los grupos funcionales fueron estudiados mediante Espectroscopía Infrarroja (Bruker Vector 33) y espectroscopía Raman (Bruker Senterra). De acuerdo con los resultados podemos mencionar que todas las membranas presentan una morfología de fibras multilaminar con porosidad heterogénea dependiendo de la especie de ave. Estas membranas presentan una morfología similar a las osteoregeneradoras comerciales de colágena que se utilizan en odontología para la regeneración tisular guiada, sin embargo las membranas una vez colocadas se reabsorben antes de completar la regeneración ósea; por lo cual, será necesario realizar más investigaciones de las membranas de huevo tanto en la biocompatibilidad como logrando el tiempo adecuado postimplante para que se lleve a cabo la osteoregeneración.*

### Referencias:

- [1] L Dupoirieux, et. al., Ppowdered eggshell: a pilot study on a new bone substitute for use in maxillofacial surgery, J. Craniomaaxillofac Surg, 23, (1195) 187-194.
- [2] R Curiel, "Uso de cascarón de huevo en la síntesis de hidroxiapatita", Tesis UNAM,



Facultad de Química, 1998.  
[3] Las autoras agradecen el soporte técnico a: Jaqueline Cañetas y Diego Quiterio.

## MEMBRANAS DE COLÁGENA-EDC COMO TRATAMIENTO POTENCIAL PARA LESIONES DÉRMICAS: PRUEBAS BIOLÓGICAS

Del Prado Audelo M.L.<sup>a\*</sup>, Rodríguez Fuentes N.<sup>a</sup>, Piña Barba M.C.<sup>a</sup>, Castell Rodríguez A.E.<sup>b</sup>

<sup>a</sup>Instituto de Investigaciones en Materiales, UNAM. Av. Universidad 3000, Del. Coyoacán, C.P. 04510, México D.F.

<sup>b</sup>Facultad de Medicina, UNAM. Av Universidad 3000, Del. Coyoacán, C.P. 04510, México D.F.

[malusin@hotmail.com](mailto:malusin@hotmail.com)

*Las lesiones dérmicas que comprometen gran parte de piel, representan un problema de salud importante a nivel nacional, debido, principalmente, a la escases de sustitutos dérmicos.*

*En este sentido, la colágena tipo I, una proteína de matriz extracelular presente en el tejido conectivo, es ampliamente utilizada como biomaterial puesto que presenta una baja antigenicidad y es altamente biocompatible.*

*Sin embargo, el potencial biomédico que representa esta biomolécula es limitado, debido a sus características fisicoquímicas, dado que posee bajas propiedades mecánicas en medio acuoso y a elevadas temperaturas, así como una susceptibilidad a la degradación enzimática in vivo. Debido a esto se han buscado métodos para mejorar estas propiedades; uno de ellos es el entrecruzamiento (crosslinking) en el cual las proteínas se unen formando nuevos enlaces covalentes estableciendo una especie de red que vuelve más estable al material. Las carbodiimidas son agentes entrecruzantes de longitud cero, es decir, que no formen parte del producto final. Los agentes más representativos son el 1-ciclohexil-3-(2-morfolinil-a-etil)carbodiimida (CMC) y 1-etil-3-(3-dimetilaminopropil)carbodiimida (EDC).*

*Este estudio tiene como objetivo evaluar la biocompatibilidad de membranas de colágena tipo I de origen bovino entrecruzadas con 1-etil-3-(3-dimetilaminopropil)carbodiimida (EDC) para el desarrollo de un sustituto cutáneo. Fibroblastos humanos fueron sembrados sobre las membranas entrecruzadas, previamente caracterizadas fisicoquímicamente, para ser sometidas a ensayos de viabilidad y proliferación mediante la utilización de alamar blue. También fue evaluada la adhesión celular de los fibroblastos a diferentes tiempos mediante inmunofluorescencia contra cinasas de adhesión focal (FAK).*

### AGRADECIMIENTOS

Al proyecto DGAPA UNAM IT 104011 y al proyecto CONACyT 214128.

### REFERENCIAS

- Madison A. S., Carnali O. J. pH optimization of amidation via carbodiimides. Ind.



- Eng. Chem. Res. 52(2013)13547–13555.
- Bouke K. H. L. Boekema, Marcel Vlig, Leon Olde Damink, Esther Middelkoop, Lizette Eummelen, Anne V. Bu'hren, Magda M. W. Ulrich. Effect of pore size and cross-linking of a novel collagen-elastin dermal substitute on wound healing. *J Mater Sci: Mater Med* 25 (2014)423–433.
  - Usha r., Sreeram K.J, Rajaram A. Stabilization of collagen with EDC/NHS in the presence of L-lysine: A comprehensive study. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces* 90 (2012) 83– 90.

## ANDAMIOS ELECTROHILADOS DE QUITOSANO Y FIBROINA DE GUSANO DE SEDA BOMBYX MORI

Yesica Carolina Cárdenas <sup>a</sup>; Ricardo Vera Graziano\* <sup>b</sup>; Efrén de Jesús Muñoz Prieto <sup>a</sup>  
Alfredo Maciel Cerda <sup>b</sup>

<sup>a</sup> Desarrollo y Aplicación de Nuevos Materiales, Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia, Avenida Central del Norte 39-115, Sede Central, Tunja, Boyacá, Colombia, 150002

<sup>b</sup> Instituto de Investigaciones en Materiales, Universidad Nacional Autónoma de México, Circuito Exterior, Ciudad Universitaria, Coyoacán, México, Distrito Federal, 04510

[graziano@unam.mx](mailto:graziano@unam.mx)

*Se estudió el proceso de electrohilado y características de andamios electrohilados de quitosano (QS) y fibroína extraída de fibras de Bombyx mori (FGS). El QS es un polímero de origen natural biocompatible, biodegradable, con actividad antimicrobiana y propiedad de cicatrización de heridas. La FGS es una proteína fibrosa, utilizada en diversas aplicaciones biomédicas. Su combinación puede ser útil en ingeniería de tejidos y la liberación controlada de fármacos. Se presentan los avances logrados en la preparación de los andamios, incluyendo los solventes y condiciones adecuadas para lograr disoluciones homogéneas de FGS y mezcla QS/FGS electrohilables. Se discuten los parámetros de electrohilado para obtener andamios de FGS y QS/FGS. Se muestra el estudio de caracterización fisicoquímica de los andamios con el apoyo de técnicas de microscopía óptica y electrónica, espectroscopía infrarroja y análisis térmico diferencial. Se obtuvieron andamios homogéneos de nanofibras a base de quitosano (QS)/ fibroína del gusano de seda (Bombyx mori) (FGS) con diámetro entre 24 y 136 nm con base en disoluciones de QS/FGS en ácido trifluoroacético en diferentes proporciones.*

## PREPARACIÓN DE ANDAMIOS DE PVA UTILIZANDO LA TÉCNICA DE ELECTROHILADO

Ana Gabriela Montiel Martínez\*, Nancy Vargas Becerril, Marco Antonio Álvarez Pérez.

Laboratorio de Bioingeniería de Tejidos, DEPeI, Facultad de Odontología, UNAM.  
Posgrado en Ciencias Biológicas, Facultad de Ciencias, UNAM.

[agaby.m.m@gmail.com](mailto:agaby.m.m@gmail.com)

*La bioingeniería de tejidos es un área multidisciplinaria, donde el desarrollo de la biología celular y molecular junto con la ciencia de materiales, las nanociencias, ingenierías y la biomedicina ha logrado estrategias enfocadas en entender los mecanismos básicos de la regeneración de los tejidos u órganos que han sido afectados por un trauma o enfermedad.*

*Una nueva tendencia en el campo de la medicina regenerativa es el diseño de nuevos materiales que imiten la matriz extracelular nativa de los tejidos. Para ello; se proponen a los andamios fibrilares en escalas micro- y nano- métricas como materiales ideales debido a que las dimensiones que se logran alcanzar son similares a los componentes de la matriz extracelular biomimetizando la estructura fibrilar.*

*Para el diseño de andamios fibrilares una técnica que está tomando un gran auge en la regeneración tisular es el electrohilado. Esta técnica ofrece un gran potencial para la fabricación de andamios poliméricos con una estructura que presenta una alta porosidad que permite el transporte de nutrientes y fomenta la formación de nuevos tejidos en dos y tres dimensiones.*

*El poli (alcohol vinílico) es un polímero biocompatible, con propiedades bastante ajustadas al tejido humano, específicamente, las propiedades fisicoquímicas, la hidrofiliidad lo hacen un buen candidato para poder ser utilizado en la regeneración de tisular.*

*Para esta propuesta de investigación se pretenden obtener andamios fibrilares de PVA a través de la utilización de la técnica de electrohilado.*

*La metodología para el diseño y síntesis de los andamios de PVA fue por electrohilar una solución de 6% de PVA disuelto en 60% de etanol y 40% agua (v/v); utilizando las siguientes condiciones de 40kV de voltaje, 10 cm de distancia entre la punta y el colector, un flujo de 0.4 mL/h, con un diámetro de aguja de 0.3mm. Los análisis de las membranas electrohiladas se llevó a cabo por observaciones de la morfología de las fibras por microscopía óptica, MEB, AFM, Rayos X e FITR.*



*Nuestros resultados indican que se ha logrado hilar membranas de PVA con las condiciones de trabajo. Los andamios presentan características fibrilares con diámetros que van de 50 hasta 500 nm. Este método de hilado promete ser una alternativa viable y atractiva en la formación de biomateriales a base de nanofibras 3D para aplicaciones en la ingeniería de tejidos.*

## MODIFICACIÓN SUPERFICIAL DE MEMBRANAS DE SILICONA INJERTADAS CON UN MONÓMERO SENSIBLE

Ricardo A. Valencia-Mora\*, Emilio Bucio

Departamento de Química de Radiaciones y Radioquímica, Instituto de Ciencias Nucleares,  
Universidad Nacional Autónoma de México

[q.valencia@gmail.com](mailto:q.valencia@gmail.com)

*Se sintetizó el copolímero de injertos de N-vinilcaprolactama (NVCL) sobre películas de silicona (SR) por el método de irradiación directa, empleando como disolvente el tolueno; con el objetivo de obtener una membrana termo-sensible. La SR se irradió en un intervalo de dosis entre 5 y 80 kGy, encontrando injertos de 4 a 55 % respectivamente, la intensidad de radiación fue de 7.1 kGy/h; además se estudió la síntesis del copolímero en función de la concentración de monómero. Las membranas obtenidas se caracterizaron mediante las técnicas de FT-IR, DSC, TGA, hinchamiento y ángulo de contacto. Se realizó el estudio de hinchamiento en agua en función de la temperatura, para encontrar la temperatura de respuesta, además de realizó el DSC de la membrana hinchada en agua a 1 °C/min con la finalidad de observar la temperatura de respuesta.*

**Agradecimientos:** a la Dirección General de Asuntos del Personal Académico DGAPA-UNAM IN200714 y al proyecto CONACYT-CNPq 174378 (México), MICINN (SAF2011-22771) y FEDER (España) por el apoyo brindado para la elaboración de este proyecto. Al M. en C. Benjamín Leal y Sr. Martín Cruz del ICN-UNAM por el apoyo técnico.

## SYNTHESIS OF NEW CROSSLINKED POLYNORBORNENE DICARBOXIMIDE BEARING TRIFLUOROMETHYL MOIETIES

Ivette Aranda-Suárez\*, Arlette A. Santiago, Salomón Vásquez-García, Jorge A. Cruz-Morales, Mikhail A. Tlenkopatchev, Joel Vargas

Facultad de Ingeniería Química, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Morelia, Michoacán, C.P. 58060, México. Instituto de Investigaciones en Materiales, Universidad Nacional Autónoma de México, Apartado Postal 70-360, CU, Coyoacán, México DF 04510, México. Instituto de Investigaciones en Materiales, Unidad Morelia, Universidad Nacional Autónoma de México, Antigua Carretera a Pátzcuaro No. 8701, Col. Ex Hacienda de San José de la Huerta, C.P. 58190, Morelia, Michoacán, México.

[piolin\\_ettevi@hotmail.com](mailto:piolin_ettevi@hotmail.com)

*In the last two decades, the use of engineering polymer membranes for gas separation has received a widespread attention. Currently, commercially available polymers for this purpose are glassy polymers, such as polysulfones, cellulose acetates and polyimides which offer high common solvent solubility, have good thermal and mechanical properties as well as excellent intrinsic CO<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub> separation properties. Despite these attractive features, polymeric membrane performance is limited and challenged by plasticization. To enhance plasticization resistance, thermally and chemically crosslinked polymeric membranes have been developed for the separation of the more condensable gases.*

*In this sense, chemically crosslinked polynorbornene dicarboximides could be explored as an alternative cross-linking approach to improved plasticization resistance. Therefore, in this study we report the synthesis of a novel monomer based on the 5-(trifluoromethyl)-1,3-phenyldiamine and norbornene-5,6-dicarboxylic anhydride (1:2) and its further ring-opening metathesis polymerization (ROMP) using a Ru-alkylidene catalyst and cis-1,4-diacetoxy-2-butene as chain transfer agent to yield a crosslinked polymer which can be used as precursor for gas separation membranes. This material was characterized by FT-IR, <sup>1</sup>H, <sup>13</sup>C and <sup>19</sup>F NMR, TGA and DSC measurements. It is expected that because of the reduced segmental mobility of polymer chains, the polymer membrane obtained from the cross-linkable material may show a good balance of selectivity and permeability as well as enhanced transport plasticization resistance to carbon dioxide and condensable gases such as methane, ethylene and propylene, among others.*

**Keywords:** ROMP; Polynorbornene dicarboximide; Crosslinked polymer; Gas Permeability

## DESARROLLO DE MEMBRANAS CATALÍTICAS PARA LA OXIDACIÓN DE FENOL

J.A. Esquivel, M. Gutiérrez-Arzaluz\*, V. Mugica-Alvarez, M. Torres-Rodríguez

Universidad Autónoma Metropolitana, unidad Azcapotzalco

[gam@correo.azc.uam.mx](mailto:gam@correo.azc.uam.mx)

*En México, la proporción de agua residual que recibe tratamiento es de alrededor del 35%; sin embargo, gran cantidad de agua contaminada aún se deposita en ríos, lagos o lagunas y zonas costeras, sin ningún tratamiento previo. De acuerdo con Conagua, en 2006, los principales procesos utilizados en las plantas para potabilizar el agua para uso y consumo humano, eliminan sólidos suspendidos y sólidos disueltos; ellos son: clarificación convencional, clarificación de patente, osmosis inversa, filtración directa, ablandamiento y remoción de fierro y manganeso [1]. Dentro de los contaminantes de las aguas residuales, el fenol (también llamado ácido carbólico ó ácido fénico) es uno de los contaminantes orgánicos más comunes y tóxicos del agua, porque incluso a bajas concentraciones es muy dañino y reacio a su degradación. Sin embargo, debido a su efecto bactericida, no es posible su tratamiento a altas concentraciones utilizando los métodos convencionales (biológicos) [2], además de que la máxima concentración bio- tratable de fenol ha sido reportada en el rango de 50-200 mg/dm<sup>3</sup>, y en la práctica normalmente se exceden estos límites, aunado a las desventajas de ser un proceso muy lento y con la necesidad de instalaciones muy grandes, produciendo residuos que tienen que ser incinerados, o llevados a rellenos, lo cual incrementa los costos[3]. Por lo que es recomendable como pre tratamiento la oxidación catalítica vía húmeda (CWO), con lo que se consigue la mineralización de los compuestos orgánicos, obteniendo como productos principales CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O e iones inorgánicos [4], que además busca suavizar las condiciones de operación usando catalizadores homogéneos o heterogéneos, los cuales permiten operar el proceso bajo condiciones menos severas, sin embargo ambos catalizadores requieren la tecnología de recuperación del catalizador, y están limitados por la transferencia de masa del reactante gaseoso [5]. Es por ello que el uso de membranas catalíticas surge como una opción viable, ya que los Reactores de Membrana Catalítica (CMR) son estructuras de reactores que combinan en una unidad individual una membrana que controla la transferencia de masa y un catalizador que provee la actividad química. La integración de dos unidades de operación ofrece ventajas no solo en términos de simplificación del sistema y menores costos, además de un incremento del rendimiento y la intensificación en la selectividad.*

*En este trabajo se presenta la preparación de membranas catalíticas a base de óxidos mixtos de Ce-Co depositados mediante el método de precipitación, así como la*

*caracterización de las membranas catalíticas, por Difracción de rayos X (XRD), Microscopía electrónica de barrido (SEM) y pruebas de permeación de gases. Estas membranas se han empleado en la eliminación de fenol de efluentes acuosos utilizando la reacción CWO usando un tratamiento previo con ozono, dicha eliminación se ha monitoreado mediante el uso de cromatografía de gases (GC). Se ha aprovechado el poder oxidante del ozono y la configuración del reactor de membranas tipo contactor, que facilita la distribución del agente oxidante para conseguir la mineralización total del fenol a bajas temperaturas.*

### Referencias

- [1] Estadísticas INEGI 22 de Marzo de 2009  
<http://www.inegi.org.mx/inegi/default.aspx?s=inegi&c=2686&pred=1>
- [2] P. Massa , F. Ivorra, P. Haure, F. M. Cabello, R. Fenoglio, Catalytic wet air oxidation of phenol aqueous solutions by 1% Ru/CeO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> catalysts prepared by different methods, Catal. Commun. (2007) 424-428.
- [3] A. Cybulski , J. Trawczynski, Catalytic wet air oxidation of phenol over platinum and ruthenium catalysts, Appl. Catal: B 47 (2004) 1-13.
- [4] H. Chen, Y.L. Kuo, C. S. Chiou, S.W. You, C. M. Ma, C. T. Chang, Mineralization of reactive Black 5 in aqueous solution by ozone/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> in the presence of a magnetic catalyst, J. of Hazard. Mat. 174 (2010) 795-800.
- [5] E. E. Iojoiu, S. Miachon, E. Landrison, J. C. Walmsley ,H. Ræder, J.A. Dalmon, Wet air oxidation in a catalytic membrane reactor: Model and Industrial wastewaters in single tubes and multichannel contactors, Appl. Catal. B 69 (2007) 196-206



## SÍNTESIS DE FIBRAS DE PLA POR LA TÉCNICA DE HILADO POR PROPULSIÓN A GAS

Osmar Alejandro Chanes\*, L.G. Hernández Tapia, E.A Albanes Ojeda, N. Vargas Becerril, M. García Hipólito, O. Alvarez Fregoso, MA. Alavrez Perez

UNAM

[osale\\_89@hotmail.com](mailto:osale_89@hotmail.com)

*En el campo de ingeniería de tejidos, se diseñan andamios que proporcionen soporte estructural, para que las células puedan adherirse, proliferar, y diferenciarse hacia un tejido específico. Actualmente la producción de andamios hilados se logra a menudo a través de procesos de múltiples pasos, tales como electrostático, por fusión o húmedo, etc. Una variante de la hilatura para la fabricación de andamios es la basada en propulsión a gas (AJS), la cual presenta un enfoque innovador, dado que facilitaría la producción de andamios para la investigación biomédica. Su fundamento básicamente depende de la velocidad y presión que ejerce un gas sobre una solución polimérica. Sin embargo aún está por controlarse sus parámetros como la distancia de depósito, el tipo de solvente y su volatilidad, el diámetro de la punta la cual dicta el rango de la fibra sintetizada que va desde micrómetros hasta rangos sub-micrométricos. El ácido poliláctico (PLA) es un polímero absorbible de la familia de los poliésteres alifáticos, el cual es biocompatible, biodegradable, atóxico y que puede emplearse como andamio en ingeniería de tejidos para la regeneración de tejido óseo. El objetivo de este trabajo es determinar los parámetros óptimos de síntesis de una solución de PLA utilizando la técnica de AJS con el fin de estudiar y caracterizar su importancia en relación a la calidad y estructura físicoquímica; de morfología, diámetro de las fibras; para la fabricación de membranas hiladas.*



## PREPARACIÓN, CARACTERIZACIÓN Y PROPIEDADES DE PERMEACIÓN DE MEMBRANAS HÍBRIDAS DE POLISULFONA-ZEOLITA CLINOPTILOLITA

Griselda Castruita de León\*, H. Iván Meléndez Ortiz, Sandra P. García Rodríguez, Nidia C. Fuentes López, Ángel de J. Montes Luna, Bertha A. Puente Urbina

Centro de Investigación en Química Aplicada.  
Blvd. Enrique Reyna 140 Col. San José de los Cerritos. Saltillo, Coahuila. C.P. 25294

[griselda.castruita@ciqa.edu.mx](mailto:griselda.castruita@ciqa.edu.mx)

*La zeolita clinoptilolita natural y modificada químicamente por intercambio catiónico a partir de una solución acuosa de cloruro de calcio fue incorporada a una matriz polimérica de polisulfona para preparar membranas híbridas con potencial aplicación en separación de gases. Las membranas híbridas fueron elaboradas mediante el método de casting variándose el contenido de zeolita y fueron caracterizadas por microscopía electrónica de barrido (SEM). El comportamiento térmico de las membranas fue analizado por calorimetría diferencial de barrido (DSC) y análisis termogravimétrico (TGA). La capacidad de separación de gases de las membranas híbridas fue ensayada para una mezcla de gases que contiene CO<sub>2</sub> y CH<sub>4</sub>. El efecto de la adición de la zeolita y la modificación química sobre las propiedades de transporte de los gases fue estudiado. Los resultados de permeabilidad indicaron que la capacidad de separación del CO<sub>2</sub> del CH<sub>4</sub> se vio favorecida con la adición de la zeolita al sistema polimérico.*



## PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE MEMBRANAS HÍBRIDAS A BASE DE POLI (ETER-B-AMIDA)

H. Iván Meléndez-Ortiz\*, Griselda Castruita-de Leon, J. Alfonso Mercado-Silva, Yibrán Perera-Mercado, Sandra García, Bertha Puente, L. Alfonso García-Cerda

Centro de Investigación en Química Aplicada (CIQA); Blvd. Enrique Reyna Hermosillo #140, C.P. 25294; Saltillo, Coahuila, México.

[hector.melendez@ciqa.edu.mx](mailto:hector.melendez@ciqa.edu.mx)

*Este trabajo describe la preparación de membranas híbridas a base de poli(eter-b-amida) (PEBA) y sílice mesoporosa MCM-48 modificada con 3-aminopropiltrimetoxisilano. Las membranas fueron preparadas mediante casting a diferente concentración del material inorgánico. Los materiales obtenidos fueron caracterizados mediante estudios de espectroscopia de infrarrojo (FT-IR) análisis termogravimétrico (TGA), calorimetría diferencial de barrido (DSC) y microscopia electrónica de barrido (SEM). Además, se reporta el estudio de permeación para gases tales como el metano (CH<sub>4</sub>), dióxido de carbon (CO<sub>2</sub>) y nitrógeno (N<sub>2</sub>).*



## **SÍNTESIS POR ELECTROSPINNING, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DE MEMBRANAS POLIMÉRICAS A BASE DE POLISULFONA Y OXIDO DE GRAFENO PARA PURIFICACIÓN DE AGUA.**

Yareni Aguilar Costumbre<sup>a\*</sup>, Dra. Juliette Alexandra Lambert<sup>b</sup>, Dr. Vladimir Escobar Barrios<sup>a</sup>, Dr. Miguel Ángel Meléndez Lira<sup>c</sup>.

<sup>a</sup>IPICYT, Camino a la Presa de San José 2005, Lomas 4 sección, San Luís Potosí, SLP 78216.

<sup>b</sup>CIATEC, A.C., Calle Omega 201, Fracc. Industrial Delta, León, Gto 37545.

<sup>c</sup> CINVESTAV-IPN, Av. Instituto Politécnico Nacional 2508, Col. San Pedro Zacatenco, Delegación Gustavo A. Madero, Ciudad de México, D.F. 07360.

[vladimir.escobar@ipicyt.edu.mx](mailto:vladimir.escobar@ipicyt.edu.mx)

*Este trabajo presenta la síntesis, caracterización y evaluación de membranas de nanofibras de polisulfona y óxido de grafeno (PS-OG) obtenidas por electrospinning para la purificación de soluciones acuosas. En electrospinning, se exploran los parámetros característicos del método como el flujo, la distancia colector-aguja, la velocidad de rotación del colector y el voltaje, con el objetivo de evaluar la morfología de las fibras obtenidas y la porosidad de la membrana mediante su caracterización físico-química, así como la evaluación de su desempeño en procesos de filtración.*



## FABRICACIÓN DE MEMBRANAS CERÁMICAS POROSAS UTILIZANDO ALGINATO COMO AGLUTIN

Víctor Manuel Arellano Badillo\*, José de Jesús Coronel Hernández, José Santos Cruz

Materiales, Facultad de Química, Universidad Autónoma de Querétaro.

[vmabadillo@gmail.com](mailto:vmabadillo@gmail.com)

*En este trabajo se obtuvieron membranas cerámicas mixtas de alúmina sinterizada, consistentes en una base macroporosa obtenida mediante el método de réplica en esponjas de poliuretano, la cual hace la función de soporte y una cubierta microporosa hasta con un 73% de porosidad aplicada por el método de tape casting, se estudió el efecto de la proporción de aglutinante (alginato) sobre la porosidad. Para su caracterización se utilizó la técnica de microscopía electrónica de barrido (SEM) con la finalidad de observar su morfología.*

## MODELAMIENTO Y SIMULACIÓN TRIDIMENSIONAL DE MÓDULOS DE MEMBRANA EN ESPIRAL CON ESPACIADORES MULTICAPA

Luis Mario González Rodríguez <sup>(a,b)\*</sup>, Fernando Tiscareño Lechuga <sup>(a)</sup>

<sup>a</sup> Departamento de Ingeniería, Instituto Tecnológico de Celaya, Av. Tecnológico y Antonio  
García Cubas s/n, Celaya, Guanajuato, 38010, MÉXICO

<sup>b</sup> Unidad Profesional Interdisciplinaria Campus Zacatecas, Instituto Politécnico Nacional, Blvd.  
del Bote S/N Cerro del Gato Ejido La Escondida, Col. Ciudad Administrativa, Zacatecas,  
Zacatecas, 98160, MÉXICO.

[lmgr49@gmail.com](mailto:lmgr49@gmail.com)

*En este trabajo se estudian configuraciones de espaciadores de tres capas para canales de alimentación de módulos de membrana en espiral mediante un modelo tridimensional. Los resultados de las simulaciones indican que las complejas estructuras de flujo generadas por la presencia de los espaciadores favorecen la transferencia de masa en las cercanías de las hojas de membrana. Al hacer un comparativo contra configuraciones convencionales de dos capas, se encontró que arreglos de tres capas con grados de inmersión de los espaciadores circulares de 0.5, 0.6 y 0.7 presentan coeficientes de transferencia de masa promedio superiores, lo que sugiere una factible implementación de este tipo de configuraciones en módulos de membrana a escala real.*

## MODIFICACIÓN DE Na-MORDENITA PARA LA PREPARACIÓN DE MEMBRANAS POLIMÉRICAS

Ariane Sainz-Vidal <sup>(a)</sup>, Jorge A. Cruz Morales <sup>(b)</sup>, Joelis Rodríguez-Hernández <sup>(b)</sup>,  
Alfredo Maciel Cerda <sup>(b)</sup>, Mikhail Tlenkopachev <sup>(b)</sup>

<sup>(a)</sup> Centro de Investigación en Ciencia Aplicada y Tecnología Avanzada del I.P.N., Legaria 694,  
Colonia Irrigación, 11500 México D. F.

<sup>(b)</sup> Instituto de Investigaciones en Materiales, Universidad Nacional Autónoma de México,  
04510 México, D. F.

[ayisainz@yahoo.com.mx](mailto:ayisainz@yahoo.com.mx)

*La preparación de membranas de zeolita es prometedora para el desarrollo de tecnología de membranas en las áreas de la separación de sustancias y catálisis. Una de las dificultades más importantes en la elaboración de membranas compositas zeolita/polímero es la adhesión entre la fase del polímero y la superficie externa de la zeolita. Para contrarrestar este problema, se modificó la Na-mordenita por medio del intercambio iónico con una amina de 18 carbonos (octodecil amina) previamente protonada. Se utilizó una relación de 20% de octodecil amina (ODA) en relación al peso de la Na-mordenita y una relación de 1:1 entre el ácido clorhídrico y la ODA para la protonación. El material resultante fue caracterizado por DRX, IR, ATG, RMN y microscopía electrónica de barrido. Los resultados evidencian cambios en la estructura de la mordenita de acuerdo a lo esperado. En los patrones de difracción se advierte la conservación de la cristalinidad de la muestra. Además se observan dos nuevas reflexiones a bajo ángulo, el corrimiento de algunos máximos hacia la izquierda y otros hacia la derecha, así como el cambio en las intensidades de los máximos. Esto sugiere un aumento en el tamaño de la celda unidad, así como la posible inclusión de material orgánico de gran tamaño en la misma. En el espectro IR se observa una disminución drástica de la cantidad de agua presente en la muestra lo que sugiere un cambio en su polaridad. Estos resultados concuerdan con los del ATG donde se advierte una reducción mayor al 60% del agua presente en la mordenita modificada en relación a la mordenita de partida, así como la presencia de ODA tanto en la superficie externa como en las cavidades porosas de la zeolita.*



## ION TRANSPORT THROUGH BIOMIMETIC NANOCHANNEL MEMBRANES

Joel R. Fried

Professor and Chair  
Department of Chemical Engineering  
University of Louisville

### ABSTRACT

It has been shown experimentally that ions such as the chloride anion and the sodium cation can be selectively moved across lipid bilayers using synthetic nanochannels synthesized from functionalized pentapeptides (i.e., synthetic anion channels or SATs) or from derivatized crown ether structures (i.e., hydraphiles), respectively. These synthetic nanochannels have been studied both *in vitro* and *in vivo*. Potential applications include the treatment of cystic fibrosis (SATs), enhancing the efficacy of traditional antibiotics in the treatment of bacterial infection (hydraphiles), and use in the development of antibacterial polymers (hydraphiles). Over the past few years, we have studied ion transport in these assembled nano-channels across lipid bilayers using high-performance computer simulations. Results of these studies are presented and the potential of utilizing robust biomimetic membranes assembled from triblock copolymers in place of more labile lipid bilayers are discussed. In particular, amphiphilic ABA triblocks formed from hydrophilic poly(2-alkyl-2-oxazolines) as the end (A) blocks and polydimethylsiloxane (B) as the central hydrophobic (B) block have been shown by Meier, Montemagno, and others to reconstitute a large number of biological channels including gramicidin and aquaporin. Applications for such biomimetic membranes include sensors, nanoreactors, water treatment, gene therapy, and biomedicine. The long-term goal of our research group is the development of robust, totally biomimetic membranes employing synthetic nanochannels and polymeric bilayer membranes with high potential in engineering and medical applications through the use of both simulation and experiment.

### I. SYNTHETIC ION CHANNELS

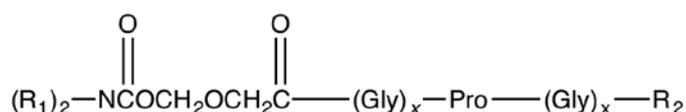
A number of research groups have developed synthetic molecules that can assemble in a lipid bilayer membrane and effectively transport anions or cations across the membrane. Much of this work can be attributed to George Gokel at the University of Missouri (St. Louis)<sup>1</sup>. The focus of his group has been a synthetic chloride channel<sup>2</sup> called a SCMTR<sup>3</sup> and a synthetic sodium transporter termed a hydraphile<sup>3</sup>.

---

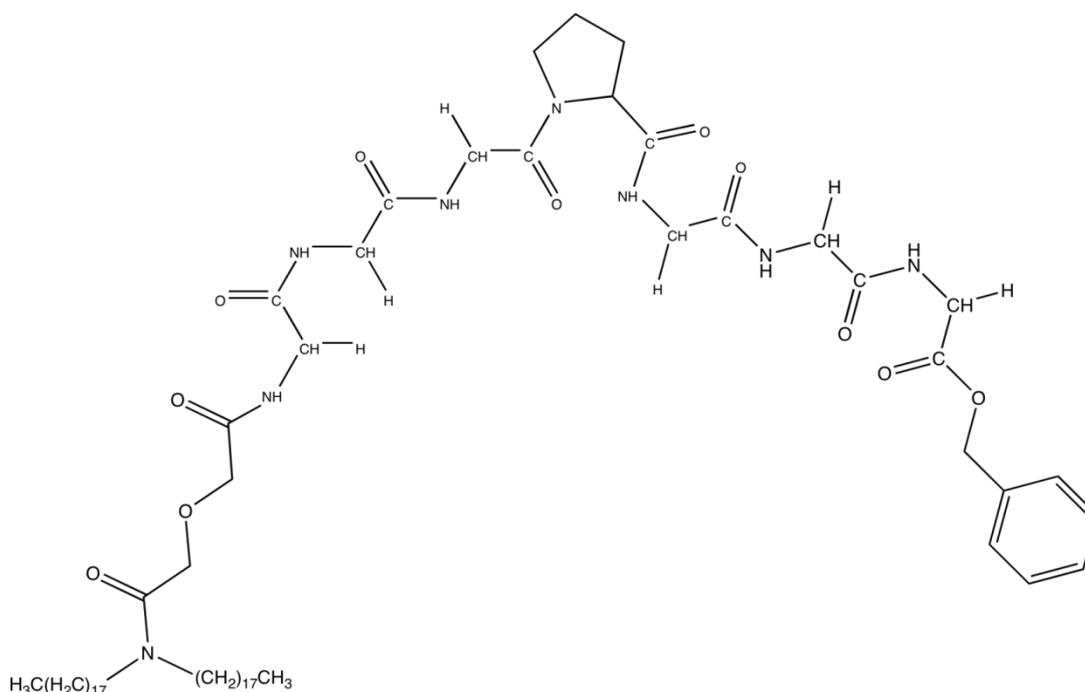
<sup>3</sup> Synthetic Chloride Membrane Transporter

México, Distrito Federal. 15, 16 y 17 de Junio del 2015

**The Chloride Channel.** The SCMTR consists of a heptapeptide containing a GGGPGGG sequence<sup>4</sup> where P represents the amino acid residue proline and G represents glycine as illustrated in Fig. 1. At the N-terminus, R<sub>1</sub> is C<sub>18</sub>H<sub>37</sub> (octadecyl) and R<sub>2</sub> is the phenyl group<sup>5</sup> (OCH<sub>2</sub>Ph). As illustrated in Fig. 2, proline's ring structure provides a bend in the chain that gives it's scimitar<sup>6</sup> shape. This bend facilitates hydrogen bonding between hydrogen atoms of the glycine residue and a chloride anion as also occurs in the biological CIC channel<sup>4</sup>. Gokel's group has shown that the SCMTR can assemble in both a liposome or in a planer lipid bilayer membrane and functions as a chloride channel with a 10:1 selectivity for Cl<sup>-</sup> over K<sup>+</sup> and an effective pore diameter of approximately 7-10 Å. As shown in Fig. 3, the SCMTR is significant smaller that its biological canterpart.



**Figure 1.** Chemical composition of the SCMTR. The group designation R<sub>1</sub> is a C<sub>18</sub> linear alkane (C<sub>18</sub>H<sub>35</sub>) and R<sub>2</sub> is another hydrocarbon group such as a phenyl (OCH<sub>2</sub>Ph) or heptyl group.



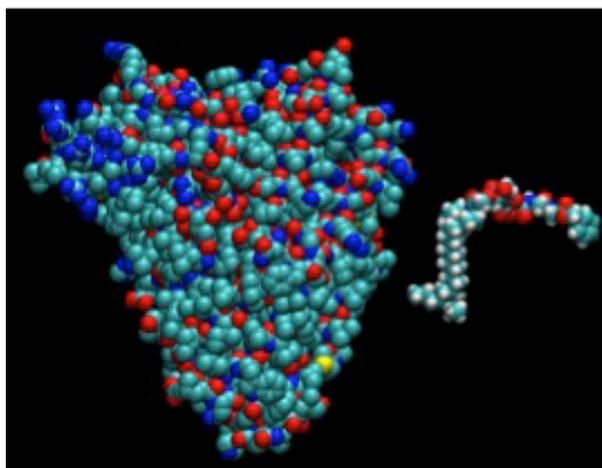
**Figure 2.** Two-dimensional structure of the SCMTR.

<sup>4</sup> The sequence was selected to represent the conserved amino acid sequence in the CIC family of biological chloride channels.

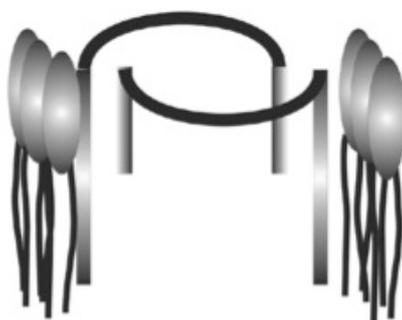
<sup>5</sup> It was subsequently shown that the corresponding SAT having a heptyl group (C<sub>7</sub>H<sub>15</sub>) performs slightly better.

<sup>6</sup> A *scimitar* is a curved, single-edged sword of oriental origin.

From his experimental studies, Gokel proposed that two SCMTR molecules form a dimer structure with the heptapeptide group sitting in the mid-polar region of one leaflet of the bilayer with the long C18 tails penetrating the hydrophobic region of the leaflet as illustrated in Fig. 4. This means that SCMTR functions from only one of the leaflets rather than producing a channel that extends through the entire bilayer structure. This differs from other biological channels such as gramicidin where a dimer extends the full depth of the bilayer<sup>5</sup>.



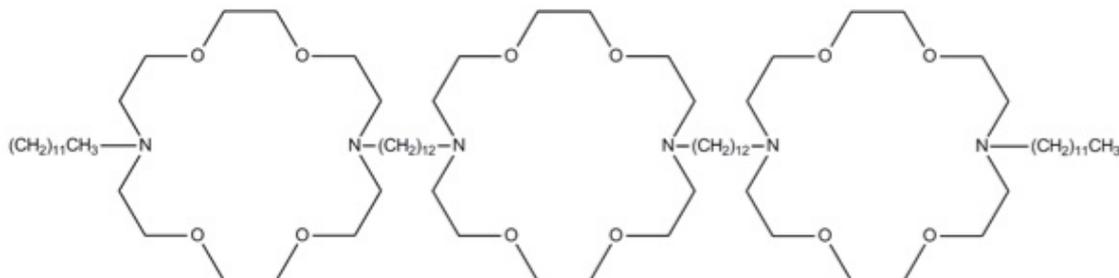
**Figure 3.** Comparison of Space-Filling (CPK) models of the SCMTR and the biological CIC chloride channel (PDB: 1KPK). Left CIC; right, SCMTR.



**Figure 4.** Cartoon representation of Gokel's model for dimer sitting in a lipid.

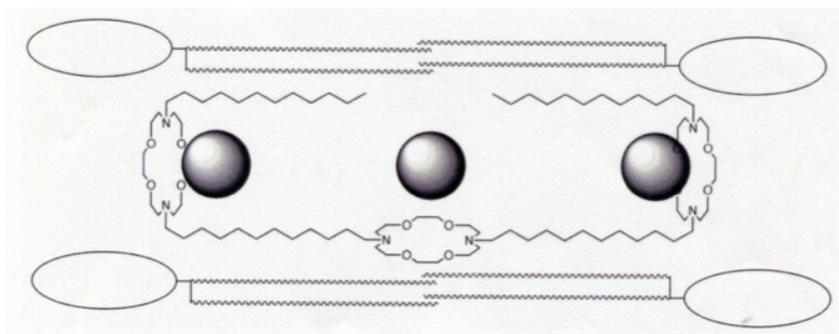
**The Hydraphile.** Another synthetic structure is called the hydraphile whose chemical composition is illustrated in Fig. 5. As shown, three azacrowns, that can complex with  $\text{Na}^+$ , are linked by C12 chains. The hydraphile is selective for  $\text{Na}^+$  (1.94 Å dia) over the larger  $\text{K}^+$  (2.66 Å). Hydraphiles can disrupt ion homeostasis in *E. coli* and other

bacterial cells and, therefore, have potential as an antibiotic themselves and can also mediate the passage of FDA-approved antibiotics and, therefore, enhance their efficacy by up to 16-fold.



**Figure 5.** Chemical structure of a hydraphile.

Gokel's model for the orientation of a hydraphile in a lipid bilayer is illustrated in Fig. 6. As shown, it is believed that two distal azacrowns serve as portals for  $\text{Na}^+$  transport and the central azacrown may act as a way station for the transport of the cation.<sup>3</sup>



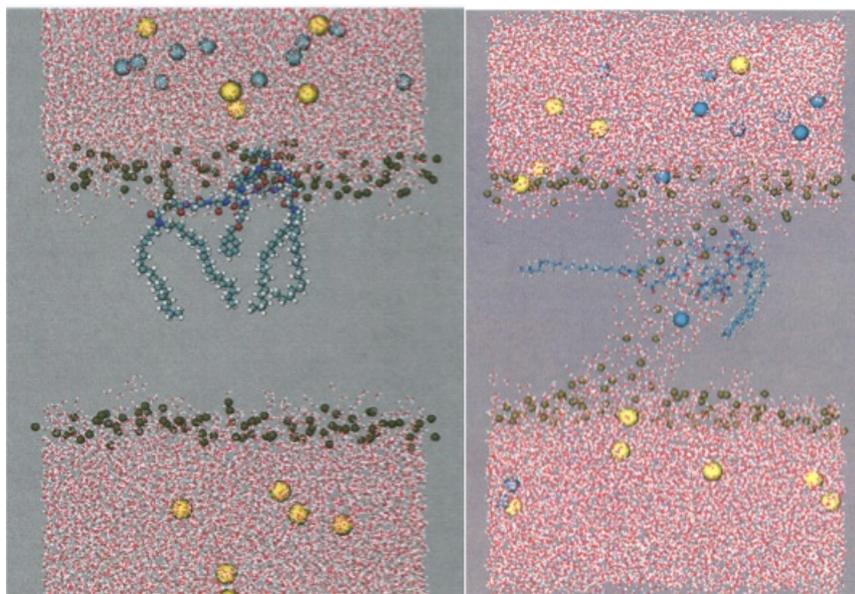
**Figure 6.** Proposed Model of the Hydraphile in a Lipid Bilayer

## 2. RESULTS OF MOLECULAR SIMULATIONS OF THE SCMTR AND HYDRAPHILE IN LIPID BILAYERS

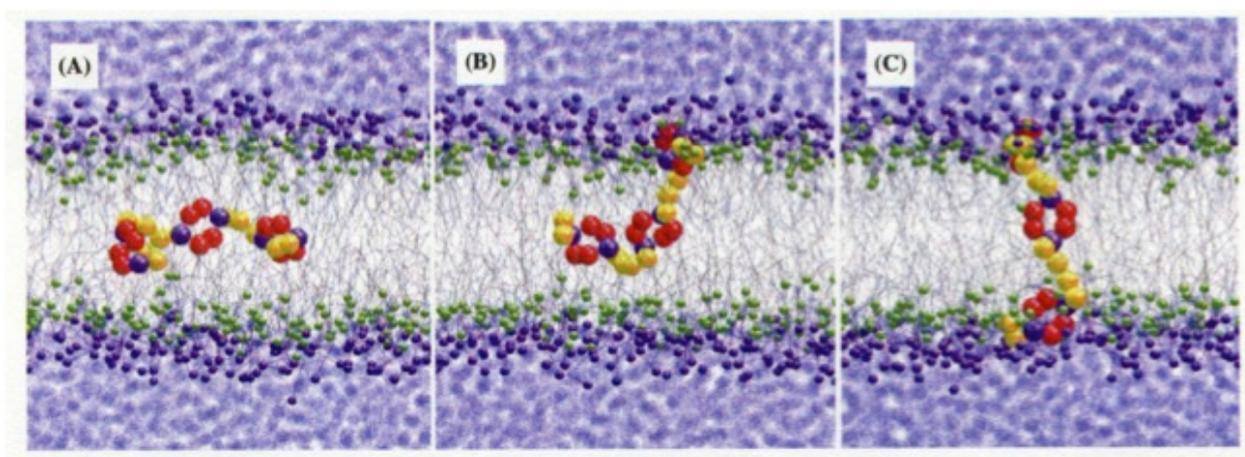
Our research group has used atomistic molecular dynamics to investigate if the proposed models for ion transport in the SCMTR and hydraphile systems can be confirmed. Results for the SCMTR are shown below at the beginning and end of the simulations<sup>6</sup>. What appears to occur is that SCMTR disrupt the bilayer structure providing an opportunity for a water channel to form and for a  $\text{Cl}^-$  anion to move from a region of higher to lower concentration.

Coarse-grained simulation of the hydraphile in a lipid bilayer was reported by Srinivas and Klein<sup>7</sup>. As shown in Fig. 8, a hydraphile lying transverse to the lipid bilayer will quickly reorient in the direction of the phospholipids across the full membrane as proposed by Fig. 6. Our group has used atomistic molecular dynamics (unpublished results) looking at part of the transport process with a  $\text{Na}^+$  cation initially located at the

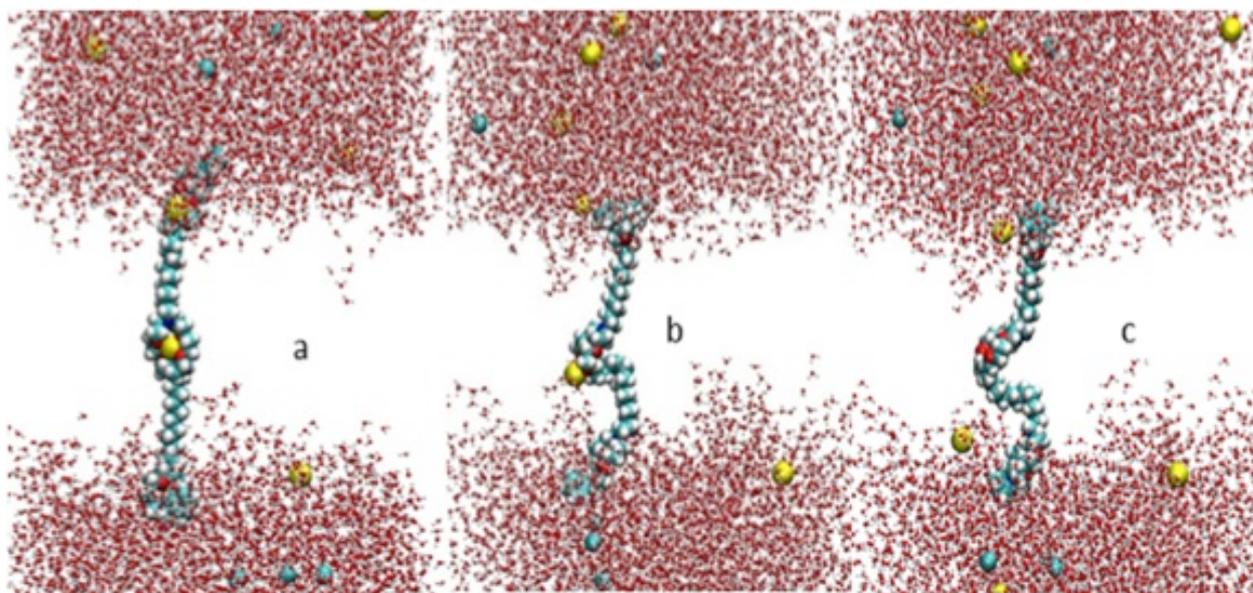
central azacrown. As shown, the hydrophile appears to be able to act as a transporter rather than a channel in delivering the cation to the opposite aqueous phase across the concentration gradient.



**Figure 7.** *Left frame*, starting configuration for dynamics using the CHARMM force field. A total of 11,354 TIP3P water molecules are shown on the top and bottom of the simulation cell ( $50 \times 60 \times 120 \text{ \AA}$ ). A lipid bilayer (made invisible for purposes of clearing seeing the SCMTR dimer) separates the two aqueous regions containing a concentration gradient of  $\text{Cl}^-$  anions (blue spheres) and  $\text{Na}^+$  cations (yellow spheres) ions. **Right frame**, configuration after 26 ns of NVT dynamics.



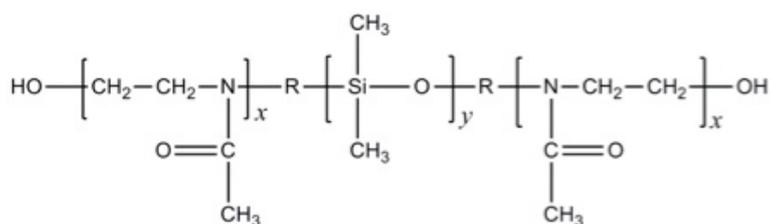
**Figure 8.** Coarse-grained simulation of a hydrophile in a DMPC lipid bilayer. **A.** Initial configuration; **B.** 0.5 ns; **C.** 1.7 ns.



**Figure 9.** Snapshots of an atomistic simulation: **a.** 0 ps; **b.** 405 ps; **c.** 477 ps. (Skelton and Fried, unpublished)

### 3. FUTURE STUDIES

The synthetic channel work has focused on using traditional lipid membranes composed of synthetic phospholipids. Several research groups including that of Wolfgang Meier<sup>8</sup> in Basel have studied biomimetic bilayers composed of triblock copolymers using a hydrophobic block of polydimethylsiloxane (PDMS) with hydrophilic end blocks composed of poly(2-methyl-2-oxazolines) (PMOXA) as illustrated in Fig. 10. As shown in Table I, many natural proteins including channels such as gramicidin can reconstitute in these biomimetic bilayers and function as they would in lipid bilayers or vesicles. Our current work is focused on investigating whether it is possible to incorporate synthetic channels including the SCMTR and hydrophile in these polymeric bilayers and achieve with comparable performance as observed in lipid bilayers. Such membranes would have superior durability that would open opportunities for sensor and other applications.



**Figure 7.** Chemical structure of PMOXA-*b*-PDMS-*b*-PMOXA

**Table I.** Proteins that Have Been Reconstituted in the PMOXA-PDMS-PMOXA Triblocks

Proteins
Gramicidin A
Bacteriorhodopsin
Cytochrome C oxidase (COX)
Aquaporins
Porins (OmpF, OmpG, maltoporin)
$\alpha$ -hemolysin
FhuA
Alamethcin
F <sub>o</sub> F <sub>1</sub> -ATP synthase motor protein

### References

1. Gokel, G. W.; Carasel, I. A., Biologically active, synthetic ion transporters. *Chem. Soc. Rev.* **2007**, *36*, 378-389.
2. Schlesinger, P. H.; Ferdani, R.; Liu, J.; Pajewska, J.; Pajewski, R.; Saito, M.; Shabany, H.; Gokel, G. W., SCMTR: A chloride-selective, membrane-anchored peptide channel that exhibits gating. *J. Am. Chem. Soc.* **2002**, *124* (9), 1848-1849.
3. Gokel, G. W., Hydraphiles: design, synthesis and analysis of a family of synthetic cation-conducting channels. *Chem. Commun.* **2000**, *2000*, 1-9.
4. Dutzler, R.; Campbell, E. B.; Cadene, M.; Chait, B. T.; MacKinnon, R., X-ray structure of a CIC chloride channel at 3.0 Å reveals the molecular basis of anion selectivity. *Nature* **2002**, *415*, 287-294.
5. Ketchum, R. R.; Hu, W.; Cross, T. A., High-resolution conformation of gramicidin A in a lipid bilayer by solid-state NMR. *Science* **1993**, *1457*, 1457-1460.
6. Burkhardt, J. B.; Skelton, A. A.; Fried, J. R., The water-channel forming ability of heptapeptide-based anion channels: insights from molecular dynamics simulations. *Soft Matter* **2013**, *9*, 4444-4454.
7. Srinivas, G.; Klein, M. L., Computational approaches to nanobiotechnology: probing the interaction of synthetic molecules with phospholipid bilayers via a coarse grain model. *Nanotechnology* **2004**, *15*, 1289-1295.
8. Kita-Tokarczyk, K.; Grumelard, J.; Haefele, T.; Meier, W., Block copolymer vesicles—using concepts from polymer chemistry to mimic biomembranes. *Polymer* **2005**, *46*, 3540-3563.

## GRAPHENE FOR MEMBRANE SEPARATIONS

J. Scott Bunch, Assistant Professor

Department of Mechanical Engineering, Division of Materials Science and Engineering,  
and Department of Physics  
Boston University  
Boston, MA 02215  
\*e-mail: [bunch@bu.edu](mailto:bunch@bu.edu)

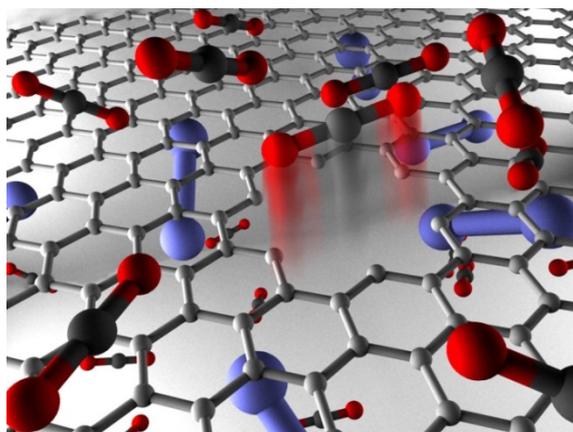
### ABSTRACT

*Graphene, a single layer of graphite, represents the first two dimensional atomic crystal. It consists of carbon atoms covalently bonded in a hexagonal chicken wire lattice. This unique atomic structure gives it remarkable electrical, mechanical, and thermal properties. However, it is the mechanical properties of this material that fascinate our group the most. It is the thinnest and strongest material in the world as well as being impermeable to all standard gases. This high strength, extreme flexibility, and unprecedented barrier properties make graphene an intriguing starting material for membrane separations. Graphene acts as a barrier for gases and liquids and represent the thinnest membrane possible (one layer of atoms) with the smallest pore sizes attainable (single atomic vacancies), and unprecedented mechanical stability. In this talk, I will provide a general overview of the current state of the art in the science of graphene membrane based separation. Particular attention will be paid to our experimental work on gas and liquid ion transport through angstrom sized pores in suspended graphene membranes. These measurements help elucidate the fundamental molecular and ionic transport mechanisms in this unique material.*

### 1. INTRODUCTION

Membranes, which act as a selective barrier, play a key role in a number of important natural and technological processes, from cellular compartmentalization to industrial scale chemical and gas purification. The ideal membrane should be as thin as possible to maximize flux, mechanically robust to prevent fracture, and have well-defined pore sizes to increase selectivity. Due to its atomic thickness<sup>1</sup>, high mechanical

strength<sup>2</sup>, relative inertness, and impermeability to all standard gases<sup>3-6</sup>, graphene is the ultimate starting point for a size-selective separation membrane<sup>7-14</sup>. However, this requires the introduction of pores which can exclude larger molecules, while allowing smaller molecules to pass through (**Fig. 1**). To accomplish this, we used UV-induced oxidative etching to introduce pores<sup>15,16</sup>



*Figure 1 Schematic of molecular sieving through porous graphene.*

onto  $\mu\text{m}$ -sized graphene membranes and a pressurized blister test and mechanical resonance to measure the transport of a number of gases including  $\text{H}_2$ ,  $\text{CO}_2$ , Ar,  $\text{N}_2$ ,  $\text{CH}_4$ , and  $\text{SF}_6$  through these pores<sup>17</sup>. The experimentally measured leak rate, separation factors, and Raman spectrum agree well with effusion through a single angstrom-sized pore. These porous atomically-thin graphene membranes represent a new class of "ideal" molecular sieves, where gas transport occurs by effusion through angstrom-sized pores with atomic-sized channel lengths. Details of this work can be found in Reference [17].

## 2. CONTROLLING THE FLUX THROUGH POROUS GRAPHENE

The ability to control the quantity and location of molecular flux to a precise location in space has important applications to nanoscale 3D printing, catalysis, and sensor design<sup>18-21</sup>. Barrier materials containing pores with molecular dimensions have been used to control molecular compositions in the gas phase, but unlike their aqueous counterparts, none has enabled an ability to observe or control discrete single pore transport<sup>22-43</sup>. Herein, we demonstrate gas transport through atomically thin, monolayer graphene opened with discrete Å-sized pore(s) demonstrating the ability to detect and control the gas flux. This is accomplished using  $\sim\text{nm}$  sized gold clusters formed on the surface of the graphene. Such clusters migrate and partially block the pore. We also observe stochastic switching of the magnitude of the gas permeance in a sample without gold clusters, attributed to molecular rearrangements of the pore; the stochastic switching is fit to discrete and repeatable states. These discrete angstrom pore molecular

valves open possibilities for unique sensors, catalytic processes, and approaches to molecular synthesis based on the controllable switching of a molecular gas flux reminiscent of ion channels in biological cell membranes and solid state nanopores <sup>44</sup>. Details of this work can be found in Reference [45].

### 3. IONIC TRANSPORT THROUGH POROUS GRAPHENE

Another intriguing application for these porous suspended graphene membranes is as an ultrathin membrane barrier for liquids. There has recently been considerable experimental work on graphene oxide membranes and large area CVD graphene membranes for fluidic separations <sup>4,46,47</sup>. All of this experimental work involves transport through many pores or nanochannels. There also exists a body of literature on DNA and ion transport through “large” 5 nm single pores in graphene membranes and some theoretical and computational work on ion transport through sub-5nm pores <sup>12,48–58</sup>. However, experimental work on ion and small molecule transport in liquids through single ~nm and sub nm pores in suspended graphene membranes is largely unexplored. We have transferred both CVD and exfoliated graphene membranes over a 5 micron hole etched through a wafer. This geometry follows closely those of DNA translocation experiments for porous graphene <sup>48,49</sup>. The innovative aspect of our work is to utilize our expertise in creating single pores and measure ionic current using a patch clamp amplifier. Details of this work are unpublished <sup>59</sup>.

### 4. CONCLUSIONS

The strength of an ultrathin membrane technology based on graphene lies in the development of a rigid pore structure with tunable pore geometry (leading to high selectivity with real gas mixtures), an ultrathin separating layer (leading to high permeability for whatever the penetrating species is), and high temperature stability. These combinations allow it to be engineered to provide lower energy and capital costs in both pre-combustion CO<sub>2</sub> concentration and natural gas purification. The successful demonstration of gas separations in porous graphene membranes may also extend to fluidic separations such as protein purification, water treatment or any other separations where membranes are a promising energy efficient approach to separation technology.

Despite the promise of graphene membranes there still remain significant challenges, especially those involved with creating molecular sieving membranes with well-controlled pore sizes over sufficiently large areas. However, the rapid experimental and theoretical progress in the last few years in both graphene membrane fabrication and characterization, suggests that the time is ripe for such a potential technology to come to fruition. The membranes discussed here involve a whole new type of molecular sieving mechanism whereby diffusion across the membrane is nearly instantaneous. Besides the technological implications of this new class of membranes, a graphene membrane presents a host of interesting scientific questions such as the influence of pore size and chemistry on gas effusion as well as the mechanism of gas transport mechanism (diffusion vs. effusion) across ultrathin membranes. After my decade long study of graphene which included the electrical, mechanical, and membrane properties of this fascinating new material – it is the membrane properties that excite me the most. For the first time in history we have an atomically thin impermeable membrane that can be fabricated on a relatively large scale. The promise of creating a molecular sieve from such a unique material holds such great promise that it is worthy of our investigation both for the technological promise and the unanticipated scientific surprises that it affords.

## 5. REFERENCES

1. Meyer, J. C. *et al.* The structure of suspended graphene sheets. *Nature* **446**, 60–63 (2007).
2. Lee, C., Wei, X., Kysar, J. W. & Hone, J. Measurement of the Elastic Properties and Intrinsic Strength of Monolayer Graphene. *Science* (80-. ). **321**, 385–388 (2008).
3. Bunch, J. S. *et al.* Impermeable atomic membranes from graphene sheets. *Nano Lett.* **8**, 2458–62 (2008).
4. Nair, R. R., Wu, H. A., Jayaram, P. N., Grigorieva, I. V. & Geim, A. K. Unimpeded Permeation of Water Through Helium-Leak-Tight Graphene-Based Membranes. *Science* (80-. ). **335**, 442–444 (2012).

5. Leenaerts, O., Partoens, B. & Peeters, F. M. Graphene: A perfect nanoballoon. *Appl. Phys. Lett.* **93**, 193107 (2008).
6. Chen, S. *et al.* Oxidation Resistance of Graphene-Coated Cu and Cu/Ni Alloy. *ACS Nano* **5**, 1321–1327 (2011).
7. Jiang, D., Cooper, V. R. & Dai, S. Porous Graphene as the Ultimate Membrane for Gas Separation. *Nano Lett.* **9**, 4019–4024 (2009).
8. Du, H. *et al.* Separation for Hydrogen and Nitrogen Gases with Porous Graphene Membrane. *J. Phys. Chem. C* **115**, 111027000113007 (2011).
9. Schrier, J. Helium Separation Using Porous Graphene Membranes. *J. Phys. Chem. Lett.* **1**, 2284–2287 (2010).
10. Hauser, A. W. & Schwerdtfeger, P. Nanoporous Graphene Membranes for Efficient 3 He/ 4 He Separation. *J. Phys. Chem. Lett.* **3**, 209–213 (2012).
11. Blankenburg, S. *et al.* Porous graphene as an atmospheric nanofilter. *Small* **6**, 2266–71 (2010).
12. Suk, M. E. & Aluru, N. R. Water Transport through Ultrathin Graphene. *J. Phys. Chem. Lett.* 100430080444091–1594 (2010). doi:10.1021/jz100240r
13. Schrier, J. & McClain, J. Thermally-driven isotope separation across nanoporous graphene. *Chem. Phys. Lett.* **521**, 118–124 (2012).
14. Li, Y., Zhou, Z., Shen, P. & Chen, Z. Two-dimensional polyphenylene: experimentally available porous graphene as a hydrogen purification membrane. *Chem. Commun.* **46**, 3672–4 (2010).
15. Ozeki, S., Ito, T., Uozumi, K. & Nishio, I. Scanning Tunneling Microscopy of UV-Induced Gasification Reaction on Highly Oriented Pyrolytic Graphite. *Jpn. J. Appl. Phys.* **35**, 3772–3774 (1996).
16. Huh, S. *et al.* UV/Ozone-Oxidized Large-Scale Graphene Platform with Large Chemical Enhancement in Surface-Enhanced Raman Scattering. *ACS Nano* **5**, 9799–9806 (2011).
17. Koenig, S. P., Wang, L., Pellegrino, J. & Bunch, J. S. Selective molecular sieving through porous graphene. *Nat. Nanotechnol.* **7**, 728–732 (2012).

18. Piner, R. D., Zhu, J., Xu, F., Hong, S. H. & Mirkin, C. A. "Dip-pen" nanolithography. *Science* **283**, 661-663, doi:DOI 10.1126/science.283.5402.661 (1999).
19. Albrecht, P. M., Barraza-Lopez, S. & Lyding, J. W. Preferential orientation of a chiral semiconducting carbon nanotube on the locally depassivated Si(100)-2x1 : H surface identified by scanning Tunneling microscopy. *Small* **3**, 1402-1406, doi:DOI 10.1002/sml.200700070 (2007).
20. Chen, P. et al. Spatiotemporal catalytic dynamics within single nanocatalysts revealed by single-molecule microscopy. *Chem Soc Rev* **43**, 1107-1117, doi:Doi 10.1039/C3cs60215j (2014).
21. Imboden, M. et al. Building a Fab on a Chip. *Nanoscale* **6**, 5049-5062, doi:Doi 10.1039/C3nr06087j (2014).
22. Park, H. B. et al. Polymers with cavities tuned for fast selective transport of small molecules and ions. *Science* **318**, 254-258, doi:DOI 10.1126/science.1146744 (2007).
23. Strathmann, H. Membrane separation processes: Current relevance and future opportunities. *Aiche J* **47**, 1077-1087, doi:DOI 10.1002/aic.690470514 (2001).
24. Liu, S. M. & Gavalas, G. R. Oxygen selective ceramic hollow fiber membranes. *J Membrane Sci* **246**, 103-108, doi:DOI 10.1016/j.memsci.2004.09.028 (2005).
25. Jiang, L. Y., Chung, T. S., Cao, C., Huang, Z. & Kulprathipanja, S. Fundamental understanding of nano-sized zeolite distribution in the formation of the mixed matrix single- and dual-layer asymmetric hollow fiber membranes. *J Membrane Sci* **252**, 89-100, doi:DOI 10.1016/j.memsci.2004.12.004 (2005).
26. Lai, Z. P. et al. Microstructural optimization of a zeolite membrane for organic vapor separation. *Science* **300**, 456-460, doi:DOI 10.1126/science.1082169 (2003).
27. Fuertes, A. B. & Centeno, T. A. Carbon molecular sieve membranes from polyetherimide. *Micropor Mesopor Mat* **26**, 23-26, doi:Doi 10.1016/S1387-1811(98)00204-2 (1998).
28. Kim, Y. K., Park, H. B. & Lee, Y. M. Carbon molecular sieve membranes derived from thermally labile polymer containing blend polymers and their gas separation properties. *J Membrane Sci* **243**, 9-17, doi:DOI 10.1016/j.memsci.2004.05.001 (2004).

29. Shiflett, M. B. & Foley, H. C. Ultrasonic deposition of high-selectivity nanoporous carbon membranes. *Science* **285**, 1902-1905, doi:DOI 10.1126/science.285.5435.1902 (1999).
30. Hinds, B. J. et al. Aligned multiwalled carbon nanotube membranes. *Science* **303**, 62-65, doi:DOI 10.1126/science.1092048 (2004).
31. Ahn, J. Y., Chung, W. J., Pinnau, I. & Guiver, M. D. Poly sulfone/silica nanoparticle mixed-matrix membranes for gas separation. *J Membrane Sci* **314**, 123-133, doi:DOI 10.1016/j.memsci.2008.01.031 (2008).
32. de Vos, R. M. & Verweij, H. High-selectivity, high-flux silica membranes for gas separation. *Science* **279**, 1710-1711, doi:DOI 10.1126/science.279.5357.1710 (1998).
33. Kim, H. W. et al. Selective Gas Transport Through Few-Layered Graphene and Graphene Oxide Membranes. *Science* **342**, 91-95, doi:DOI 10.1126/science.1236098 (2013).
34. Li, H. et al. Ultrathin, Molecular-Sieving Graphene Oxide Membranes for Selective Hydrogen Separation. *Science* **342**, 95-98, doi:DOI 10.1126/science.1236686 (2013).
35. Boutilier, M. S. H. et al. Implications of Permeation through Intrinsic Defects in Graphene on the Design of Defect-Tolerant Membranes for Gas Separation. *Acc Nano* **8**, 841-849, doi:10.1021/nn405537u (2014).
36. Joshi, R. K. et al. Precise and Ultrafast Molecular Sieving Through Graphene Oxide Membranes. *Science* **343**, 752-754, doi:DOI 10.1126/science.1245711 (2014).
37. Draushuk, L. W. & Strano, M. S. Mechanisms of Gas Permeation through Single Layer Graphene Membranes. *Langmuir* **28**, 16671-16678, doi:Doi 10.1021/La303468r (2012).
38. Mehio, N., Dai, S. & Jiang, D. E. Quantum Mechanical Basis for Kinetic Diameters of Small Gaseous Molecules. *J Phys Chem A* **118**, 1150-1154, doi:Doi 10.1021/Jp412588f (2014).
39. Sun, C. et al. Mechanisms of Molecular Permeation through Nanoporous Graphene Membranes. *Langmuir* **30**, 675-682, doi:10.1021/la403969g (2013).
40. Shan, M. et al. Influence of chemical functionalization on the CO<sub>2</sub>/N<sub>2</sub> separation performance of porous graphene membranes. *Nanoscale* **4**, 5477-5482, doi:10.1039/c2nr31402a (2012).

41. Liu, H., Dai, S. & Jiang, D.-e. Insights into CO<sub>2</sub>/N<sub>2</sub> separation through nanoporous graphene from molecular dynamics. *Nanoscale* **5**, 9984-9987, doi:10.1039/c3nr02852f (2013).
42. Liu, H., Chen, Z., Dai, S. & Jiang, D.-e. Selectivity trend of gas separation through nanoporous graphene. *Journal of Solid State Chemistry*, doi:http://dx.doi.org/10.1016/j.jssc.2014.01.030 (2014).
43. Nair, R. R., Wu, H. A., Jayaram, P. N., Grigorieva, I. V. & Geim, A. K. Unimpeded Permeation of Water Through Helium-Leak-Tight Graphene-Based Membranes. *Science* **335**, 442-444, doi:DOI 10.1126/science.1211694 (2012).
44. Dekker, C. Solid-state nanopores. *Nat Nanotechnol* **2**, 209-215, doi:DOI 10.1038/nnano.2007.27 (2007).
45. Wang, L. *et al.* Discrete Angstrom Pore Molecular Valves in Graphene for Controlling Gas Phase Transport. **in review**, (2015).
46. Joshi, R. K. *et al.* Precise and Ultrafast Molecular Sieving Through Graphene Oxide Membranes. *Sci.* **343**, 752-754 (2014).
47. O'Hern, S. C. *et al.* Selective Ionic Transport through Tunable Subnanometer Pores in Single-Layer Graphene Membranes. *Nano Lett.* **14**, 1234-1241 (2014).
48. Garaj, S. *et al.* Graphene as a subnanometre trans-electrode membrane. *Nature* **467**, 190-3 (2010).
49. Schneider, G. F. *et al.* DNA translocation through graphene nanopores. *Nano Lett.* **10**, 3163-7 (2010).
50. Garaj, S., Liu, S., Golovchenko, J. A. & Branton, D. Molecule-hugging graphene nanopores. *Proc. Natl. Acad. Sci.* **110**, 12192-12196 (2013).
51. Cohen-Tanugi, D. & Grossman, J. C. Water Desalination across Nanoporous Graphene. *Nano Lett.* **12**, 3602-3608 (2012).
52. Sun, P. *et al.* Selective Ion Transport through Functionalized Graphene Membranes Based on Delicate Ion-Graphene Interactions. *J. Phys. Chem. C* **118**, 19396-19401 (2014).
53. Suk, M. E. & Aluru, N. R. Ion transport in sub-5-nm graphene nanopores. *J. Chem. Phys.* **140**, 084707 (2014).

54. Ghosal, G. H. and M. M. and S. Ion transport through a graphene nanopore. *Nanotechnology* **23**, 395501 (2012).
55. He, Z., Zhou, J., Lu, X. & Corry, B. Bioinspired Graphene Nanopores with Voltage-Tunable Ion Selectivity for Na<sup>+</sup> and K<sup>+</sup>. *ACS Nano* **7**, 10148–10157 (2013).
56. Sint, K., Wang, B. & Král, P. Selective ion passage through functionalized graphene nanopores. *J. Am. Chem. Soc.* **130**, 16448–9 (2008).
57. Konatham, D., Yu, J., Ho, T. A. & Striolo, A. Simulation Insights for Graphene-Based Water Desalination Membranes. *Langmuir* **29**, 11884–11897 (2013).
58. Sathe, C., Zou, X., Leburton, J.-P. & Schulten, K. Computational Investigation of DNA Detection Using Graphene Nanopores. *ACS Nano* **5**, 8842–8851 (2011).
59. Cantley, L. *et al.* Ionic Transport through Porous Graphene. **in preparation**, (2015).



## CROSSFLOW CERAMIC TECHNOLOGY

Felipe Pastrana

### Ceramic Crossflow Filtration in Food and Dairy applications

The ceramics are perceived by the industry as a very reliable and robust technology, achieving excellent filtrate quality and enabling precise separations for the creation of added-value streams.

The Food industry makes use of their chemical / mechanical / thermal stability for consistent performances over extended period of time, excellent clarification capability and high yields.

Ceramics are a well introduced technology in the Dairy industry because of their unsurpassable performances in applications such as bacteria removal, proteins fractionation, clarification and concentration to high total solids.

Crossflow ceramics operate in hygienic closed systems with very limited maintenance requirement. As such, they represent cost-effective solutions for replacement of DE equipment, filter press and centrifuges.

They are known to handle process upsets, difficult / viscous feeds and harsh Cleaning-In-Place conditions.

### Crossflow Ceramic technology features

Ceramics are a mechanically, chemically and thermally **robust technology** for long service life using **inert material** for no changes in product color and sensory. They show sharp pore size distribution allowing **precise separations** and enable the use of both permeate and retentate as **added-value streams**.

This technology eliminates use of filter aids and thus supports **sustainable production** with the possibility of a **fully automated system** thus reducing manpower requirement in a totally **enclosed system** for maximum safety.

### Crossflow Ceramic technology history

Liquid separation with **mineral membranes** was first introduced in the late 50's at a conference in Geneva on pacific use of atomic energy. The French nuclear agency (CEA) focused on this technology for the uranium enrichment program: **EURODIF** plant (George BESSE I), producing the nuclear fuel for all the French nuclear power plants over more than 30 years with the original membranes thus demonstrating their exceptional strength.

In the 50's, a similar development took place in the US, using sintered metallic base material. In 1996, Pall acquired the rights on the **AccuSep®** technology from US government (CRADA project).

In the last 25 years, several **others inorganic membrane brands** appeared on the market using various raw materials:

- Metallic oxide ceramics (pure or mixed oxides: alumina, titania, silica, etc.)

*México, Distrito Federal. 15, 16 y 17 de Junio del 2015*

- non oxide ceramics (silicium carbide)
- carbon (aggregated particles, composites, etc.)
- sintered metal (stainless steel)
- glass

These products are essentially shaped in **tubular configuration** (fiber, tube, multichannel, honeycomb monolith...) but could also be in planar forms (square, disc, flat sheets, etc.).

Generally, the final product has an **asymmetric structure** with filtering layers in contact with the feed. Depending on pore size, the separation layer is either casted directly onto the base material or it is supported by at least one support layer. To ensure optimum permeate drainage, the **support structure should be highly permeable but also mechanically strong** to resist to operating conditions and moreover to handle process upsets. Depending on product design and material, commercial membrane support pore size could range from 2-4  $\mu\text{m}$  up to **12-15  $\mu\text{m}$**  burst pressure ranging from less than 50 bars up to over **100 bars**.

#### Membralox® Crossflow Ceramic Membrane Products

##### Continuous development of the Membralox ceramic membrane range

MEMBRALOX® was launched in 1983 as a multichannel ceramic membrane for microfiltration. An extension of the range with the introduction of ultrafiltration and ultrapure electronic gas filters was done in 1989. An innovative MEMBRALOX GP® membrane with porosity gradient for efficient control of the microfiltration regime was introduced in 1998. A new range of MEMBRALOX HCB industrial modules was presented in 2002 and a new range of MEMBRALOX HCS sanitary modules in 2005. Later on, Pall **launched the revolutionary MEMBRALOX IC membrane with high filtration area and capacity per element.**

##### For Long Service Life even under Extreme Conditions

Pall's Membralox® crossflow ceramic products are ideal for applications that involve difficult processes (such as high solids bulk processes, use of high temperatures during production and/or CIP, aggressive chemicals or solvents, etc...) and where significant long-term reliability and durability is required.

Available ratings covers from fine Ultrafiltration (UF) range for concentration / purification / phase separation / etc... up to open Microfiltration (MF) range for clarification / fractionation or even cold pasteurization of complex solutions. Membralox membranes are available in different channel diameters to allow optimization for solids loading.

Some configurations are available with unique longitudinal permeability gradient (Membralox GP), that facilitates the control of permeate rate along the length of the module and optimizes the transmission of macromolecules.

Membralox membranes are available in sizes ranging from small laboratory devices

(single tube) to multichannel with large surface area, ensuring the ability to evaluate and scale up processes to any size.

Membralox ceramic membranes are featuring a strongly asymmetric structure including highly controlled filtration layer that is formed on the inner (feed-side) surface of a more open filtration layer or directly onto the support structure.

The Membralox support itself has a unique structure, exceptionally strong and permeable for easy permeate drainage, even for complex Membralox *IC* multichannel geometries, resulting in products with large chemical and thermal compatibility and highly permeable.

For liquid processing, MF filtration layers are made of high purity  $\gamma$ -Alumina ( $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) while UF filtration layers are made of Zirconia (ZrO<sub>2</sub>).

**All Membralox membranes are Food Contact Compliant.**

Multiple modules can be easily assembled on manifolds to create filtration loops of required membrane area. Multiple filtration loops can be connected in serial or in parallel to handle any scale of operation.

### Membrane Module Versatility

Large Membralox modules (housing + membranes + gaskets) range allows optimal selection (pore size, lumen diameter, housing design, etc...) and sizing (total membrane area), for each filtration loop / complete system size.

### Membralox GP Ceramic Microfiltration Membranes

The Membralox GP ceramic membranes have a calibrated longitudinal permeability gradient designed to maintain a uniform flux along the length of the element despite the high pressure drop in the membrane lumens.

This feature optimizes the transmission of macro-molecules (proteins, enzymes, polysaccharides, etc...) during the clarification or fractionation of complex feed streams (milk and milk products, fermentation broth, process water, fruit juices, etc...).

A comprehensive range of calibrated permeability gradient options are available to suit different applications, feed stream characteristics, target permeate flux.

### Membralox IC ceramic elements

Membralox IC ceramic elements are high surface area multichannel membranes designed for high capacity crossflow filtration of process fluids and effluents.

Membralox membranes are the key components of crossflow systems used in numerous food and beverage applications.

Membralox IC ceramic elements are asymmetric multi-channel membranes composed of a porous alumina support and filtering layers. Their innovative and highly compact design in unique 4 and 5.5 mm channel geometries provide superior filtration area per multichannel element - up to 570 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>.

The increased capacity of the Membralox IC filtration modules, up to 45% more than standard module configurations, enables optimized system loop design, which



results in more compact systems, with smaller footprint and reduced hardware costs. The smaller hold-up volume of the system loops also results in a significant reduction of the related water and chemical cleaning costs.

Pall Membralox IC membranes, 100% ceramic and 100% bubble point tested, feature the same exceptional performance, mechanical and chemical resistance and service life as the well-recognized historical Membralox product range.

### Membralox SD Modules

The Membralox SD module features a fully sanitary design for F&B and stringent pharmaceutical processes. All wetted components are swept by cleaning solutions ensuring compliance with requirements of cleaning validation. Module hardware and gaskets are available in materials that meet the demands of all cleaning regimes.

- All wetted parts fully accessible by cleaning chemicals
- Vertical operating position enables total air purge and liquid drainage
- High-performance sealing assembly with gasket leak detection eliminates by-pass possibility between retentate and permeate side
- Modules and membrane components fully traceable, materials certificate available upon request
- Long-life, stable and reliable performance.

Membralox SD modules are 3-A certified.



## ESTUDIO PRELIMINAR SOBRE LA PERMEACIÓN DE CO<sub>2</sub> EN MEMBRANAS LÍQUIDAS SOPORTADAS USANDO LÍQUIDOS IÓNICOS

Fernández Jiménez Adrián <sup>a\*</sup>, Méndez Robles Laura <sup>a</sup>, Martínez Palou  
Rafael <sup>b</sup>, Guzmán Pantoja Javier <sup>b\*</sup>

<sup>a</sup> Unidad Académica de Ciencias Químicas, Universidad Autónoma de Zacatecas,  
Campus Siglo XXI, Carr. Zacatecas–Guadalajara km 6, Ejido La Escondida, 98160,  
Zacatecas, Zac., MEXICO

<sup>b</sup> Instituto Mexicano del Petróleo, Eje Central Lázaro Cárdenas Norte 152, Col. San  
Bartolo Atepehuacán, 07730, México, D.F., MEXICO

\* e-mail: [adrianwiler@hotmail.com](mailto:adrianwiler@hotmail.com); [jguzmanp@imp.mx](mailto:jguzmanp@imp.mx)

### RESUMEN

*Este trabajo se presentan los resultados obtenidos al someter corrientes de gases a un sistema de membranas soportadas con líquidos iónicos. Se usó bromuro de 1-butil-3-metilimidazolio (BMIMBr) y bromuro de 1-etil-3-metilimidazolio (EMIMBr) con CO<sub>2</sub> y N<sub>2</sub>, con el fin de encontrar cuál de estos líquidos iónicos separa mejor el dióxido de carbono así como la influencia de la presión.*

**Palabras clave:** permeación de gases; membranas soportadas con líquidos iónicos; sales de imidazolio; captura de CO<sub>2</sub>

### 1. INTRODUCCIÓN

Existen diversas maneras de lograr la separación del CO<sub>2</sub> de una corriente gaseosa, las cuales pueden ser: la destilación criogénica, purificación por membranas, absorción con líquidos y adsorción con sólidos (zeolitas, carbón activado, óxido de calcio, etc.).

Cualquiera de estos procesos, para llegar a ser el absorbente ideal para la remoción de CO<sub>2</sub> de efluentes gaseosos, debe reunir las siguientes características: gran capacidad de

absorción, una cinética rápida, ser regenerable y estable a través del tiempo, así como un amplio intervalo de operación.

Las membranas pueden ser muy eficientes en las separaciones másicas cuando las

especies que las atraviesan se encuentran en concentraciones muy grandes por lo que para algunos de los flujos gaseosos industriales de post-combustión (donde el CO<sub>2</sub> sea un componente menor) las membranas no serían lo suficientemente efectivas para lograr la separación<sup>1</sup>. Por lo tanto, se propone el uso de membranas que soporten líquidos iónicos a fin de optimizar y hacer más costeable este medio como método de separación.

### *Membranas*

En esencia, una membrana es una interfase delgada que controla la permeación de cada componente que pasa a través de ella, pudiendo ser homogénea (composición y estructura uniforme) o heterogénea (ya sea del orden físico o químico).

Existen dos mecanismos de transporte esenciales a través de una membrana: el modelo de solución-difusión, en el cual la especie permeante se solubiliza en la interfase de la membrana y se difunde a través de ésta, debido al gradiente de concentración (la separación ocurre debido a la velocidad de difusión de cada especie); el otro modelo es el de flujo a través del poro, donde los componentes son prácticamente filtrados debido al tamaño de los poros de la membrana<sup>2</sup>, el cual se emplea para procesos de separación de mezclas líquidas.

### *Líquidos iónicos*

Los líquidos iónicos son sales orgánicas, que generalmente son líquidos a temperatura ambiente; están formados por un catión (generalmente este ion es la parte orgánica del líquido) y un anión, formando una estructura asimétrica. Estos compuestos presentan una gran flexibilidad, ya que pueden ser alterados químicamente para modificar de manera favorable sus propiedades, tales como la hidrofobicidad, hidrofiliidad, viscosidad, densidad, punto de fusión y facilidad a la solvatación.

Las principales aplicaciones que se han encontrado para los líquidos iónicos son la química verde (en la sustitución de solventes), transporte iónico en sistemas electroquímicos y separaciones a través de membranas<sup>3</sup>.

### *Membranas soportadas con líquidos iónicos.*

Las membranas soportadas con líquidos iónicos (o SILM por su abreviación en inglés) son un nuevo tipo de sistemas, el cual está compuesto por un líquido iónico que está impregnado en un soporte polimérico o inorgánico, que incluye ventajas tales como la disminución del consumo de energía, facilidad de operación y un bajo impacto ambiental. El transporte de un gas a través de estas membranas se da por el modelo de solución-difusión: el gas es absorbido a la fase líquida del sistema, se

difunde a través de ella y se desorbe en la fase de permeado. Este transporte puede ser facilitado cuando se tiene en el líquido iónico un sistema reactivo, en el cual el gas reacciona de manera reversible y es acarreado hasta la interfase de permeado. En el caso del CO<sub>2</sub>, se ha encontrado que los líquidos iónicos que tienen grupos aminos experimentan una mayor selectividad hacia el dióxido de carbono<sup>4</sup>.

También se reporta en la literatura, que las membranas soportadas con líquidos iónicos que muestran la mejor selectividad y permeabilidad con respecto al CO<sub>2</sub> son las sales de imidazolio, seguidos de los de amonio y luego los de fosfonio<sup>5</sup>. Es por eso que en este trabajo se probaron dos líquidos iónicos cuyo catión fue el imidazolio y se varió la cadena alquílica a fin de observar el efecto en la permeación del CO<sub>2</sub>.

## 2. METODOLOGÍA

Para poder medir la permeación del CO<sub>2</sub> en el sistema de membranas soportadas con líquidos iónicos se siguió la norma ASTM-D 1434-82 (2003) usando el método volumétrico. El sistema de membranas se constituyó por dos membranas: una de ellas fue de poliéter-imida comercial denominada Ultem® (Sabic) y la otra fue un papel filtro Whatman, el cual estaba impregnado de líquido iónico. Se montó este sistema para que el gradiente de presión no desplace al líquido iónico del papel filtro, que fungió como la SILM.

Las membranas asimétricas de Ultem® se prepararon por el método de inversión de fases en húmedo. Este procedimiento consiste en disolver los pellets en 1-metil-2-pirrolidona (NMP) con una concentración de 40 g de Ultem por cada 100 ml de NMP, usando también como solvente la N,N-dimetilacetamida. Se desgasifica la solución durante 15 minutos con reposo de 20 min hasta eliminar burbujas. Luego se vierte la solución en un Spin

Coater KW-4A West Chester, con una velocidad de 1500 rpm durante 10 segundos. Después de 15 minutos se coloca el disco del equipo con la película extendida en un baño coagulante de agua a temperatura ambiente (19±2°C). Finalmente, se coloca en la estufa de vacío (a 25 in Hg) hasta alcanzar gradualmente una temperatura de 120 °C por un tiempo de 16 horas.

El papel filtro (110 mm de diámetro), previamente pesado, se impregna de 4 gramos de líquido iónico y se somete a un vacío de 25 mm Hg y 50 °C por 3 horas. Luego se retira

el exceso de líquido iónico de la superficie y se pesa a fin de conocer la cantidad retenida de líquido iónico.

Los líquidos iónicos usados en la experimentación fueron bromuro de 1-butil-3-metilimidazolio y bromuro de 1-etil-3-metilimidazolio. En tanto que los gases evaluados en las pruebas fueron CO<sub>2</sub> y N<sub>2</sub>. La evaluación de permeación de los gases se hace utilizando gases puros de manera individual y sucesiva comenzando con CO<sub>2</sub> a presiones bajas.

Por otro lado, también se evaluaron las capacidades de absorción de CO<sub>2</sub> de ambos líquidos iónicos. Se utilizó una celda de equilibrio a presión variable y volumen constante. Dicha experimentación consiste en medir el cambio de presión del CO<sub>2</sub> manteniendo la temperatura y la agitación constante del LI a evaluar; el proceso de absorción se da por terminado cuando la presión residual del gas se mantiene constante por lo menos durante 1 hora.

### 3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

Una vez alcanzado el estado estacionario en la membrana (comportamiento lineal) se tomaron los resultados para los diferentes pares de líquidos iónicos con su respectivo gas (a presión y temperatura constantes), obteniendo gráficas como la que se muestra a continuación.

## ESTUDIOS SOBRE BIOENSUCIAMIENTO DE MEMBRANAS COMPUESTAS, Y SU APLICACIÓN AL PROCESO DE DESALACIÓN POR ÓSMOSIS INVERSA

Griselda Evelia Romero López<sup>a</sup>, Jesús Álvarez Sánchez\*<sup>a</sup>, Sergio de los Santos Villalobos<sup>ab</sup>, Gustavo Adolfo Fimbres Weihs<sup>ab</sup>, Germán Eduardo Devora Isiordia<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Doctorado en Ciencias, Dirección de Recursos Naturales, Instituto Tecnológico de Sonora, 5 de febrero 818 Sur Cd. Obregón Sonora 85000, México.

<sup>b</sup> Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT).

\*[e-mail: jesus.alvarez@itson.edu.mx](mailto:jesus.alvarez@itson.edu.mx)

### RESUMEN

*En una instalación de ósmosis inversa, la membrana es la unidad más susceptible a los efectos dañinos del bioensuciamiento. Muchas variables y elementos definen a este fenómeno, entre ellas, la biopelícula formada por una exponencial cantidad de colonias conectadas entre sí. Esta biopelícula taponeará los poros de la membrana, disminuyendo su permeabilidad y en consecuencia, la velocidad para desalar agua. Durante el presente trabajo se analizaron características del agua marina proveniente del mar de Cortés, en la costa de Guaymas, Sonora. Después de una etapa de muestreo realizada específicamente para este objetivo, se extrajeron muestras que fueron aprovechadas en la siembra de microorganismos pertenecientes a ese ecosistema, la modificación de un medio de cultivo que fuera representativo de las características del ecosistema, y diferentes experimentos para reproducir y analizar el daño por bioensuciamiento membranas. Comprobando la existencia de discrepancia entre los niveles de salinidad estándares para el Océano Pacífico, y los encontrados en el área de muestreo, es posible arrojar diferentes hipótesis sobre el impacto de las desaladoras respecto a la población microbiana, que será responsable producir el bioensuciamiento de las membranas en sus instalaciones de ósmosis inversa.*

**Palabras clave:** Membranas, desalación, bioensuciamiento, cultivos, microorganismos.

## 1. INTRODUCCIÓN

En una instalación de ósmosis inversa, la membrana es la unidad más susceptible a los efectos dañinos del bioensuciamiento<sup>1</sup>. El daño producido puede ser revertido, pero también existe un punto crítico de ensuciamiento, en el cual ya no es posible regenerar la membrana<sup>2</sup>. Las causas de este fenómeno no son del todo comprendidas, debido a que son muchas las variables y los elementos que lo definen (*i.e.*, temperatura y población biológica)<sup>3</sup>.

El presente trabajo se enfoca en el análisis de la formación de la biopelícula, resultado de la interacción entre microorganismos y la membrana<sup>4</sup>.

A partir de una etapa previa de muestreo del agua marina para su caracterización físicoquímica<sup>5</sup> (pH, salinidad, temperatura, potencial de reducción de oxígeno) es posible obtener la fuente de alimentación para desarrollar un medio de cultivo apropiado, y finalmente efectuar el análisis microbiológico que incluya aislamientos y caracterización de la población microbiana, y su diversidad macroscópica.

## 2.- METODOLOGÍA

### Preparación del medio de cultivo marino

Se prepararon 800 ml de medio de cultivo marino<sup>6</sup>, con la siguiente composición: Agar, 18.4 g; Glucosa, 0.8 g; MgSO<sub>4</sub>, 0.04 g; K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>, 0.16 g; Agua de mar 600 ml; y Agua destilada 200 ml.

Previamente se vertió el agua (marina y destilada) en el matraz, posteriormente, el resto de los componentes fueron adicionados. Una vez preparada la composición final del medio de cultivo, se introdujo un agitador magnético, para homogeneizar el mismo a 380 RPM, hasta alcanzar el punto de ebullición. Finalmente el medio de cultivo se esterilizó en autoclave a 121°C, por 15 min.

### **Aislamiento de microorganismos**

Para el aislamiento de microorganismos marinos potencialmente asociados al bioensuciamiento, se utilizó el siguiente protocolo:

Antes de cumplirse las 24 h después del muestreo, 1 ml de la muestra compuesta (que incluyó una submuestra de cada sitio de estudio, siendo seis en total) fue utilizada para la realización de diluciones seriales (hasta  $10^{-3}$  según la relación de unidades formadoras de colonias). Este mililitro de muestra compuesta se diluyó en 9 ml de agua de mar estéril. Posteriormente, 0.25 ml de estas diluciones fueron colocadas en cajas Petri conteniendo el medio marino antes mencionado. Las cajas Petri inoculadas fueron incubadas a 30°C, y la población de microorganismos se contabilizó a las 24, 48 y 72 horas posteriores a la inoculación, utilizando tres réplicas independientes.

Una vez cuantificando las poblaciones microbianas en los sitios de estudio, se procedió a su caracterización macroscópica, con la finalidad de conocer la diversidad potencial de estos microorganismos.

### **Bioensuciamiento artificial en membranas**

El mismo medio de cultivo (agua marina) fue utilizado para explorar el potencial de bioensuciamiento artificial de las membranas de ósmosis inversa, de la siguiente manera:

Piezas circulares de membrana con diferentes concentraciones de polímero, y de un tamaño correspondiente a 2 cm de diámetro, fueron expuestas a alícuotas de agua marina colectada en los sitios de estudios mencionados durante 48 h.

De manera similar, piezas de membranas no fueron expuestas al bioensuciamiento (controles). Este diseño experimental fue replicado tres veces.

## **3.- RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

### **Medio de cultivo marino modificado**

Para el Océano Pacífico, el nivel de salinidad se calcula de 35,000 ppm (tabla 2), sin embargo, durante la etapa de muestreo en las costas de Guaymas, dicho parámetro observó un rango de 29,133 a 29,534 ppm (tabla 1). Considerando lo anterior, se diseñó un medio de cultivo marino, adecuado para los cultivos que se realizaron, siguiendo las características propias halladas en este sistema marino.

*TABLA 1.- Medición de TDS en los tres puntos muestreados<sup>5</sup>*

	Maquilas TETAKAWI	Termoeléctrica CFE	PROPEGUAY	Desviación
Sólidos disueltos totales (mg/L)	29, 534.40	29, 822.40	29, 133	± 346.25

*TABLA 2.- Análisis de sólidos disueltos totales en ppm<sup>7</sup>.*

	Golfo Árabe	Mediterráneo	Golfo Pérsico	Pacífico	Atlántico
SDT	55, 775	36, 720	47, 000	35, 860	37, 830

### **Población microbiana en los sitios muestreados**

En el medio de cultivo utilizado solamente fue posible aislar bacterias. La primera siembra fue directa, tomando un mililitro de las muestras colectadas e inoculadas, sobre el medio de cultivo utilizado. Antes de las 24 h, el crecimiento fue tal, que no permitió el conteo de los microorganismos, ni el aislamiento de las unidades formadoras de colonias.



*FIGURA 1.- Crecimiento exponencial presente a las 24 h de la siembra directa*

La segunda siembra (dilución  $10^{-1}$ ) permitió el conteo de microorganismos al cumplirse las 72 h después de inoculación, resultando una población de  $10^4$  UFC  $\text{ml}^{-1}$ .

*TABLA 3.- Conteo de microorganismos*

Sitio	UFC 24 h $10^{-1}$	UFC/ml
TE1	536	2.1E+04
TE2	808	3.2E+04
TE3	392	1.6E+04
PP1	340	1.4E+04
PP2	484	1.9E+04
PP3	624	2.5E+04
MT1	920	3.7E+04
MT2	1248	5.0E+04
MT3	776	3.1E+04

Total	6,128	
-------	-------	--

TABLA 4.- Microorganismos encontrados por sitio

Sitio	UFC ml	Desviación Estándar
TE	2.3E+04	8.5E+03
PP	1.9E+04	5.7E+03
MT	3.9E+04	9.7E+03

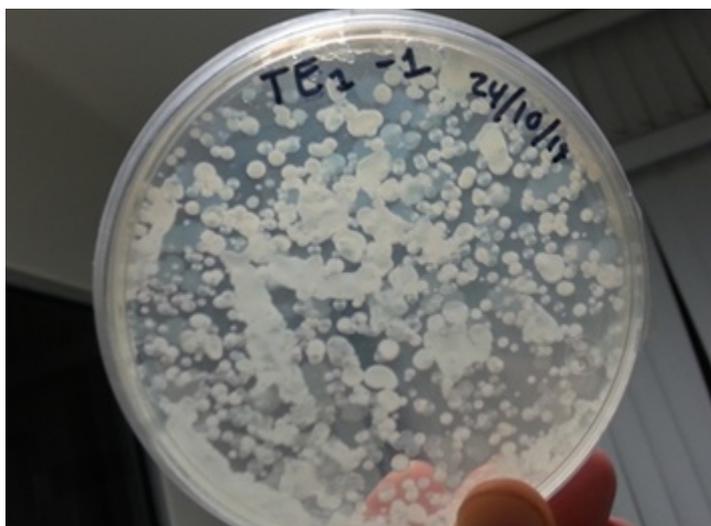


Figura 2.- Unidades formadoras de colonias a las 48 h después de la inoculación por dilución.

Finalmente, la caracterización macroscópica de cada cultivo, observó una diversidad de 96 colonias bacterianas aisladas.



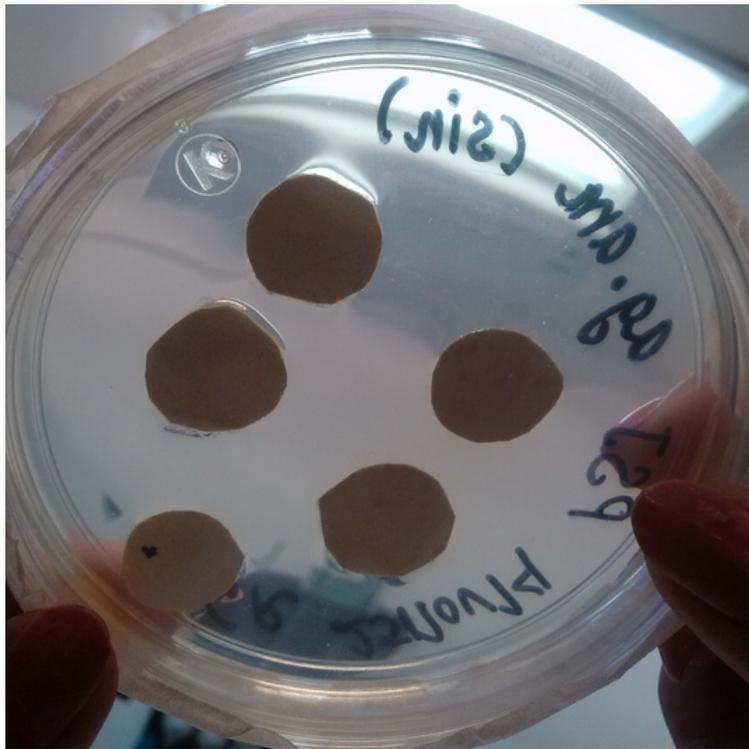
*Figura 3.- Aislamientos a partir de la caracterización macroscópica de los cultivos.*

### **Bioensuciamiento artificial en membranas**

A las 24 h, las piezas de membrana expuestas al daño por bioensuciamiento, ya presentaron crecimiento. A las 48 h, se observó la formación de una película que conectó entre sí las colonias existentes, imposibilitando su separación para aislamiento. Los cultivos no cubrieron los recortes de membrana en su totalidad ni la traspasaron al punto de crecer sobre el lado del papel poliéster. El crecimiento se detuvo a las 48 h ingresando a refrigeración (6°C).

Por otra parte, aquellas piezas a las que no se les aplicó la preparación de agua marina para siembra directa, no presentaron ningún crecimiento visible de colonias, al término de las 48 h.

Finalmente, no fue posible determinar si hubo cambio de coloración en la membrana, debido a la preexistente variación en la coloración de la membrana, resultado del monómero atrapado en dicha membrana (amina aromática).



*Figura 4: Recortes de membrana, que no fueron expuestas al bioensuciamiento*



*Figura 5: Aparición de colonias a las 24 h después de la siembra.*



*Figura 6: Crecimiento de colonias y formación de biopelícula a las 48 h después de la siembra*

#### **4.- CONCLUSIONES**

El nivel de salinidad en el Océano Pacífico se calcula en 35,000 ppm, sin embargo, durante la etapa de muestreo en las costas de Guaymas, dicho parámetro observó un rango de 29,133 a 29,534 ppm. Lo anterior implica que el uso de un medio de cultivo marino comercial, no habría representado realísticamente las condiciones salinas del área de muestreo, limitando la población microbiana que pudiera crecer, en un medio de cultivo que presentaría un mayor porcentaje de sales. Por tanto, las modificaciones realizadas originaron un medio cultivo marino adecuado, que mantiene las características halladas en esas costas, permitiendo la réplica de las condiciones en las que realmente existe la población microbiana de interés para este estudio. Debido a su alto rango de salinidad, el medio marino se considera como un medio selectivo, que no permite el crecimiento de microorganismos presentes en el medio ambiente. Esto asegura que únicamente los microorganismos extraídos durante el muestreo, son los que puedan sobrevivir en este medio. La probabilidad de contaminación de los cultivos, es reducida.

En adición a lo anterior, este porcentaje considerablemente menor en cuanto a las ppm de sólidos disueltos totales, en relación con los estándares para el Océano Pacífico,



demuestran que las corrientes de desecho de las desaladoras no causan un impacto negativo en esta zona, sin embargo, es necesario realizar un estudio que incluya estos mismos parámetros de campo en la costa de Guaymas, antes de que se instalaran las desaladoras.

Considerando los 6,128 UFC/ml (tabla 3) resultado del conteo total, en relación a los 138 cepas seleccionadas para su aislamiento, se concluye que los sitios muestreados presentaron una gran población bacteriana, pero con poca diversidad macroscópica. Dichos aislados representan especies microbianas halladas en grandes poblaciones en el sistema marino, con una gran capacidad de adaptación a este ambiente.

En cuanto al conteo de UFC/ml por sitio (tabla 4), no se encontró una variación significativa entre los conteos por punto muestreado. Sin embargo, se considera el hecho de que el punto que se muestreó más cercano al mar abierto, es el que presenta una menor cantidad de UFCs.

Al comprobar que a estos microorganismos les es posible adherirse a la membrana, se reprodujo la película que llega a producir el taponamiento de las membranas durante el proceso de desalación. A esta biopelícula se le adherirán otros elementos (arena, sales, partículas coloidales, etc.) originando el fenómeno llamado bioensuciamiento.

Actualmente, los 96 aislados recuperados se están caracterizando molecularmente a través de la amplificación, secuenciación y análisis del gen 16S RNAr por medio de la técnica de Reacción en Cadena de la Polimerasa. Además, se están desarrollando experimentos para identificar aquellas cepas microbianas involucradas directamente en la formación de las biopelículas, así como el diseño de membranas modificadas que inhiban la formación de éstas e incrementen la vida útil de las membranas de ósmosis inversa.

## 5.- REFERENCIAS

1. Flemming, Hans-Curt (2012). Microbial Biofouling: Unsolved Problems, Insufficient Approaches, and Possible Solutions. Biofilm, Universidad de Duisburg-Essen. Alemania. 81 p.

2. Alsvik, Inger & Hägg, May (2013). Pressure retarded osmosis and forward osmosis membranes: materials and methods. Universidad Noruega de Ciencias y Tecnología. 310 p.
3. Pavarina (2010). Biofilms: Formation, Development and Properties. Ohio State University. Estados Unidos. 5 p.
4. Del Vigo, Fernando (2012). Evaluación del impacto del ensuciamiento en membranas de ósmosis inversa. 2 p.
5. Romero, Griselda (2015). Proceso de muestreo de agua procedente del Mar de Cortés, para estudios de bioensuciamiento en membranas de osmosis inversa. Congreso de Ingeniería Ambiental “*Quien cuida del medio ambiente, cuida su vida*” Hermosillo, Sonora, del 6 al 8 de mayo de 2015.
6. Lyudmila, A. Romanenko (2008). Isolation, phylogenetic analysis and screening of marine mollusc-associated bacteria for antimicrobial, hemolytic and Surface activities. Microbiological Research 163. Japan. 633 – 644 p.
7. Medina, José Antonio (2000). Desalación de aguas salobres y de mar. 50 p.

## SULFONACIÓN DE POLISULFONAS COMERCIALES UDEL Y RADEL PARA ELABORAR MEMBRANAS COMPUESTAS PARA OSMOSIS INVERSA

Marcial Alfredo Yam Cervantes<sup>a</sup>, María Isabel Loría Bastarrachea<sup>a</sup>, José Luis Santiago García<sup>a</sup>, Manuel de Jesús Aguilar Vega<sup>a\*</sup>

<sup>a</sup>Centro de Investigación Científica de Yucatán A.C.  
\*e-mail: [marcial.yam@cicy.mx](mailto:marcial.yam@cicy.mx)

### RESUMEN

*Los procesos de desalinación basados en membranas son ampliamente utilizados en especial la ósmosis inversa por su buen desempeño y bajo costo de producción. El ensuciamiento de estas membranas es uno de los principales problemas. La introducción de grupos iónicos en la cadena principal de polisulfonas comerciales como Udel y Radel, pueden ayudar a reducir o minimizar la formación de la capa límite. Mediante la variación de la sulfonación en la cadena principal. Las membranas asimétricas fueron elaboradas por el método de inversión de fase utilizando soluciones de N-Metilpirrolidona y caracterizadas por FTIR, TGA. La morfología de las membranas con diferente grado de sulfonación fue analizada por SEM. Las membranas serán evaluadas por su desempeño de permeado en el flujo de agua y retención de sales*

**Palabras clave: Polisulfona, Sulfonación, membranas asimétricas, ensuciamiento.**

### 1. INTRODUCCIÓN

La escasez del agua es uno de los problemas a nivel mundial debido al crecimiento de las poblaciones, el desarrollo industrial y económico, la sobreexplotación de las fuentes naturales de extracción de agua dulce y la contaminación. Una alternativa para la solución de este problema es la desalinación del agua de mar<sup>1</sup>. En la actualidad la tecnología de membranas basada en los procesos de separación son de las más utilizadas en la tecnología de desalinación, en particular la osmosis inversa (OI) que ha tomado un gran auge en todo el sector industrial incluyendo sectores ambientales, energía, química y áreas de la biotecnología debido a las ventajas que ofrece tales como: una excelente estabilidad, alta eficiencia, bajo consumo de energía y su fácil operación. Sin embargo, un problema común que presentan este tipo de membranas es

*México, Distrito Federal. 15, 16 y 17 de Junio del 2015*

el ensuciamiento, la reducción de los tiempos de operación, reducción de la calidad de agua (flujo de permeado de agua), dando como resultado el incremento de los costos de operación de proceso y aumento en el consumo de energía<sup>2</sup>. La mayoría de las investigaciones enfocadas en la búsqueda continua para mejorar las propiedades anti-ensuciamiento de las membranas, la resistencia mecánica y química<sup>3,4</sup>, se basan en utilizar materiales como las polisulfonas para elaborar membranas asimétricas de soporte. Sin embargo este tipo de materiales presenta un inconveniente debido principalmente a su naturaleza hidrófoba, la adsorción, depósito de coloides, material particulado y sales, sobre la superficie de las membranas y dentro de los poros<sup>5</sup>. La introducción de grupos ácido sulfónicos ( $\text{SO}_3\text{H}$ ), en la cadena principal de polímeros tales como las polisulfonas podría ayudar a reducir o eliminar este problema. La sulfonación es una forma ampliamente utilizada para aumentar la hidrofiliidad de polímeros hidrófobos, mejora el flujo y la permeabilidad del agua en las membranas de ósmosis inversa. En este trabajo fueron introducidos grupos ácido sulfónicos en la cadena principal de las polisulfonas comerciales Udel y Radel con el fin de mejorar las propiedades anti ensuciamiento de las membranas utilizando clorosulfonato ácido de trimetilsililo (CISTMS). Las polisulfonas sulfonadas fueron utilizadas para elaborar membranas asimétricas con diferente concentración de  $\text{SO}_3\text{H}$  mediante curvas de punto de nube linealizadas<sup>6</sup>. A través de un proceso de inversión de fases fueron elaboradas membranas porosas de ambas polisulfonas Udel y Radel, basado en los diagramas de fase ternaria. Las membranas asimétricas fueron preparadas a partir de polisulfonas sulfonadas con diferente grado de sulfonación y serán probadas como material potencial para serán membranas de ultrafiltración y como material de soporte para la elaboración de membranas de película delgada para ósmosis inversa (TFC por sus siglas en inglés).

## 2. METODOLOGÍA

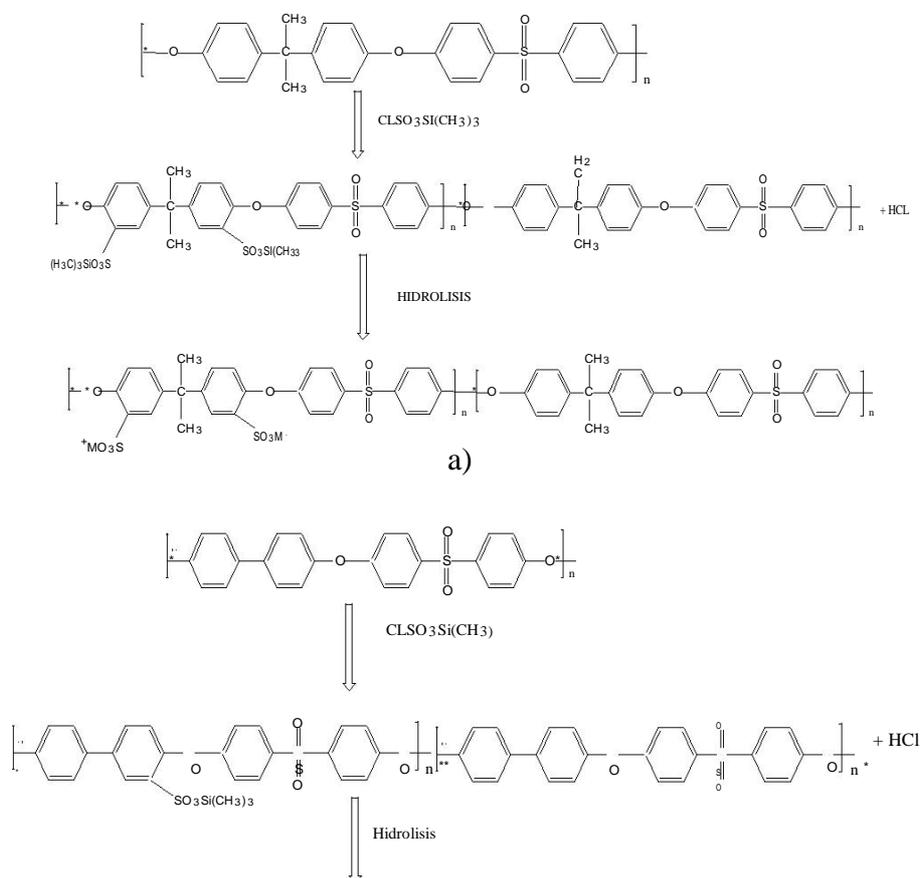
### 2.1 Parte experimental

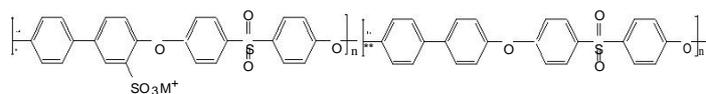
**Materiales:** Las polisulfonas fueron compradas a AMOCO, bajo sus nombres comerciales Udel y Radel. Estas fueron secadas a  $100^\circ\text{C}$  a vacío (30mmHg) por 24 horas previo a la sulfonación. Solubles en 1,2-diclorometano (Sigma-Aldrich, 99.8% anhidro) y 1,1,2,2-tetracloroetano (Aldrich 97%). Clorosulfonato de trimetilsililo

(((CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>SiSO<sub>3</sub>Cl, Aldrich 99%), 2-Isopropanol (JT Baker, 99.7%), Alcohol etílico (Fermont, 99.9%), 1-Metil-2 pirrolidona anhídrido (NMP, Sigma-Aldrich, 99.5%), NN-Dimetilformamida (Sigma-Aldrich, 99.8%), Hidroxido de Sodio (JT Baker, 99.3%), Fenoltaleina (RICCA, Chemical company).

## 2.2 Sulfonación de las polisulfonas

Las polisulfonas sulfonadas con varios grados de sulfonación fueron preparadas por la vía de sustitución electrofílica directa<sup>7</sup>. Para las muestras de las polisulfonas Udel y Radel fueron tratadas con el agente sulfonante clorosulfonato ácido de trimetilsililo para producir una polisulfona de sulfonato de sililo. La cantidad de producto formado fue controlado variando la relación molar entre el agente sulfonante y el polímero por un tiempo de reacción de 48 horas. Después de este tiempo de reacción el polímero fue adicionado por goteo en isopropanol para obtener el producto precipitado. El producto fue secado en un horno a vacío por al 48 horas a 110°C para remover todo el solvente posible de la producto. A continuación se presentan las reacciones de sulfonación de las polisulfonas (Figura 1).





b)

Figura 1. Síntesis de la reacción de sulfonación de las polisulfonas a) Udel y b) Radel.  $M^+$  puede ser  $Na^+$  o  $H^+$ .

### 2.3 Grado de sulfonación

El grado de sulfonación fue determinado por titulación de 0.5 g de polímero sulfonado fue disuelto en 10 mL de N,N-Dimetilformamida, para liberar los iones  $H^+$ , y neutralizarlos con una disolución NaOH 0.01 M utilizando fenolftaleína como indicador. El valor consumido de NaOH fue registrado para calcular el grado de sulfonación del polímero aplicando ecuación 1.

$$GS = \left( \frac{H}{M} \right) (\text{volumen de NaOH consumido}) P_{\text{muestra}} \times 1000 = (81 \text{ NaOH}) (\text{Volumen de NaOH consumido}) \quad (1)$$

Donde PM es el peso molecular del polímero en gramos de polisulfona sulfonada, es el  $P_{\text{muestra}}$ , peso de la muestra, 81 es el peso molecular del grupo  $-SO_3H$ .

### 2.4 Preparación de la membrana

Las membranas asimétricas fueron preparadas al 20 % (p/v) en disolución con NMP a partir de polisulfonas sulfonadas y sin sulfonar. La solución polimérica es vertida y rasada sobre un soporte de vidrio, después de un periodo de evaporación el soporte es introducido en un baño de coagulación con no-solvente por 24 horas, para promover el intercambio entre el solvente/no-solvente. Una vez formada la membrana es introducida en agua desionizada por un día y es puesta a sequedad a 50°C y se mantiene en una bolsa de plástico previo a su uso.

### 2.5 Diagrama de fase ternario a partir del punto de nube

Los diagramas de fase ternario fueron determinados experimentalmente tanto para los polímeros sulfonados y sin sulfonar de Udel y Radel a través de los puntos de nube obtenidos por el método de precipitación por titulación. La relación entre no-solvente/polímero, solvente/polímero para ambas polisulfonas en los diagramas ternarios para la fase de separación representan la binodal a partir de la cual se

obtuvieron las concentraciones para la formación de cada membrana.

### 3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

#### 3.1 Grado de sulfonación

De acuerdo con los resultados del grado de sulfonación de las polisulfonas nos indica la inserción de los grupos sulfónicos por unidad repetitiva. Esto significa que podemos estimar el número grupos sulfónicos que tenemos por unidad polimérica (Tabla 1).

*Tabla 1. Resultados obtenidos del grado de sulfonación (GS) de las polisulfonas Udel y Radel*

Udel	AGS/UPU	GS	Radel	AGS/UPR	GS
UdelSU-01	155	0.53	RadelSU-01	3.3	0.50
UdelSU-02	0.775	0.33	RadelSU-02	2	0.33
UdelSU-03	0.38	0.13	RadelSU-03	1.5	0.21

*AGS=CISTMS, UPU=Unidad Polimérica Udel, UPR=Unidad Polimérica Radel*

#### 3.2 Diagrama de fase ternario

Los diagramas de fase ternario Udel/NMP/NS, UdelSU/NMP/NS, Radel/NMP/NS, RadelSU/NMP/NS con diferente grado de sulfonación (Figura 2) muestran las curvas binodales de acuerdo con su grado de sulfonación, aquí podemos observar como la tendencia de las curvas binodales se mueve hacia el lado izquierdo conforme se incrementa la sulfonación de las polisulfonas. Este comportamiento es debido a que a medida que se incrementa la sulfonación, la hidroficidad de los polímeros aumenta la afinidad para absorber agua (Figura 2).

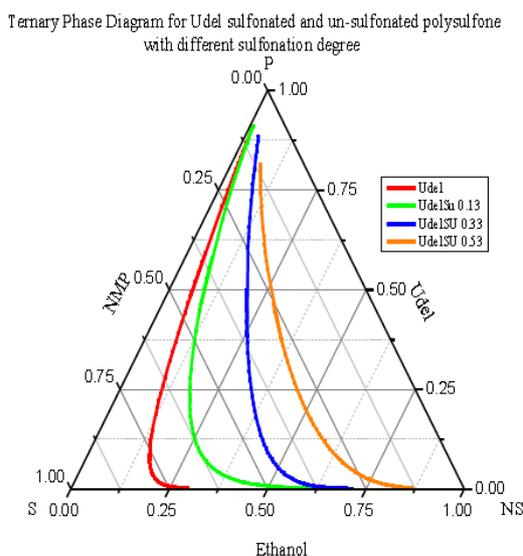


Figura 2. Representación esquemática de los diagramas de fase y determinación de las curvas binodales obtenidas por titulación de los puntos de nube.

### 3.3 Análisis FTIR

Los espectros de FTIR muestran distintas bandas correspondientes a los grupos funcionales de la cadena principal y grupos sulfónicos anclados, lo cual confirma cambios en las estructuras químicas de las polisulfonas. Como se muestra en la figura 3, la presencia de dos picos de absorción a  $1024\text{ cm}^{-1}$  y  $1081\text{ cm}^{-1}$ , para Ude1SU y dos picos de absorción a  $1024\text{ cm}^{-1}$  y  $1088\text{ cm}^{-1}$  para Rade1SU, fueron asignados a los estiramientos vibracionales simétricos y asimétricos de los grupos  $\text{O}=\text{S}=\text{O}$ , respectivamente. Estas bandas fueron corroboradas de acuerdo con la literatura reportada <sup>8</sup>.

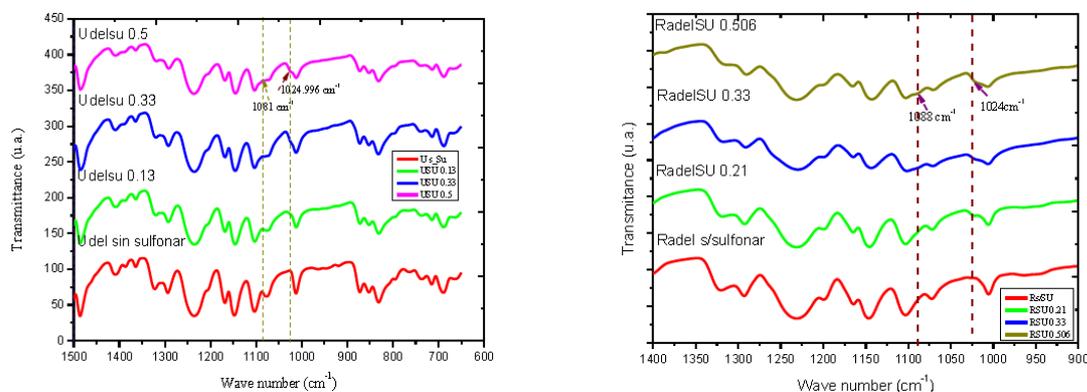


Figura 3. Espectros FTIR de a) Udel sulfonado y sin sulfonar. b) Radel sulfonado y sin sulfonar, ambos con diferente grado de sulfonación.

### 3.4 Análisis TGA

Los análisis de TGA muestran la temperatura de degradación de los grupos sulfónicos inicia a 270°C para ambas polisulfonas, con una descomposición inicial para la cadena principal de 465°C y un porcentaje de masa residual ~ 42, 34 y 25 % respectivamente para Udel. En la polisulfona Radel, su temperatura de degradación inicial se encontró a 510°C para la cadena principal. El porcentaje de masa residual fue ~54, 50 y 45% en las membranas sulfonadas respectivamente.

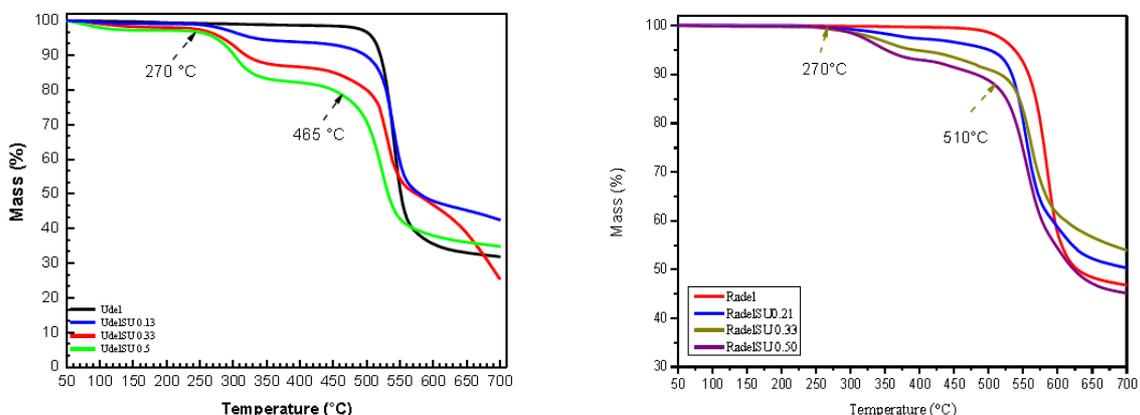


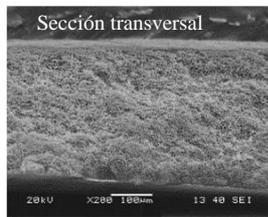
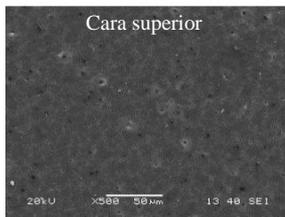
Figura 4. Termogramas de TGA de Udel y Radel sulfonado y sin sulfonar.

### 3.5 Morfología y Estructura

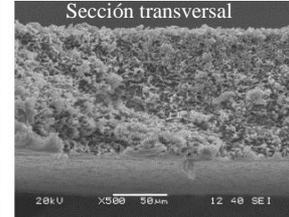
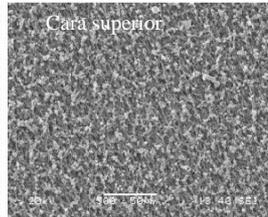
La microscopía electrónica de barrido (SEM) fue empleada para analizar la morfología y estructura de las membranas de polisulfona sin sulfonar y sulfonadas. La elaboración de las membranas asimétricas sulfonadas y sin sulfonar se realizó por inmersión y precipitación utilizando aditivos y bajas temperaturas para controlar la rapidez de precipitación en la formación de las membranas. Esta combinación de tiende a retrasar la rapidez de formación durante el intercambio entre solvente/no-solvente por lo que la difusión lenta permite una nucleación de poros homogénea reduciendo la formación de macroporos alargados debida a la rápida separación y facilitando la formación de una estructura tipo esponja (Figura 5). En las caras superficiales de las membranas sulfonadas se observa una superficie granular que se va incrementando a medida que el grado de sulfonación se incrementa. En general las membranas presentan una morfología tipo esponja con excepción de la muestra de UdelSU-02 en el corte transversal muestra una morfología con tipo macroporos alargados a diferencia de las

demás muestras.

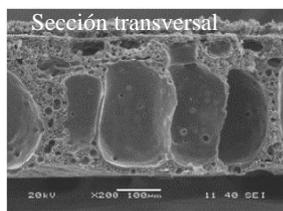
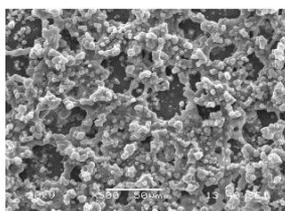
Udel (sin sulfonar)



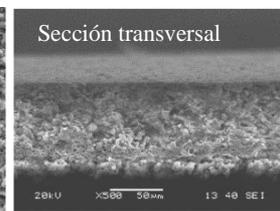
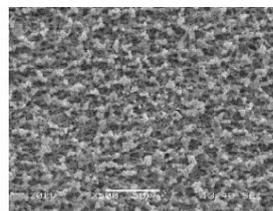
UdelSU-03(0.13)



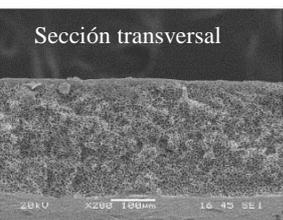
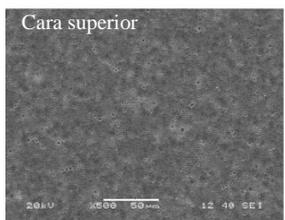
UdelSU-02 (0.26)



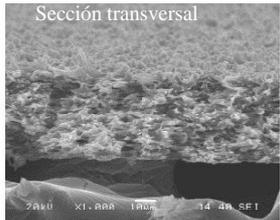
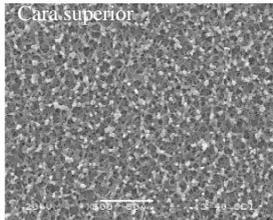
UdelSU-01 (0.53)



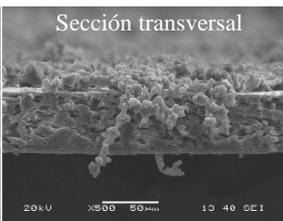
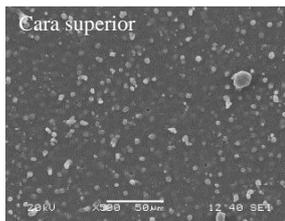
Radel (sin sulfonar)



RadelSU-03 (0.21)



RadelSU-02 (0.33)



RadelSU-01 (0.5)

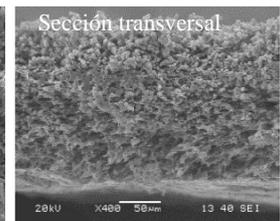
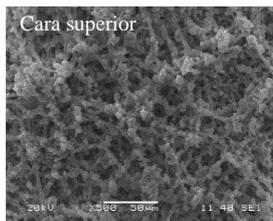


Figura 5. Morfología de las polisulfonas Udel y Radel sin sulfonar y sulfonadas. Cara superficial y corte transversal.

#### 4. CONCLUSIONES

- Se logró obtener membranas con diferentes grado de sulfonación controlando la relación de agente sulfonante en la reacción.
- Por FTIR se corroboró la presencia de los grupos sulfónicos en las polisulfonas modificadas.
- Por TGA se obtuvieron las temperaturas de degradación de los grupos

sulfónicos en la polisulfona a 270°C.

- d) Se obtuvieron los diagramas de fase ternario para cada polímero sin sulfonar y sulfonado que nos permiten encontrar la región en la cual se pueden preparar las membranas asimétricas y porosas.
- e) Las membranas asimétricas obtenidas pueden ser utilizadas como soportes para elaborar membranas compuestas TFC o bien ser probadas en UF con capacidad para evitar el ensuciamiento superficial de membranas por los depósitos de sales.

## 5 AGRADECIMIENTOS

*Agradezco el apoyo que me otorga el CONACYT a través de la beca no. 96869, al CICY por permitirme realizar mis estudios de Doctorado, en especial a mi asesor Dr., Manuel de Jesús Aguilar Vega por su apoyo en el desarrollo de este trabajo,*

## 5. REFERENCIAS

- <sup>1</sup>Ibáñez, R., Pérez-González, a., Gómez, P., Urtiaga, a. M. & Ortiz, I. *Desalination* **309**, (2013)165–170.
- <sup>2</sup>Guan, R., Zou, H., Lu, D., Gong, C. & Liu, Y. *Eur. Polym. J.* **41**, (2005)1554–1560.
- <sup>3</sup>Yang, W., Zhang, J. & Wang, Y. *Charged.* (2013)2875–2883. doi:10.1002/app.38469
- <sup>4</sup>Chen, S. H., Liou, R. M., Lai, J. Y. & Lai, C. L. *Eur. Polym. J.* **43**, (2007)3997–4007.
- <sup>5</sup>Sinha, M. K. & Purkait, M. K. *J. Memb. Sci.* **464**, (2014) 20–32.
- <sup>6</sup>Boom, R. M. & Smolders, C. A.. **34**, (1993) 2348–2356.
- <sup>7</sup>Lufrano, F., Squadrito, G., Patti, a. & Passalacqua, E. *J. Appl. Polym. Sci.* **77**, (2000)1250–1256.
- <sup>8</sup>Lau, W. J. & Ismail, a. F. *J. Memb. Sci.* **334**, (2009) 30–42.



## SINERGIAS ENTRE FLUJO PULSÁTIL Y FILAMENTOS DE MALLAS ESPACIADORAS EN MÓDULOS DE ÓSMOSIS INVERSA

Gustavo Adolfo Fimbres Weihs<sup>a,b\*</sup>, Jesús Álvarez Sánchez<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Departamento de Ciencias del Agua y Medio Ambiente, Dirección de Recursos Naturales, Instituto Tecnológico de Sonora, Cd. Obregón, Sonora, 85130, México

<sup>b</sup> Cátedras CONACyT, Instituto Tecnológico de Sonora, Cd. Obregón, Sonora, 85130, México.

\* e-mail: gustavo.fimbres@itson.edu.mx

### RESUMEN

*Este trabajo investiga, mediante simulaciones en 2D de dinámica de fluidos y transferencia de masa, el uso de flujo pulsátil para ósmosis inversa en módulos de membranas enrolladas en espiral. Esto con el motivo de aumentar la transferencia de masa y productividad de los módulos, sin afectar significativamente a la caída de presión y las pérdidas de energía. Se exploran las sinergias que existen entre el flujo pulsátil y las oscilaciones inducidas por las mallas. Los resultados indican que existe una frecuencia óptima a la cual se amplifican las perturbaciones. Pulsaciones a dicha frecuencia (relacionada con la frecuencia natural de oscilación del canal) ocasionan el desprendimiento de vórtices a números de Reynolds menores a 350, en comparación con valores mayores a 500 que serían necesarios sin pulsaciones. Esto se ve reflejado en un aumento en la transferencia de masa y el flux de permeado del orden de 12% a dichas condiciones.*

**Palabras clave:** Ósmosis inversa, flujo pulsátil, dinámica de fluidos por computadora, polarización de la concentración, transferencia de masa.

### 1. INTRODUCCIÓN

El agua es esencial para las viviendas, negocios, industria y agricultura. El crecimiento poblacional, la volatilidad en la demanda por agua y tratamiento de aguas residuales, así como las incertidumbres asociadas con el cambio climático, presentan grandes desafíos para el abastecimiento de agua. La escasez de agua potable y para riego es un problema a nivel mundial. Las dos terceras partes de México tienen escasez de agua de acuerdo a la ONU<sup>1</sup>. En Sonora existe escasez física de agua, lo que implica un problema grave, el



cual ha generado problemas sociales en los últimos años. Una alternativa para reducir el impacto de esta problemática es la desalinización de aguas marinas y salobres mediante el uso de un proceso viable, como lo es la Ósmosis Inversa (OI).

Existen dos tipos de módulos comúnmente disponibles para la separación basada en membranas: las membranas de fibra hueca, y las membranas enrolladas en espiral (MEE). Las MEE son usualmente la mejor opción para aplicaciones industriales de OI, NF y UF<sup>2-3</sup>. La principal dificultad que presentan éste tipo de módulos es la aparición de una capa de alta concentración cerca de la superficie de la membrana, un efecto cuyo nombre común es el de la “polarización de la concentración”<sup>4</sup>, y resulta en un aumento en la presión osmótica en la superficie de la membrana. La polarización de la concentración reduce el flux de solvente, la productividad del sistema, y también acelera el proceso del ensuciamiento de la membrana<sup>5-6</sup>.

La polarización de la concentración en módulos de MEE se ve reducida por las mallas espaciadoras que se utilizan para separar las membranas. Se ha demostrado experimental y numéricamente<sup>4, 7-8</sup> que la presencia de la malla espaciadora en los canales de membranas promueve la inestabilidad del flujo e incrementa el mezclado. El aumento de la transferencia de masa conlleva a una disminución de la polarización de la concentración y, consecuentemente, a una reducción de la presión osmótica y a un aumento en la tasa de permeado de la membrana. Sin embargo, un aumento en la transferencia de masa conseguido al aumentar la velocidad del flujo cruzado también resulta en una caída de presión mayor a lo largo del canal, lo cual disminuye la fuerza impulsora y aumenta los requerimientos energéticos de la operación.

Recientemente se han empleado técnicas de simulación de la dinámica de fluidos en el estudio de sistemas de membranas<sup>9</sup>. La simulación reduce significativamente el tiempo, costo y riesgo asociado con experimentos<sup>10</sup>. El uso de dichos métodos numéricos ha identificado la generación de vórtices y su desprendimiento como uno de los mecanismos principales para el mejoramiento de la transferencia de masa<sup>4</sup>. HYPERLINK \l "page10"  
11.

A pesar de que en las últimas décadas se han dado mejoras a transferencia de masa y al entendimiento de fenómenos de transporte dentro de módulos de membranas, existen numerosas brechas en el entendimiento de fenómenos dependientes de tiempo y a pequeña escala dentro de dichos módulos. Se ha sugerido que un esfuerzo cortante



variable podría ser la solución para incrementar la transferencia de masa sin aumentar excesivamente la caída de presión y las pérdidas energéticas<sup>12</sup>. En operaciones de microfiltración se ha visto que el flujo pulsátil promueve el desprendimiento de las capas de ensuciamiento<sup>13</sup> a través del efecto de la velocidad cortante<sup>14</sup>. Para OI, estudios numéricos en canales vacíos<sup>15-16</sup>, y experimentales en canales con mallas espaciadoras<sup>17</sup> han demostrado que el uso de flujo pulsátil aumenta la transferencia de masa. Zamani y colaboradores<sup>18</sup> estiman que el uso de perturbaciones variantes en el tiempo tiene potencial de incrementar el flux en un factor de 2 a 5, con un aumento en la caída de presión de solamente el 10%. Sin embargo, los mecanismos que llevan a dicho aumento para operaciones de OI en módulos de MEE y las sinergias que existen con las perturbaciones inducidas por las mallas no han sido estudiados a detalle.

Estudios preliminares en canales de OI con mallas<sup>19</sup> indican que es posible inducir mediante perturbaciones oscilantes en la superficie de la membrana el desprendimiento de los vórtices generados por los filamentos de las mallas espaciadoras, a números de Reynolds más bajos que a los que ocurre naturalmente sin perturbaciones externas. Este desprendimiento resulta en un aumento en la transferencia de masa y, por ende, en un mejor desempeño caracterizado por un aumento en la tasa de permeado de la unidad de membrana. También se sabe que la geometría del canal con mallas promueve la amplificación de perturbaciones con frecuencias específicas<sup>19</sup>.

En este trabajo se simulan perturbaciones mediante flujo pulsátil, en un canal plano con obstrucciones, representativo de un módulo de MEE. Se analizan los mecanismos que conllevan a la mejora de transferencia de masa y, por ende, a una mayor producción de permeado.

## 2. METODOLOGÍA

Mediante el uso del paquete de simulación de dinámica de fluidos por computadora ANSYS CFX 15.0, se llevan a cabo simulaciones del flujo dentro de canales planos bidimensionales limitados por membranas de ósmosis inversa. La simulación resuelve las ecuaciones de Navier-Stokes (continuidad y momentum) y de transporte de masa para condiciones de estado no-estacionario o transitorio. Los canales contienen 10 obstrucciones circulares, representativas del perfil de los filamentos de las mallas espaciadoras, como se ilustra en la Figuras 1 y 2. A la entrada del canal se simula la

*México, Distrito Federal. 15, 16 y 17 de Junio del 2015*

alimentación de agua con una concentración de 2000 mg/L de NaCl, representativa de agua salobre<sup>20</sup>.

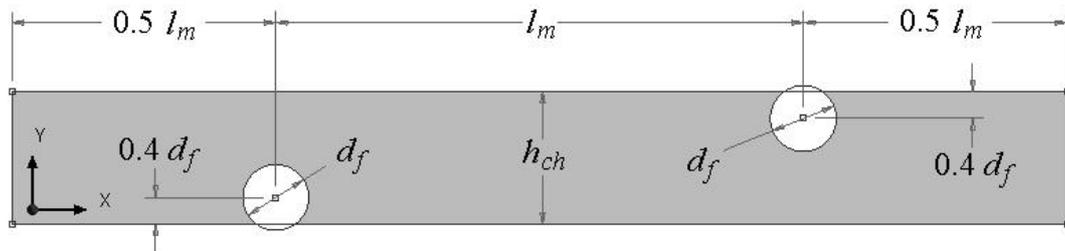


Figura 1. Geometría de las obstrucciones (filamentos de malla) en el canal de membranas. Este patrón se repite 5 veces en el canal.

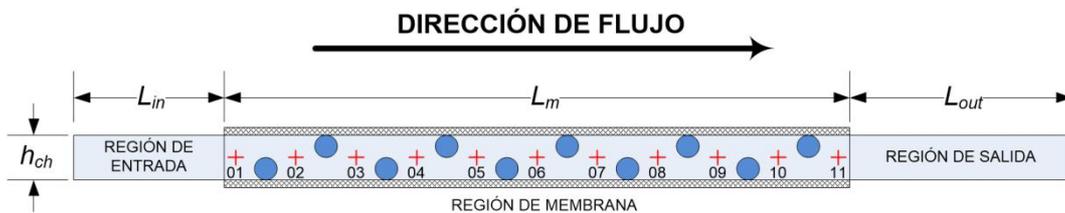


Figura 2. Geometría del canal, indicando las posiciones donde se toman mediciones de las condiciones del flujo dentro del canal (puntos 01 a 11).

Las condiciones frontera son de pared ( $u = v = d\omega/dn = 0$ ) en las superficies sin permeado (mallas, canal sin membrana), de presión constante a la salida, de velocidad pulsátil (constante o variando sinusoidalmente en el tiempo) y concentración especificada en la entrada, y de permeado con rechazo en la superficie de la membrana<sup>10</sup>. Las propiedades de la membrana son representativas de una membrana para desalinización de agua salobre<sup>20</sup>. Se incluye una longitud de entrada y salida para evitar la propagación de los efectos de entrada y salida hasta la sección del canal con membrana<sup>11</sup>. Estudios previos<sup>21-22</sup> indican que ni la gravedad ni variaciones de densidad tienen efectos significativos en las soluciones obtenidas, por lo cual se consideran propiedades constantes (viscosidad, densidad, difusividad) y se excluye el efecto de la gravedad. Estos y otros datos geométricos se resumen en la Tabla 1.



Tabla 1. Resumen de los parámetros de simulación utilizados en este trabajo.

Variable	Valor
Altura del canal ( $h_{ch}$ )	3 mm
Longitud del canal ( $L_m$ )	228 mm
Longitud de entrada ( $L_{in}$ )	36 mm
Longitud de salida ( $L_{out}$ )	72 mm
Diámetro del filamento ( $d_f$ )	1.8 mm
Distancia entre filamentos ( $l_m$ )	12 mm
Densidad de solución ( $\rho$ )	1000 kg m <sup>-3</sup>
Viscosidad de solución ( $\alpha$ )	1×10 <sup>-3</sup> Pa s
Difusividad del soluto ( $D$ )	1.67×10 <sup>-9</sup> m <sup>2</sup> s <sup>-1</sup>
Coefficiente de presión osmótica ( $\phi$ )	80.51 MPa
Coefficiente de reflejo ( $\sigma$ )	1
Rechazo de soluto intrínscico ( $R_{slr}$ )	0.996
Permeabilidad de la membrana ( $L_p$ )	3.89×10 <sup>-11</sup> m Pa <sup>-1</sup> s <sup>-1</sup>

Como primer paso, se realizan simulaciones a distintas velocidades constantes de alimentación, con permeado, para determinar las frecuencias de perturbación que el canal amplifica naturalmente. En este trabajo se investigan regímenes de flujo con número de Reynolds entre 350 y 600, pues son valores comunes para sistemas de ósmosis inversa<sup>23</sup>, y el número de Reynolds crítico (arriba del cual el flujo comienza a desprender vórtices naturalmente) se encuentra en dicho rango<sup>24</sup>.

Para condiciones a las que el flujo es naturalmente estable (estado estacionario), las frecuencias de perturbación que son amplificadas naturalmente por la geometría de las obstrucciones (la malla espaciadora), se identifican haciendo uso de una prueba de respuesta a frecuencia. El análisis de respuesta a frecuencia se basa en una descomposición de Fourier, y se utiliza normalmente para analizar el comportamiento de sistemas dinámicos lineales unidimensionales<sup>25-26</sup>. La respuesta a la frecuencia se obtiene comparando la transformada de Fourier de la entrada al sistema (la perturbación) con la salida del sistema. En este trabajo, la perturbación consiste en un pulso determinado por una función de coseno desplazado  $\frac{1}{2} - \frac{1}{2} \cos(2\pi t/t_w)$  el cual aumenta en hasta un 5% la velocidad de alimentación. Las salidas del sistema que se miden son las velocidades en dirección normal a la membrana en distintos puntos del canal, indicados en la Figura 2. Una vez identificada la frecuencia natural del sistema, se realizan simulaciones con flujo pulsátil a dicha frecuencia natural, así como a frecuencias más altas y bajas para corroborar que en verdad se esté utilizando la frecuencia óptima para aumentar el coeficiente de transferencia de masa y el mezclado

dentro del canal, lo cual resulta en mayor productividad del sistema.

### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La Figura 3 compara el uso de flujo pulsátil a 20 y 30 Hz a un número de Reynolds de 350, al efecto de aumentar el número de Reynolds. Como se observa en la figura, el flujo pulsátil resulta en un aumento del flux de permeado de poco más de 12%. Este aumento es equivalente al que se obtendría al aumentar el número de Reynolds de 350 a aproximadamente 479. Sin embargo, tal aumento del número de Reynolds sin flujo pulsátil significaría un aumento en la energía necesaria para bombear la alimentación de aproximadamente el 140%, es decir, se necesitaría más del doble de energía de bombeo para obtener un flux similar sin utilizar flujo pulsátil. Por otro lado, el utilizar el flujo pulsátil solamente causa un aumento en la caída de presión de poco más del 1%.

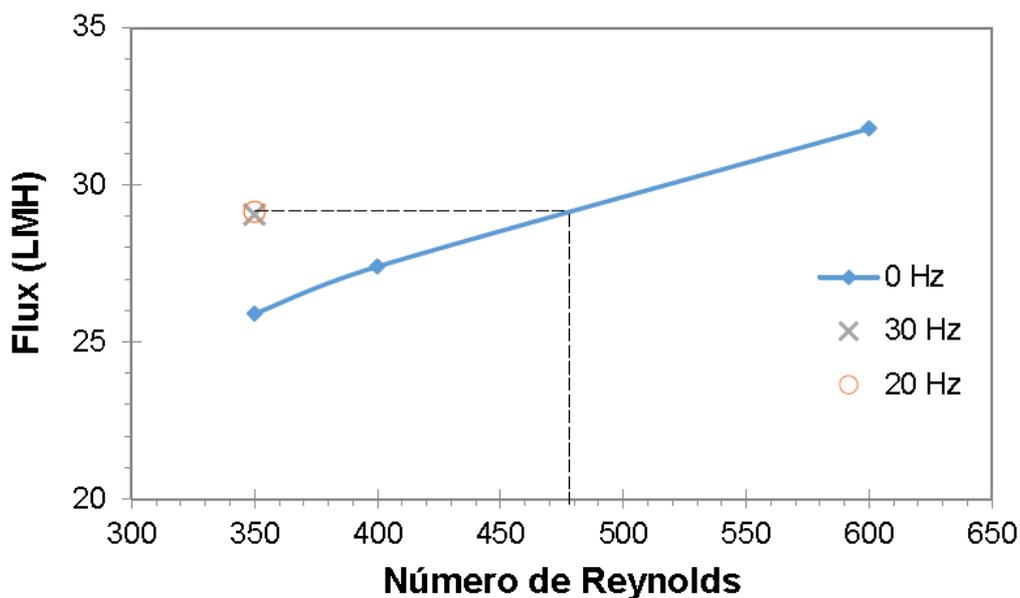


Figura 3. Efecto del número de Reynolds y la frecuencia del flujo pulsátil en el flux de permeado para la geometría estudiada en este trabajo.

La causa del aumento en el flux de permeado se puede explicar analizando el régimen de flujo. Para un número de Reynolds de 600, la Figura 4 muestra que existe desprendimiento de vórtices sin necesidad de flujo pulsátil. Dicho desprendimiento está asociado con un aumento en la renovación de la capa límite, que conlleva a una mejora en la transferencia de masa y, por lo tanto, en un aumento en el flux<sup>7</sup>, HYPERLINK \l "page10" <sup>19</sup>. A números de Reynolds menores, tales como 350 y 400, no se aprecia

desprendimiento de vórtices en la Figura 4, lo cual concuerda con resultados reportados en la literatura<sup>4</sup>, [HYPERLINK \l "page10" 24,27](#). Sin embargo, al utilizar flujo pulsátil a 20 ó 30 Hz a un número de Reynolds de 350, es posible apreciar el desprendimiento de vórtices detrás del filamento de la malla espaciadora. Esto explica el aumento de flux bajo dichas condiciones.

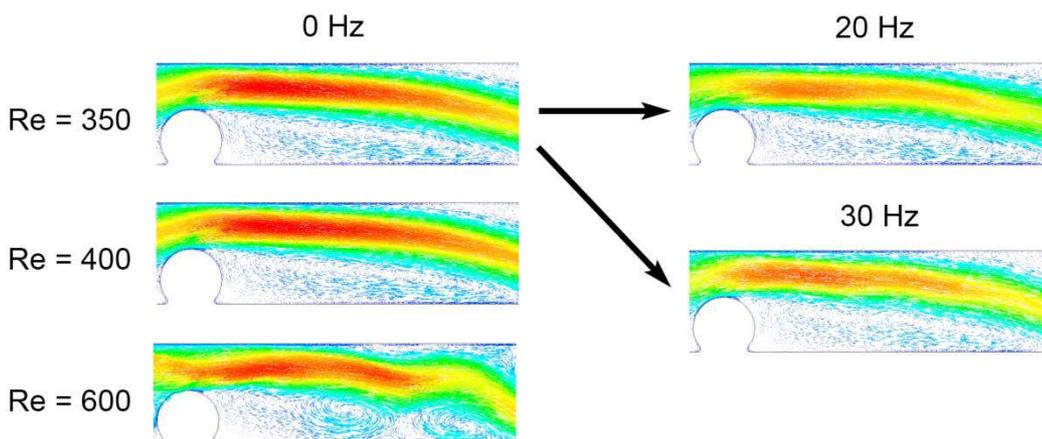


Figura 4. Efecto del número de Reynolds y la frecuencia del flujo pulsátil en el régimen de flujo. Los colores rojos representan mayor velocidad.

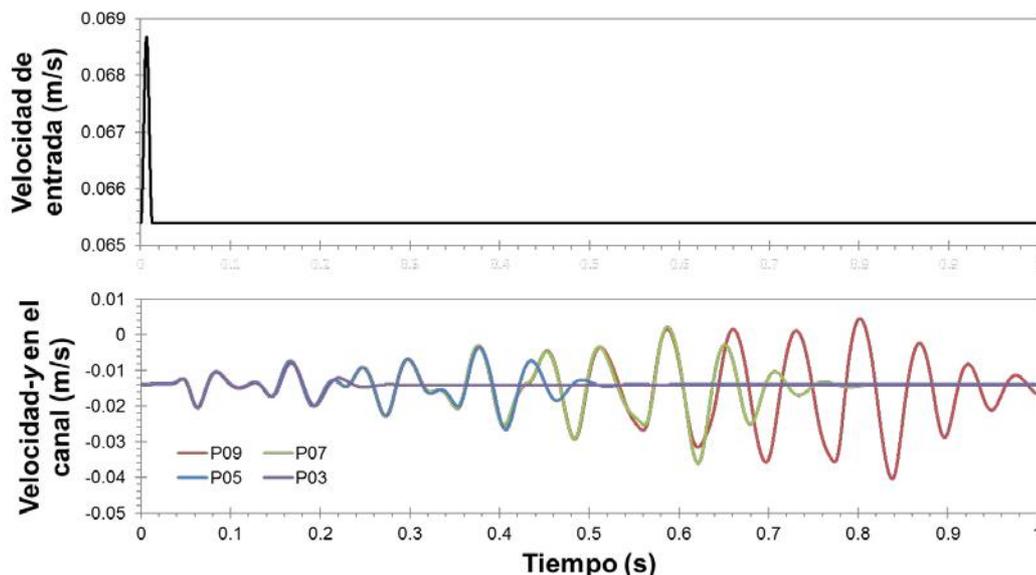


Figura 5. Respuesta en el tiempo al pulso en la velocidad, a un número de Reynolds de 350.

Para un número de Reynolds de 350, los resultados en forma de series de tiempo y de prueba de respuesta a frecuencia se presentan en las Figuras 5 y 6. En la Figura 5 se observan las series de tiempo del pulso de la perturbación de entrada, así como las perturbaciones resultantes en la velocidad y (en la dirección normal a la membrana).

Para los puntos más cerca a la entrada del canal, la perturbación dura menos tiempo que para los puntos más alejados a la entrada. Esto se debe a que la perturbación causa cambios en todo el canal, pues la presión en un fluido incompresible se transfiere instantáneamente, y por ende la velocidad cambia en todos los puntos de manera sincrónica a la velocidad de entrada.

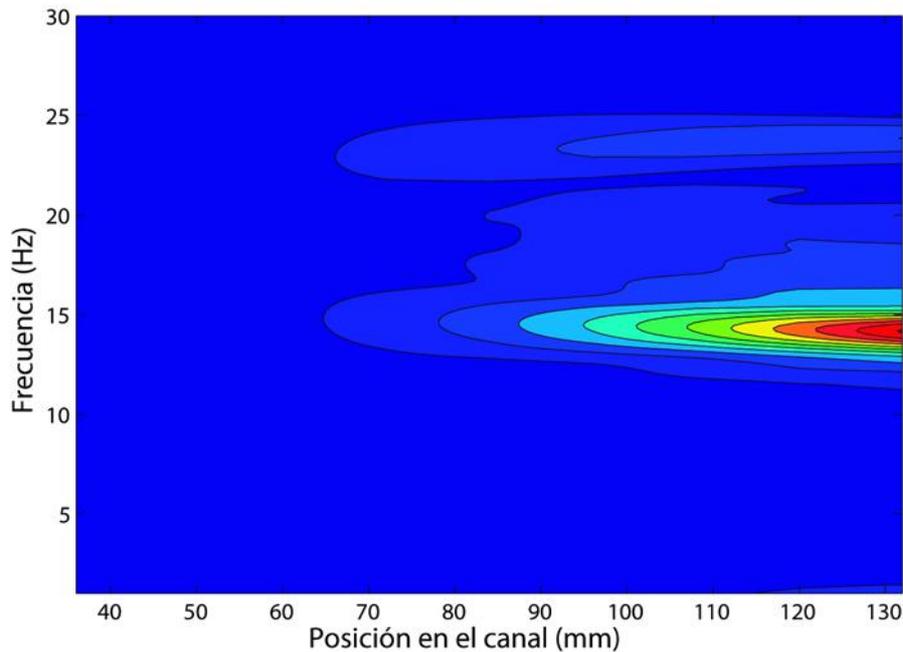


Figura 6. Respuesta a la frecuencia para distintas posiciones a lo largo del canal, a un número de Reynolds de 350. Los colores rojos representan mayor ganancia.

También se observa en la Figura 5 que las respuestas más alejadas a la entrada del canal son más marcadas que las que se encuentran cerca de la entrada. Esto sugiere que la perturbación es amplificada mientras recorre lo largo del canal. Este efecto también puede apreciarse en la Figura 6, la cual presenta la respuesta a la frecuencia en los distintos puntos del canal. En la Figura 6, colores más cercanos al rojo indican que la ganancia de dicha frecuencia es mayor. Se observa que el canal con mallas amplifica preferentemente oscilaciones con frecuencias cercanas a los 14 Hz, así como frecuencias cercanas a los 24 Hz, aunque estas últimas en menor medida. De acuerdo a estos resultados, la prueba de respuesta a la frecuencia indica que oscilaciones de velocidad del flujo de aproximadamente 14 Hz resultarán en un mayor impacto que a



cualquier otra frecuencia.

#### 4. CONCLUSIONES

Los resultados reportados en este trabajo demuestran que el flujo pulsátil tiene el potencial de aumentar la productividad de los módulos de ósmosis inversa sin aumentar significativamente el costo energético. Para un número de Reynolds de 350, es posible obtener un aumento de poco más de 12% en el flux al utilizar un flujo de alimentación pulsátil con una frecuencia de entre 20 y 30 Hz, con un aumento de costo de bombeo de poco mayor al 1%. Dicho aumento en flux es equivalente a aumentar el número de Reynolds a 479, pero que conllevaría a un aumento en la energía de bombeo de aproximadamente 140%. Esto significa que el flujo pulsátil tiene la capacidad de aumentar el flux de permeado sin tanto impacto como lo tendría el aumentar el número de Reynolds. La prueba a la respuesta de frecuencia indica que oscilaciones a una frecuencia de 14 Hz serían amplificadas en mayor medida, por lo que potencialmente es posible obtener un aumento en la productividad aún mayor al utilizar dicha frecuencia.

#### 5. REFERENCIAS

- <sup>1</sup>WWAP, The United Nations World Water Development Report 4: Managing Water under Uncertainty and Risk; UNESCO: Paris, 2012.
- <sup>2</sup>P.R. Neal, H. Li, A.G. Fane, D.E. Wiley, J. Membr. Sci. 214 (2003) 165-178.
- <sup>3</sup>J. Schwinge, P.R. Neal, D.E. Wiley, D.F. Fletcher, A.G. Fane, J. Membr. Sci. 242 (2004) 129-153.
- <sup>4</sup>G.A. Fimbres-Weihs, D.E. Wiley, D.F. Fletcher, Ind. Eng. Chem. Res. 45 (2006) 6594-6603.
- <sup>5</sup>H.-C. Flemming, Experimental Thermal and Fluid Science 14 (1997) 382-391.
- <sup>6</sup>C. Picioreanu, J.S. Vrouwenvelder, M.C.M. van Loosdrecht, J. Membr. Sci. 345 (2009) 340-354.
- <sup>7</sup>G.A. Fimbres-Weihs, D.E. Wiley, J. Membr. Sci. 306 (2007) 228-243.
- <sup>8</sup>C.P. Koutsou, S.G. Yiantsios, A.J. Karabelas, J. Membr. Sci. 326 (2009) 234-251.
- <sup>9</sup>G. Keir, V. Jegatheesan, Rev Environ Sci Biotechnol 13 (2014) 183-201.
- <sup>10</sup>G.A. Fimbres-Weihs, D.E. Wiley, Chem. Eng. Process.: Process Intens. 49 (2010) 759-781.
- <sup>11</sup>J. Schwinge, D. Wiley, D.F. Fletcher, Ind. Eng. Chem. Res. 41 (2002) 4879-4888.



- <sup>12</sup>A.G. Fane, R. Wang, M.X. Hu, *Angew. Chem. Int. Ed.* 54 (2015) 3368-3386.
- <sup>13</sup>H. Li, A.G. Fane, H.G.L. Coster, S. Vigneswaran, *J. Membr. Sci.* 149 (1998) 83-97.
- <sup>14</sup>T. Nishimura, S. Matsune, *Int. J. Heat Fluid Flow* 19 (1998) 583-593.
- <sup>15</sup>A. Alexiadis, J. Bao, D.F. Fletcher, D.E. Wiley, D.J. Clements, *Ind. Eng. Chem. Res.* 44 (2005) 7823-7834.
- <sup>16</sup>Z. Jalilvand, F. Zokaee Ashtiani, A. Fouladitajar, H. Rezaei, *J. Membr. Sci.* 450 (2014) 207-214.
- <sup>17</sup>C. Rodrigues, M. Rodrigues, V. Semiao, V. Geraldese, *Chem. Eng. Sci.* 123 (2015) 536-541.
- <sup>18</sup>F. Zamani, J.W. Chew, E. Akhondi, W.B. Krantz, A.G. Fane, *Desalination* 356 (2015) 328-348.
- <sup>19</sup>Y.Y. Liang, G.A. Fimbres Weihs, D.E. Wiley, CFD Modelling of Electro-Osmotic Mass Transfer Enhancement in Spacer-Filled Membrane Channels. In *The 10th International Congress on Membranes and Membrane Processes (ICOM 2014)*, Suzhou, China, 2014.
- <sup>20</sup>G.A. Fimbres Weihs, D.E. Wiley, *J. Membr. Sci.* 449 (2014) 38-49.
- <sup>21</sup>D. Wiley, D.F. Fletcher, *J. Membr. Sci.* 211 (2003) 127-137.
- <sup>22</sup>D.F. Fletcher, D. Wiley, *J. Membr. Sci.* 245 (2004) 175-181.
- <sup>23</sup>C.P. Koutsou, S.G. Yiantsios, A.J. Karabelas, *J. Membr. Sci.* 291 (2007) 53-69.
- <sup>24</sup>A. Alexiadis, D.E. Wiley, D.F. Fletcher, J. Bao, *Ind. Eng. Chem. Res.* 46 (2007) 5387-5396.
- <sup>25</sup>V.J. Law, R.V. Bailey, *Chem. Eng. Sci.* 18 (1963) 189-202.
- <sup>26</sup>E.O. Doebelin, *System Modeling and Response: Theoretical and Experimental Approaches*. Wiley: 1980.
- <sup>27</sup>J. Schwinge, D. Wiley, D.F. Fletcher, *Ind. Eng. Chem. Res.* 41 (2002) 2977-2987.



## DISEÑO, CONSTRUCCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE UN DESTILADOR POR MEMBRANA

Samantha Arlette Castillo Berrones<sup>a</sup>, Juliette Alexandra Lambert<sup>b\*</sup>, Alejandro Alatorre Ordaz<sup>a</sup>.

<sup>a</sup> Universidad de Guanajuato, Departamento de Química, Cerro de la Venada s/n, Guanajuato, Gto 36250.

<sup>b</sup> CIATEC, A.C., Calle Omega 201, Fracc. Industrial Delta, León, Gto 37545.

\*e-mail: [jlambert@ciatec.mx](mailto:jlambert@ciatec.mx)

### RESUMEN

*Este trabajo presenta el diseño, la construcción y la caracterización de un prototipo de Destilador por Membrana para la desmineralización de agua. El prototipo se basa en un reactor de modo tangencial en contacto directo. Se evalúa su desempeño con membranas comerciales de microfiltración de PVDF y ultrafiltración de PES en función de variables como el gradiente de temperatura, la concentración de cloruro de sodio en la alimentación y el flujo.*

**Palabras clave:** Destilación por Membrana en contacto directo, desalinización, membrana.

### 1. INTRODUCCIÓN

La mayor cantidad de agua disponible en la Tierra se encuentra como agua salada, por lo que se requieren procesos de desalinización eficientes para la obtención de agua potable. Por desalinización entendemos la producción de agua dulce proveniente de agua salina o agua salobre por la remoción de sales disueltas para convertirla en agua adecuada para uso humano, agrícola e industrial<sup>1</sup>. Dentro de las tecnologías comerciales disponibles de desalinización se encuentran procesos térmicos (evaporación flash multi-etapa, destilación múltiple efecto y compresión de vapor, etc.) y procesos de membrana (ultrafiltración, nanofiltración, ósmosis inversa, electrodiálisis, diálisis, destilación en membranas (MD))<sup>2</sup>. Los procesos de separación utilizando membranas son soluciones viables. La ósmosis inversa es el proceso más frecuentemente empleado a nivel industrial, por ser una tecnología flexible que permite tratar diferentes tipos de agua; es competitiva en costos de producción. Sin embargo, requiere de presiones elevadas el agua a través de las membranas semipermeables para separar sales e impurezas, consumiendo grandes cantidades de energía en los sistemas de bombeo. Como



alternativa se han investigado otros procesos como la destilación por membrana (MD), tecnología en ascenso para la desmineralización de aguas salinas. La primera patente de MD fue realizada por Bodell en 1963<sup>3</sup> y el primer artículo publicado fue 4 años después por Findley<sup>4</sup>. Pero el interés se perdió debido la aplicación comercial de la ósmosis inversa<sup>5</sup>. A principios de los años 80's hubo un avance en la producción de nuevas membranas con altas porosidades y espesores pequeños recuperando el interés de la comunidad científica por la MD, generando gran cantidad de publicaciones en los últimos 15 años, las cuales abarcan desde caracterización de prototipos, desarrollo de nuevas membranas, adaptación de membranas comerciales así como para solucionar las principales desventajas operativas del proceso. Dentro de sus campos de aplicación se pueden mencionar la desalinización del agua, remoción de trazas de compuestos volátiles orgánicos en agua residual, concentración de iones, producción de concentrado de jugo de frutas e inclusive tratamiento de agua de desecho nuclear<sup>6</sup>. La MD es un proceso basado en un gradiente de temperatura, empleado como fuerza motriz, en el cual el agua en fase vapor atraviesa la membrana desde la alimentación para condensarse en el permeado. Existen cuatro principales configuraciones, en las cuales la alimentación siempre está en contacto directo con la membrana (figura 1): DCMD (Destilación por Membrana en Contacto Directo), el producto está en contacto directo con la membrana; AGMD (Destilación por Membrana por Brecha de Aire), el producto está separado de la membrana por una brecha de aire; SGMD (Destilación por Membrana por Arrastre de Gas), el vapor es arrastrado por una corriente de gas inerte frío en el lado permeado y la condensación se lleva a cabo fuera de la celda; VMD (Destilación por Membrana por Vacío), el vapor está extraído por vacío y condensado fuera de la celda. Las membranas utilizadas en MD deben ser hidrofóbicas del lado de la alimentación, micro-porosas para permitir el paso de vapor a través de la membrana, de baja conductividad térmica, con buena estabilidad térmica y resistencia a químicos. Las membranas comerciales más utilizadas están hechas de politetrafluoroetileno (PTFE), polipropileno (PP) y fluoruro de polivinilideno (PVDF), y se emplean en módulos de tipo fibra hueca o tubular. Este trabajo se enfoca en la construcción y evaluación de un prototipo de DCMD, usando membranas comerciales para la desmineralización de agua salobre.

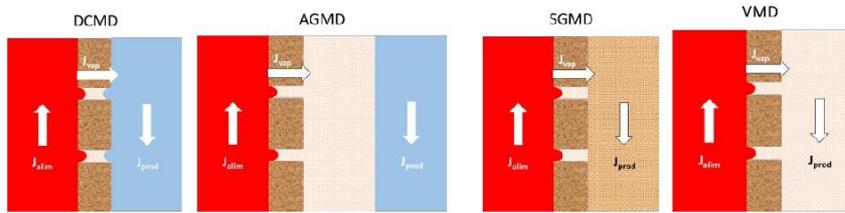


Figura 1: Configuraciones de MD

## 2. METODOLOGÍA

Se evaluaron dos membranas comerciales cuyas especificaciones se resumen en la tabla 1.

Tabla 1 Especificaciones de las membranas utilizadas

Marca	Codificación	Material	Tamaño de poro	Aplicación	Peso molecular de corte
TriSep	UE50	PES		Ultrafiltración	100 KDa
TriSep	TM10	PVDF	0.2 $\mu\text{m}$	Microfiltración	

Se empleó cloruro de sodio, grado ACS, marca Karal.

La parte fundamental del equipo es la celda, para la cual se utilizó como material de construcción Nylomaq “M” de  $\frac{1}{2}$ ” de espesor, por sus buenas propiedades mecánicas, rigidez, dureza, tenacidad, bajo coeficiente de fricción, resistencia al desgaste y facilidad de maquinado. El reactor de membrana se construyó con dos placas de Nylomaq de 13.2x1.2x18 cm. Se fabricaron dos tipos de separadores con lámina de neopreno de 1/16” de espesor para obtener una superficie activa de la membrana de 0.00575 m<sup>2</sup> (figura 2).

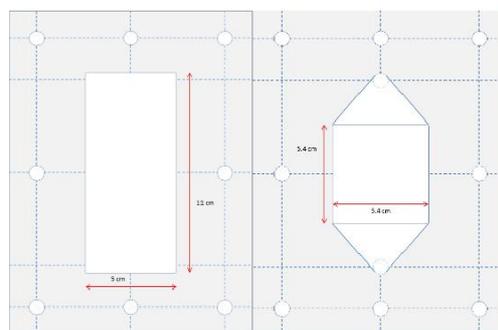


Figura 2. Geometría de los separadores de neopreno.

Se construyeron dos tanques de acrílico de 10 cm diámetro y 20 cm de altura, para los



compartimientos de alimentación y permeado, con un volumen de 1.5 litros cada uno, graduados en escala métrica, aislados térmicamente con espuma de poliuretano. Se utilizaron mangueras de Nylon de ¼” de diámetro, las cuales fueron aisladas térmicamente con espuma tubular negra de poliuretano para disminuir las pérdidas de calor al ambiente. Las soluciones fueron bombeadas con una bomba peristáltica de dos cabezas, modelo 7554-90, marca MasterFlex y dos rotámetros para el registro del flujo del líquido. Se determinó previamente la relación entre velocidad de la bomba y flujo de solución en los circuitos considerando la relación:

$$J = \frac{v}{t}, \quad (1)$$

Considerando J, flujo ( $\text{m}^3/\text{s}$ ); V, volumen ( $\text{m}^3$ ) y t, tiempo (s). Se obtuvieron los siguientes flujos de trabajo (tabla 2).

Tabla 2. Flujo promedio de las velocidades de la bomba

Velocidad	J ( $10^{-6} \text{ m}^3/\text{s}$ )
1	4.31
2	8.26
3	11.75
4	15.15

Para la medición de la temperatura se usaron dos controladores digitales de temperatura TS2 de la marca Love. Se midió el pH así como la conductividad en los tanques de alimentación y permeado. El control de la temperatura en el circuito del permeado se logró gracias a la circulación a través de un serpentín de manguera de Nylon de ¼” ubicado en un doble tanque lleno de hielo, rodeando el tanque de almacenamiento del producto. El control de la temperatura en el circuito de alimentación se logró gracias a la circulación vía un balón de 250 ml calentado por un baño de glicerina. En la figura 3 se muestra el esquema del prototipo final. Para visualizar el régimen hidrodinámico por la superficie activa de la membrana se hizo una prueba de tinte, para lo cual, se construyó una media celda de acrílico colocando en su interior un separador (rectangular de  $0.0057 \text{ m}^2$  o hexagonal de  $0.0056 \text{ m}^2$ ). Se inyectó por la parte inferior de la celda azul de metileno y se repitió para cada separador a diferentes flujos.

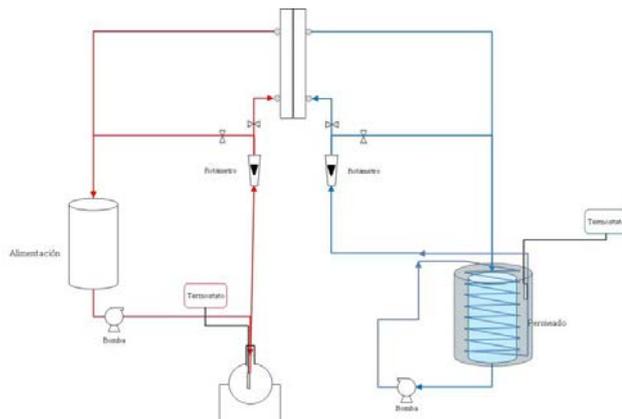


Figura 3. Esquema de prototipo final de MD

Se calculó el número de Reynolds, según la relación:

$$Re = \frac{\rho V L}{\mu}, \tag{2}$$

Considerando,  $\rho$ , densidad del fluido ( $\text{kg/m}^3$ ),  $\mu$ , viscosidad dinámica del fluido ( $\text{kg/(m.s)}$ ),  $V$ , velocidad característica del fluido ( $\text{m/s}$ ) y  $L$ , dimensión característica o diámetro equivalente ( $\text{m}$ ). El diámetro equivalente es el diámetro de un ducto circular que presenta la misma pérdida de presión que un ducto rectangular (figura 4).

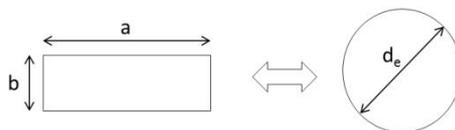


Figura 4. Representación del diámetro de un ducto circular que presenta la misma pérdida de presión que un ducto rectangular

El diámetro equivalente de un ducto rectangular se calcula según la relación de Huebscher:

$$d_e = 1.30x((axb)^{0.625}/(a + b)^{0.25}) \tag{3}$$

Considerando  $d_e$ , diámetro equivalente ( $\text{mm}$ ),  $a$ , lado largo de la sección rectangular ( $\text{mm}$ ) y  $b$ , lado corto de la sección rectangular ( $\text{mm}$ ). Se realizaron para ambas membranas pruebas experimentales variando la concentración de NaCl (0.1 y 0.5 mol/L) y la temperatura en el circuito de alimentación (40 y 60°C) y el flujo de trabajo en ambos circuitos, controlando la temperatura en el circuito del permeado a 10°C (tabla 3).

Tabla 3. Serie de pruebas experimentales

Prueba	[NaCl] (mol/L)	T <sub>alimentación</sub> (°C)	J (10 <sup>-6</sup> m <sup>3</sup> /s)
1	0.1	40	4.31
2	0.1	60	4.31
3	0.1	40	11.75
4	0.1	60	11.75
5	0.5	40	4.31
6	0.5	60	4.31
7	0.5	40	11.75
8	0.5	60	11.75

Después de la estabilización de la temperatura en ambos circuitos, se registraron el volumen, temperatura, pH y conductividad en los circuitos de alimentación y permeado cada 5 minutos, por 60 minutos. La conductividad iónica medida se estandariza a 25°C mediante la relación:

$$K_{25^{\circ}C} = \frac{K_T}{1 + 0.023995 (T - 25)} \quad (4)$$

Considerando  $k_T$  la conductividad iónica registrada (mS/cm), T la temperatura medida en el compartimiento considerado (°C). Se grafica en función del tiempo la variación del volumen, el pH, la conductividad iónica estandariza. Se calcula la pendiente de la línea de tendencia lineal del volumen del producto en función del tiempo, lo cual representa el flujo de agua a través de la membrana en función del tiempo por superficie de membrana.

### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Mediante la prueba de tinte, se observó que los separadores, para las 4 velocidades de bomba empleadas no presentaban zonas muertas (tabla 4).

El cálculo de numero de Reynolds mostró que el régimen hidrodinámico en el caso del separador de geometría rectangular elegido para evaluar el desempeño de las membranas para la purificación de agua, predijo un régimen hidrodinámico laminar en los flujos de trabajo (tabla 5).

Tabla 4: Prueba de tinte de separadores rectangular y hexagonal en media celda, en función de la velocidad impuesta: fotografías a  $t=2.94s$ .

Velocidad	1	2	3	4
J ( $10^{-6} \text{ m}^3/\text{s}$ )	4.31	8.26	11.75	15.15
Rectangular				
Hexagonal				

Tabla 5. Número de Reynolds a diferentes velocidades de la bomba.

Velocidad	J ( $10^{-6} \text{ m}^3/\text{s}$ )	V ( $10^{-2} \text{ m/s}$ )	Re	Régimen hidráulico
1	4.31	7.61	639	laminar
2	8.26	14.56	1,222	laminar
3	11.75	20.72	1739	laminar
4	15.15	26.71	2242	laminar

Densidad del agua a 25°C:  $997.13 \text{ kg/m}^3$ , Viscosidad dinámica del agua a 25°C:  $0.000891 \text{ kg/m.s}$

Los flujos obtenidos en función de las condiciones iniciales se resumen en la tabla 6. En el caso de la membrana UE50, no se logró obtener un flujo de agua del compartimiento de alimentación al compartimiento de producto que fuera significativo. El mayor flujo de transferencia de agua se obtuvo con la membrana TM10 de PVDF a una concentración inicial de NaCl de 0.5 M, temperatura inicial de 60°C en el circuito de alimentación con un flujo de soluciones de 0.260 L/min, logrando un flujo de vapor igual a  $0.855 \cdot 10^{-3} \text{ kg/m}^2/\text{s}$ , comparable con el flujo obtenido por Khayet et al.<sup>7</sup> Con una membrana Durapore de PVDF ( $J=0.83 \cdot 10^{-3} \text{ kg/m}^2/\text{s}$ , DCMD, NaCl 1.1 M,  $\Delta T=10^\circ\text{C}$ ,  $T_{\text{alimentación}}=52.7^\circ\text{C}$ ) (tabla 6).

Tabla 6: Resultados de flujos de transporte de agua.

Membrana	[NaCl] (mol/L)	Temperatura (°C)	Velocidad (L/min)	J (10 <sup>-3</sup> kg/m <sup>2</sup> /s)	
UE50	0.1	40	0.260	0	
		60	0.704	0	
	0.5	40	0.260	0	
		60	0.704	0	
	PVDF	0.1	40	0.260	0
			60	0.704	0
0.5		40	0.260	0.745	
		60	0.704	0.509	
0.5		40	0.260	0.382	
		60	0.704	0.509	
0.5	40	0.260	0.855		
	60	0.704	0.509		

La figura 5 presenta la conductividad iónica estandarizada y el volumen del compartimiento del producto en función del tiempo con la membrana TM10 de PVDF a una concentración inicial de NaCl de 0.5 M, temperatura inicial de 60°C en el circuito de alimentación con un flujo de soluciones de 0.260 L/min. En el caso de la membrana TM10 de PVDF se puede observar que el aumento de la temperatura en las demás condiciones idénticas (tabla 6), en el compartimiento de alimentación, es decir el gradiente de temperatura entre ambos compartimientos permite incrementar el flujo de agua a través de la membrana. El aumento de temperatura en el compartimiento de alimentación traduce un aumento de la presión parcial del vapor de agua siguiendo la ecuación de Antoine<sup>8</sup>, con T en °K.

$$p_o = \exp\left(23.5377 - \frac{4016.3632}{T - 38.6339}\right) \quad (5)$$

Así mismo, el aumento de la concentración del cloruro de sodio en el compartimiento de alimentación, en las demás condiciones idénticas se traduce por un aumento del flujo de agua a través de la membrana.

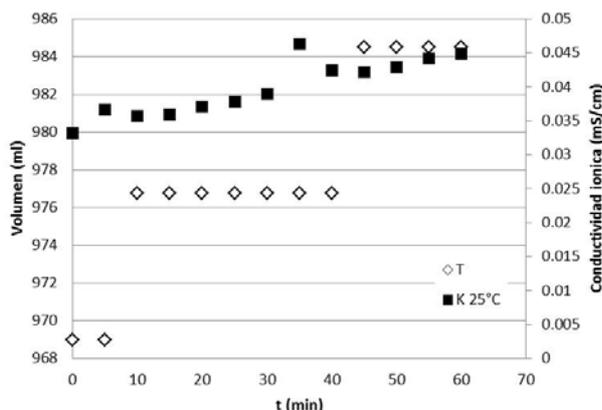


Figura 5. Conductividad iónica estandarizada y volumen del producto vs tiempo (TM10 de PVDF, [NaCl]=0.5 M,  $T_{alim}=60^{\circ}C$ ,  $V=0.260 L/min$ ).

La concentración salina influye la presión parcial de vapor, proporcional a la actividad del agua o el coeficiente de actividad de la misma por su fracción molar, según la relación<sup>9</sup>:

$$p_i = p_o a_w = p_o x_w \gamma_w \tag{6}$$

Diferentes modelos existen para modelar el cambio de actividad del agua en función de la molalidad m de NaCl (mol NaCl/kg agua). Fontana<sup>10</sup> propuso una relación polinomial simple:

$$a_w = 1 - 0.03112m - 0.001482m^2 \tag{7}$$

La cual se traduce por la disminución de la actividad del agua en función del aumento de la salinidad. Es decir que el aumento de la concentración en cloruro de sodio implica una disminución de la actividad del agua y por lo mismo una disminución de su presión de vapor parcial, lo cual es opuesto a lo observado en nuestras condiciones experimentales. Mas sin embargo, el aumento de la concentración de cloruro de sodio en el compartimiento de alimentación incrementó la posibilidad de polarización de concentración en la interface alimentación-membrana, lo cual podría reducir el efecto de repulsión hidrostática debida a la hidrofobicidad de la membrana y favorecer la penetración de agua en fase líquida en la membrana. En condiciones idénticas de concentración de cloruro de sodio y gradiente de temperatura, la influencia de la velocidad de la solución no demostró una contribución clara.



#### 4. CONCLUSIONES

Se estudiaron 2 membranas comerciales TM10 y UE50 en una celda propia en configuración DCMD, evaluando la influencia del gradiente de temperatura, concentración de cloruro de sodio en la alimentación y flujos. La membrana UE50 no permitió un flujo de agua a través de la membrana apreciable. En el caso de la TM10 se obtuvo un flujo de agua de  $0.855 \cdot 10^{-3} \text{ kg/m}^2/\text{s}$  con una concentración inicial de NaCl de 0.5 M, temperatura inicial de 60°C en el circuito de alimentación con un flujo de soluciones de 0.260 L/min. Se observó que el aumento del gradiente de temperatura entre ambos compartimientos incrementa el flujo de transferencia de agua a través de la membrana; sin embargo, se observó una respuesta opuesta a la esperada en el caso del aumento de la salinidad de la alimentación, traducida por un aumento del flujo de transferencia de agua. No se observó una contribución clara del flujo de los circuitos sobre el flujo de transferencia.

#### 5. REFERENCIAS

- 
- <sup>1</sup> Economic and technical assessment of desalination technology in Australia with particular reference to national action plan priority regions, 2002, URS Australia.
  - <sup>2.2</sup> G.W. Meindersma, C.M. Guijt and A.B. de Haan. Desalination and Water Recycling by Air Gap Membrane Distillation. Integrated Concepts in Water Recycling (2005). ISBN 1 74128 082 6.
  - <sup>2.3</sup> B.R. Bodell, Silicone rubber vapor diffusion in saline water distillation, United States Patent Serial No. 285,032 (1963).
  - <sup>2.4</sup> M.E. Findley, Vaporization through porous membranes, Ind. Eng. Chem. Process Des. Dev., 6 (1967) 226-237.
  - <sup>2.5</sup> M.S. El-Bourawi, Z. Ding, R. Ma, M. Khayet. A framework for better understanding membrane distillation separation process. Journal of Membrane Science 285 (2006) 4-
  - <sup>6</sup> E. Drioli, A. Ali, F. Macedonio. Membrane distillation: Recent developments and perspectives. Desalination 356 (2015)
  - <sup>7</sup> M. Khayet, C. Cojocar, C. García-Payo, Application of response surface methodology and experimental design in direct contact membrane distillation. Ind. Eng. Chem. Res. 46-17 (2007) 5673-5685.
  - <sup>8</sup> C. Fernandez-Pinda, M.A. Izquierdo-Gil, M.C. García-Payo, Gas permeation and direct contact membrane distillation experiments and their analysis using different models, J. Memb. Sci. 198-1 (2001) 33-49.
  - <sup>9</sup> A. Sereno, M. Hubinger, J. Comesana, A. Correa, Prediction of water activity of osmotic solutions, J. Food Eng. 49 (2011) 103-114.
  - <sup>10</sup> A.J.J. Fontana (ed.) Water activity in Foods: Fundamentals and Applications, Wiley (2007) Appendix B.



## SEPARACIÓN DE CO<sub>2</sub>/N<sub>2</sub> EN PROCESOS DE POSCOMBUSTIÓN MEDIANTE MEMBRANAS DE LÍQUIDOS IÓNICOS SOPORTADOS EN ALÚMINA

Érika Sánchez Fuentes<sup>a\*</sup>, Natalya Likhanova<sup>b</sup>, Miguel Torres<sup>1</sup>, Diego Guzmán Lucero<sup>b</sup>  
Juan Navarrete Bolaños<sup>b</sup>, Diana Gómora Herrera<sup>b</sup>

<sup>a</sup>Universidad Autónoma Metropolitana Azcapotzalco. Depto. de Ciencias Básicas, Av. San Pablo 180, Col. Reynosa Tamaulipas, Azcapotzalco, 02200, México, DF. México.

<sup>b</sup>Ingeniería de Recuperación Adicional, Instituto Mexicano del Petróleo. Instituto Mexicano del Petróleo, Eje Central Lázaro Cárdenas Norte 152, Col. San Bartolo Atepehuacán, 07730 México, DF. México.

\*e-mail: [sirerika86@yahoo.com.mx](mailto:sirerika86@yahoo.com.mx)

### RESUMEN

*En el presente trabajo se estudiaron 2 membranas líquidas soportadas, que utilizaron como fase móvil 2 nuevos líquidos iónicos (LI): trifluorometansulfonato de 1-(2-Aminoetil)-3-metilimidazolio ([AEMIm]Tf), antranilato de trioctilmetilamonio ([TOMA]An), los cuales fueron caracterizados en su estructura química por RMN y FTIR. Mediante un mapeo por EDX y gravimetría se determinó el nivel de impregnación y masa de los LI en soportes tubulares de alúmina, los cuales tienen un diámetro promedio de poros de 10 nm. Las pruebas de permeación se llevaron a cabo utilizando gases puros a una temperatura de 20 °C y presión de 1 bar. Se confirmó que en los LI [AEMIm]Tf y [TOMA]An, los grupos amina presentes, reaccionan con el CO<sub>2</sub>, dando lugar a la formación de carbamatos. El líquido iónico [TOMA]An que tiene el grupo amina en la parte catiónica presentó el mejor balance de permselectividad con gases puros, obteniendo una selectividad de 92.*

### 1. INTRODUCCIÓN

El cambio climático es ocasionado, entre otras emisiones, por las de CO<sub>2</sub>, principalmente del que se genera de los procesos de poscombustión<sup>1</sup>. Por esta razón, la separación y captura de CO<sub>2</sub> de los gases de poscombustión tiene una relevancia en el estudio de las tecnologías dedicadas a esta problemática. Entre las tecnologías más utilizadas para separar CO<sub>2</sub> se encuentran la absorción con alcanolaminas<sup>2</sup>, la separación con membranas<sup>3</sup>, etc.



Las membranas son barreras selectivas que permiten el paso preferencial de ciertas sustancias<sup>4,5</sup>. Estas barreras pueden estar basadas en materiales poliméricos, cerámicos y metálicos, o bien de las aleaciones de estos materiales, ya sea mezclados físicamente o que entre ellos exista algún tipo de enlace químico. Las membranas líquidas soportadas constan de un soporte poroso, el cual es impregnado de un líquido y el transporte de masa de las especies que permean se lleva a cabo por el mecanismo de solución-difusión<sup>6-8</sup>. La estabilidad de la membrana líquida soportada puede ser afectada principalmente por la evaporación y por el desplazamiento del líquido hacia fuera de los poros. Para contrarrestar estos inconvenientes, los líquidos iónicos presentan algunas propiedades que pueden mejorar significativamente el desempeño de las membranas, como son la casi nula presión de vapor y poseen mayor viscosidad que los disolventes convencionales<sup>7</sup>.

Para el caso de la separación del CO<sub>2</sub> de mezclas gaseosas, los líquidos iónicos pueden proporcionar propiedades adecuadas dependiendo de la selección del catión y el anión. El anión parece jugar un papel más preponderante en la solubilidad del CO<sub>2</sub>, tales como los aniones que contienen grupos fluoroalquil<sup>8</sup>. Por otro lado, la presencia de grupos funcionales como aminas, alcoholes, grupos carboxílicos o nitrilos en el catión pueden incrementar la estabilidad del CO<sub>2</sub> dentro del LI<sup>9</sup>. La combinación adecuada de aniones y cationes dentro del LI permite afinar el diseño de la estructura química para obtener los mejores desempeños en el alcance de objetivos específicos.

Durante los últimos años se desarrolló una nueva línea de investigación acerca de la quimisorción de CO<sub>2</sub> con líquidos iónicos funcionalizados con aminas<sup>2,3,4</sup>, en estos casos, la captura de CO<sub>2</sub> se lleva a cabo mediante una reacción química entre la amina y el CO<sub>2</sub>, dando como resultado el grupo químico carbamato<sup>5</sup>.

En este sentido, hay diversos trabajos sobre líquidos iónicos funcionalizados soportados en membranas (SILMs) para la separación de CO<sub>2</sub><sup>6-9</sup>. Los soportes en esta tecnología de membranas juegan un papel importante dependiendo de los sistemas en los cuales se implementará la separación. Los soportes poliméricos poseen menos estabilidad térmica que los soportes cerámicos. Estudios recientes utilizaron soportes cerámicos de alúmina<sup>10,11</sup> y titanía<sup>10</sup> debido a que poseen buena estabilidad química y térmica.

En este trabajo, se estudiaron dos nuevas membranas líquidas soportadas con líquidos iónicos (LI) funcionalizados con grupos amina; un LI posee el grupo amina en la parte aniónica de la molécula y el otro tiene el grupo amina en el catión. Estos líquidos iónicos se impregnaron en soportes cerámicos y fueron evaluados en la separación de la mezcla gaseosa CO<sub>2</sub>/N<sub>2</sub>.

**Palabras clave:** Membrana, Líquido iónico, permselectividad, CO<sub>2</sub>.



## 2. METODOLOGÍA

### 2.1 Caracterización de los líquidos iónicos

Con la espectroscopia de Resonancia Magnética Nuclear de protón y carbono ( $^1\text{H}$  y  $^{13}\text{C}$ ) se confirmó la estructura química de los líquidos iónicos. Se utilizó cloroformo deuterado como disolvente. Los espectros se registraron en un espectrómetro Bruker, 500MHz, utilizando un ancho de espectro de 4.8kHz y se adquirieron 32 repeticiones para cada muestra. Los espectros de  $^1\text{H}$  y  $^{13}\text{C}$  se procesaron utilizando el software MestReNova 6.0. Los estudios de infrarrojo se adquirieron en espectrofotómetro Thermo Scientific.

La estabilidad térmica de los líquidos iónicos se evaluó por análisis termogravimétrico (TGA) utilizando un equipo Q600, bajo un flujo de nitrógeno de 5ml/min. Las muestras se introdujeron dentro de una celda de alúmina y se sometieron a calentamiento, a una rampa de  $10^\circ\text{C min}^{-1}$  en un intervalo de temperatura de  $25^\circ\text{C}$  a  $600^\circ\text{C}$ .

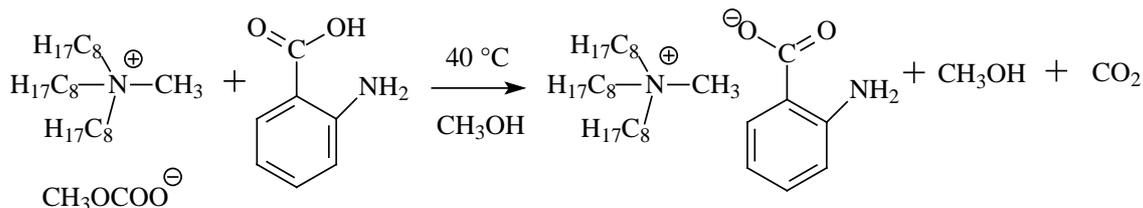
### 2.2 Síntesis de líquidos iónicos

#### 1- Antranilato de trioctilmetilamonio, [TOMA]An

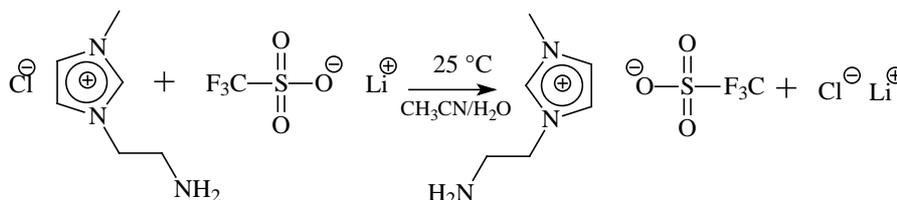
Se sintetizó a partir de metilcarbonato de trioctilmetilamonio y ácido antranílico bajo el siguiente procedimiento (Esquema 1): se añadió, gota a gota, el ácido antranílico a la solución de metilcarbonato de trioctilmetilamonio que se encuentra al 30 % en metanol. La mezcla se agitó a  $40^\circ\text{C}$  durante 1 h. Posteriormente, el metanol se eliminó a presión reducida. Se secó en una estufa a vacío durante 4 h a  $110^\circ\text{C}$  y se obtuvo un líquido color miel con 90 % de rendimiento.  $3356, 3250, 2981, 1610, 1530, 1363, 1310, 761, 658\text{ cm}^{-1}$ .  $^1\text{H NMR}$  (300 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ):  $\delta$  0.88 (t,  $J=6.8\text{ Hz}$ , 9H), 1.22 (s, 30H), 1.49 (br.s 6H), 3.05 (s 3H), 3.12 (t,  $J=8.0\text{ Hz}$ , 6H), 6.02 (br.s, 2H), 6.54-6.58 (m, 2H), 7.06 (td,  $J_1=8.0\text{ Hz}$ ,  $J_2=1.6\text{ Hz}$ , 1H), 7.94 (dd,  $J_1=7.8\text{ Hz}$ ,  $J_2=1.5\text{ Hz}$ , 1H) ppm.  $^{13}\text{C NMR}$  (75 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ):  $\delta$  14.1, 22.2, 22.6, 26.2 29.0, 29.1, 31.7, 48.6, 61.3, 115.7, 116.0, 130.9, 132.2, 149.6, 172.9 ppm.

#### 1- Trifluorometansulfonato de 1-(2-aminoetil)-3-metilimidazolio, [AEMIm]Tf.

Se sintetizó a partir de cloruro de 1-aminoetil-3-metilimidazolio con trifluorometansulfonato de litio bajo el siguiente procedimiento. Se disolvió 1.8 g de trifluorometansulfonato de litio en una mezcla de 30 ml 50:50 v/v de acetonitrilo/agua, posteriormente se agregaron 5.4 g de cloruro de 1-aminoetil-3-metilimidazolio. Se dejó en agitación constante a  $25^\circ\text{C}$  durante 24 h. Se eliminaron los disolventes a presión reducida. Finalmente se secó en una estufa de vacío a  $110^\circ\text{C}$  durante 4 h. Se obtuvo un líquido amarillo con 87 % de rendimiento.  $FTIR$ :  $3356, 3250, 2981, 1610, 1530, 1363, 1310, 761, 658\text{ cm}^{-1}$ .  $^1\text{H NMR}$  (300 MHz,  $\text{DMSO}-d_6$ ):  $\delta$  3.07 (t,  $J=5.7\text{ Hz}$ , 2H), 3.82 (s, 3H), 4.29 (t,  $J=5.7\text{ Hz}$ , 2H), 7.65 (t,  $J=1.8$ , 1H), 7.72 (t,  $J=1.8$ , 1H), 9.11 (s, 1H) ppm.  $^{13}\text{C NMR}$  (75 MHz,  $\text{DMSO}-d_6$ ):  $\delta$  36.2, 40.5, 49.6, 114.5, 118.8, 122.8, 122.9, 124.0, 127.3, 137.4 ppm.



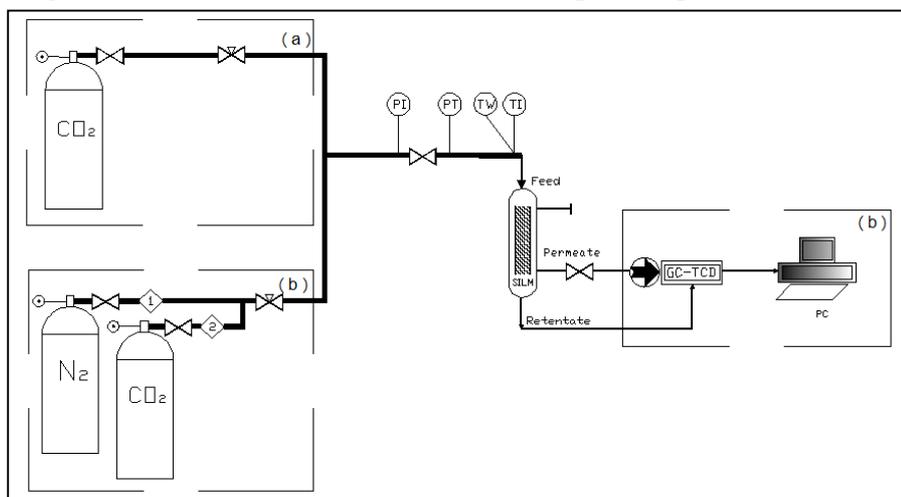
**Esquema 1.** Reacción de obtención del LI antranilato de trioctilmetilamonio



**Esquema 1.** Reacción de obtención del LI trifluorometansulfonato de 1-(2-aminoetil)-3-metilimidazolio

### 2.3 Preparación de membranas con líquido iónico soportado.

Se usaron soportes cilíndricos de  $\gamma$ -alúmina con dimensiones efectivas de 10 cm de longitud y 0.7 cm de diámetro interno y 1 cm de diámetro externo, los cuales tienen 10 nm de diámetro promedio de poro (Pall Corporation). Se les sometió a un pretratamiento lavándolos con una mezcla de acetona/agua 50 % v/v y se secaron en una estufa de vacío a 110 °C por 2 h y se registra el peso. Los extremos de los soportes cilíndricos tienen un sello impermeable de 2.5 cm. Los soportes se impregnaron de la siguiente manera: Los soportes se introdujeron en una disolución de 70 % v/v de LI/etanol y se colocaron en ultrasonido durante 1 h. El soporte se saca de la mezcla y se seca a 100 °C durante 1 h y se registra nuevamente el peso. La masa del líquido iónico impregnado en el soporte se obtuvo con la diferencia de peso antes y después de la impregnación. El nivel de impregnación se obtuvo con estudios de microscopía electrónica de barrido (SEM/EDX) sobre los segmentos transversales de la membrana líquida soportada.



**Figura 1:** Diagrama del experimento para evaluar la permeación de gases



### 2.4 Estudios de permeación

La Figura 1 muestra (a) el diagrama de los estudios de permeación cuando se usa gases puros y (b) cuando se alimenta a las SILMs una mezcla de gases CO<sub>2</sub>/N<sub>2</sub>. La SILM está dentro de una celda de acero inoxidable. El control de temperatura del experimento se hace mediante una estufa que permite ajustar a las diferentes temperaturas con ± 0.5 °C. El área efectiva de las SILMs es de 62.89 cm<sup>2</sup>. Los gases puros se alimentaron a la celda a 1 atmósfera y a temperaturas de 25 C. El lado del permeado se mantiene siempre a presión atmosférica. El flujo fue medido con un flujómetro de película de jabón.

Los cálculos de permeancia se realizaron bajo la norma ASTM 1434-82.

### 3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

La Figura 1 muestra un mapeo por EDX de un corte transversal del soporte de alúmina antes y después de ser impregnado por el LI [AEMIm]Tf. En Figura 1 (b) se observan las señales características de los elementos que están presentes en el soporte, principalmente aluminio y oxígeno. Una vez que el soporte se impregnó con el LI, es posible observar las nuevas señales elementales de nitrógeno, flúor y azufre (Figura 1 (c)). En el mapeo multielemental que se presenta en la Figura 1 (a), se puede distinguir el nivel de impregnación del LI, el cual está uniformemente distribuido en la capa de  $\gamma$ -alúmina que corresponde a la película activa de separación y en menor medida, se encuentra dentro de los macroporos de  $\alpha$ -alúmina. La presencia del LI así distribuido, garantizará el adecuado desempeño como membrana de separación.

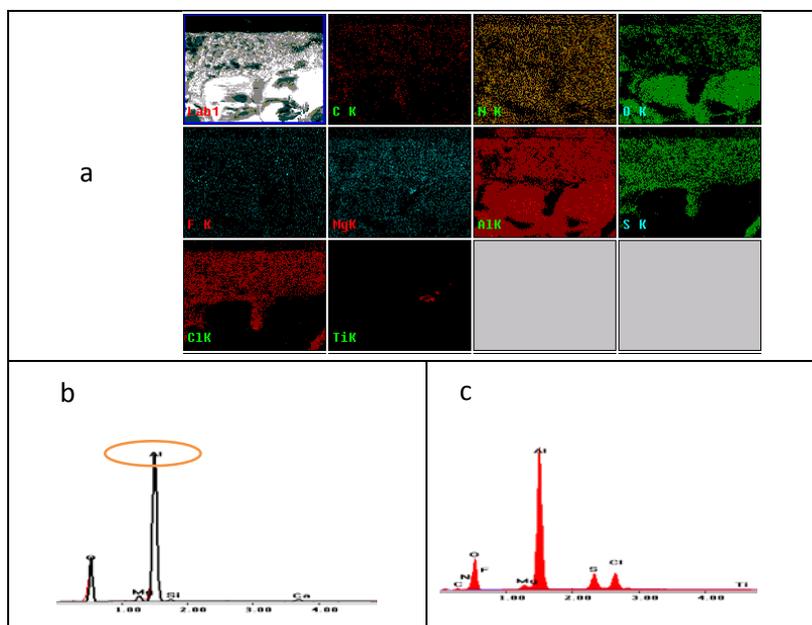


Figura 2: Mapeo multielementos por EDX antes (b) y después de impregnación (a y c)

La permeancia a través de las SLIMs preparadas por impregnación de los líquidos iónicos [TOMA]An y [AEMIm]Tf en los soportes de alúmina se presentan en la Tabla 1. Los cálculos de la permeancia, hechos bajo la norma ASTM 1434-82, son después de haber



alcanzado el estado pseudo estacionario, el cuál ocurrió después de 1 hora. Sin embargo, las membranas de SLIMs presentaron comportamiento estable hasta cuando menos 25 horas a las cuales se dio seguimiento. Esto significa que los soportes de alúmina inmovilizan a los LI eficientemente dentro de su matriz. Los valores son el promedio de tres mediciones y tiene una desviación de 8.5 %.

En la Tabla 1 se puede observar que la permeancia del N<sub>2</sub> se incrementa a un ritmo más acelerado (de un orden de magnitud para la SLIM de [TOMA]An y hasta de dos órdenes de magnitud para la SLIM de [AEMIm]Tf) que para el CO<sub>2</sub> cuando se incrementa la temperatura. Esto se debe a que al incrementar la temperatura se ve favorecido mayormente el fenómeno difusivo que el de solubilidad y, en consecuencia, la selectividad disminuye desde 92 a 20 °C hasta 20 a 40 °C para la SLIM con fase móvil de [TOMA]An, y para el caso de la SLIM con [AEMIm]Tf disminuye dese 13.4 a 20 °C hasta prácticamente perder la selectividad a 40 °C.

Tabla 1: Propiedades de transporte de las SLIMs a 20 y 40 °C y 1 bar de presión

IL	Permeancia CO <sub>2</sub> mol/m <sup>2</sup> sPa	Permeancia N <sub>2</sub> mol/m <sup>2</sup> sPa	Selectividad $\alpha = \frac{P_{CO_2}}{P_{N_2}}$
[TOMA]An			
20 °C	2.7 x 10 <sup>-7</sup>	2.9 x 10 <sup>-9</sup>	92
40 °C	2.3 x 10 <sup>-7</sup>	1.1 x 10 <sup>-8</sup>	20
[AEMIm]Tf			
20 °C	3.8 x 10 <sup>-7</sup>	2.8x 10 <sup>-8</sup>	13.4
40 °C	4.8 x 10 <sup>-7</sup>	1.0x 10 <sup>-6</sup>	0.4

En la Tabla 2 se presenta un comparativo de las propiedades de transporte de algunas SLIMs similares a las que se reportan en este estudio. Se puede observar que la mayoría de los valores de selectividad son inferiores a los que se obtienen para SLIM de [TOMA]An, excepto el valor de la SLIM con [BMIM]Tf<sub>2</sub>N que es de 127, y con una permeancia para el CO<sub>2</sub> de casi un orden de magnitud que para la reportada en nuestro estudio. Esto significa que un proceso de separación con SLIM de [BMIM]Tf<sub>2</sub>N será menos productivo pero más eficiente en la separación. Es conocido que en los procesos de membranas cuando se incrementa la selectividad, disminuye la permeancia o viceversa, por lo que es importante obtener un compromiso entre estas dos propiedades de transporte de gases.

Existen diferentes estudios de SLIMs que utilizan como fase móvil líquidos iónicos que contienen grupos funcionales como acetato<sup>10</sup>, amina<sup>12</sup>, etc, ya sea en la parte del anión, el catión o ambas, los cuales pueden incrementaron la solubilidad del CO<sub>2</sub> o pueden



presentar reacciones que lo capturan, actuando como facilitadores del transporte de este gas, dando como resultado permeancias más altas que con aquellos que no poseían estos grupos funcionales. En general, SLIMs que tienen esta clase de compuesto como fase móvil, se encuentran arriba del límite superior propuesto por Robeson<sup>13</sup> para la separación de este par de gases.

Tabla 2: Propiedades de transporte en membranas líquidas soportadas

Soporte (Tamaño de poro en nm)	Líquido iónico, LI	Permeancia, $CO_2$ $mol/m^2sPa$	Selectividad $= \frac{P_{CO_2}}{P_{N_2}}$	Referencia
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (10 nm)	[TOMA]An	0.27 x 10 <sup>-8</sup>	92	Este Trabajo
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (10 nm)	[AEMIm]Tf	0.38 x 10 <sup>-8</sup>	13.4	Este Trabajo
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /TiO <sub>2</sub> (20 nm)	[EMIM]Ac	0.13 x 10 <sup>-8</sup>	34.7	[11]
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /anodisc® (20 nm)	[BMIM]Tf <sub>2</sub> N	0.04 x 10 <sup>-8</sup>	127	[12]
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /anodisc® (20 nm)	[C <sub>8</sub> F <sub>13</sub> MIM]Tf <sub>2</sub> N	0.15 x 10 <sup>-8</sup>	72	[12]

En el presente estudio, los dos líquidos iónicos utilizados como fase móvil para la elaboración de las SLIM tienen el grupo funcional amina. Uno en el catión, el [TOMA]An y, el otro en el anion, el [AEMIm]Tf. En el presente estudio, se puede observar que el valor de selectividad es muy superior (92) en la SLIM con [TOMA]An que tiene el grupo amino en al anión, que para aquella SLIM que lo tiene en el catión (13.4). Este comportamiento sugiere que existe la presencia del grupo amino en el anión puede llevar a un mejor desempeño de una SLIM.

En la Figura 3, se presentan los estudios con espectroscopia infrarroja para el [TOMA]An antes de ser utilizado como fase móvil (0 min), después de 320 min colocar en contacto con CO<sub>2</sub> mediante burbujeo y después de llevarse a cabo el proceso de separación (adquirido por reflectancia difusa en el soporte de alúmina). Cuando el LI estuvo en con CO<sub>2</sub> es posible observar la aparición de una nueva absorción en 1675 cm<sup>-1</sup> la cual corresponde a la vibración de C=O del carbamato.

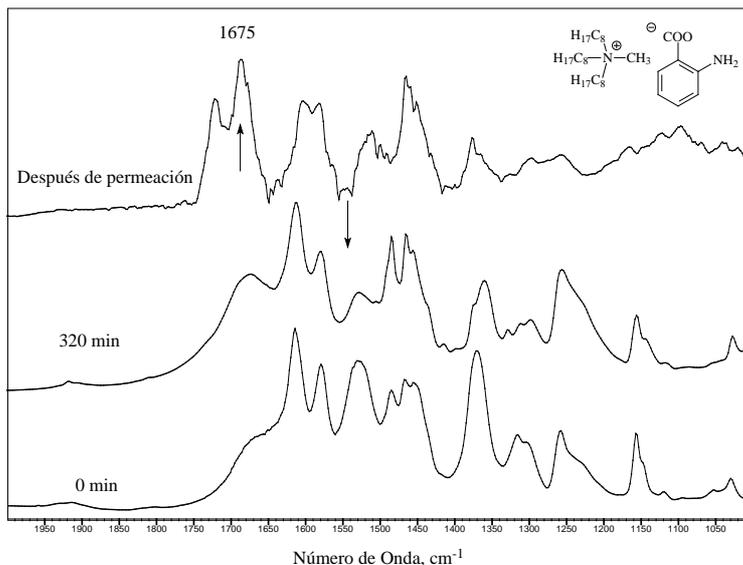


Figura 3: IR de la reacción de formación del carbamato

En la Figura 4 se presenta una cinética de formación del carbamato a temperatura de 25 °C. Estos datos se obtuvieron mediante el seguimiento de la reacción en infrarrojo. Se calculó un área adimensional mediante la relación de áreas de la absorción en 1675 cm<sup>-1</sup> del carbamato con respecto a una absorción que no cambia durante el proceso de la formación de la reacción en 722 cm<sup>-1</sup>.

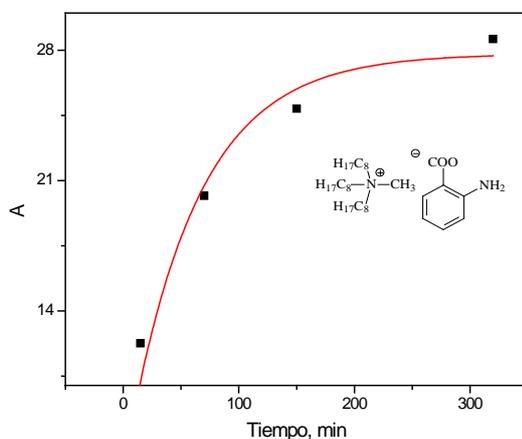


Figura 4: Cinética de formación del carbamato

Después de 360 minutos de colocar en contacto el LI con el CO<sub>2</sub>, hay incrementos marginales en la formación de la nueva estructura. De esta forma el CO<sub>2</sub> queda absorbido químicamente en la fase móvil de la SLIM. Después de la formación de esta nueva sustancia, la capacidad de separación de la SLIM permanece, y se lo corrobora por que la permeancia se mantiene constante hasta las 25 horas que se siguió el experimento.



#### 4. CONCLUSIONES

Se evaluaron 2 SLIMs con soportes de alúmina utilizando como fase móvil los líquidos iónicos [TOMA]An y [AEMIm]Tf. La SLIM de [TOMA]An presentó los mejores balances de permeancia y selectividad, obteniendo una permselectividad de 92, comparable a otras SLIMs reportadas en la literatura. El soporte de cerámico de alúmina fue efectivo en la inmovilización de la fase móvil, que obtuvo estabilidad hasta por lo menos 25 horas que se siguieron los experimentos. Los grupos aminos presentes en los LI reaccionaron con el CO<sub>2</sub> formando carbamatos, los cuales no disminuyen la capacidad de separación de las SLIM.

#### 5. REFERENCIAS

- <sup>1</sup>J.P. Ciferino, J.L. Litynski, S.I. Plasynski, DOE, NETL Carbon Dioxide Capture and Storage RD&D Roadmap, United States, 2010.
- <sup>2</sup>E.I. Privalova, P. Mäki, D.Y. Murzin, J.P. Mikkola, Russ. Chem. Rev. 81 (2012) 435-457.
- <sup>3</sup>M. Brianaert, J. Polymer Membranes (2002) 4199-4219.
- <sup>4</sup>G. Mitchell, Sep. Pur. Meth. 29 (2000) 119-128.
- <sup>5</sup> H. Hsieh, Encyclopedia of Surface and Colloid Science. (2002)1104-1117.
- <sup>6</sup>S. Hanioka, T. Maruyama, T. Sotani, M. Teramoto, H. Matsuyama, K. Nakashima, M. Hanaki, J. Membr. Sci. 314 (2008) 1-4.
- <sup>7</sup>Hanaki, J. Membr. Sci. 314 (2008) 1-4.
- <sup>8</sup>S. Kasahara, E. Kamio, H. Matsuyama, J. Membr. Sci. 454 (2014) 155-162.
- <sup>9</sup>E. Bates, R.B. Mayton, I. Ntai, J.H. Davis, JACS Communications 124 (2001) 926-927.
- <sup>10</sup>J. Albo, T. Yoshioka, T. Tsuru, Separation and Purification Technology.122 (2014) 440-448.
- <sup>11</sup>J.J. Close, K. Farmer, S.S. Moganty, R.E. Baltus, J. Membr. Sci. 390-391 (2012) 201-210.
- <sup>12</sup>C. Cadena, J.L. Anthony, J.K. Shah, T.I Morrow, J.F. Brennecke. J. Am. Chem. Soc. 53000-53308(2004) 126.
- <sup>13</sup>L.M. Robeson. J. Membr. Sci. 390-397(2008) 320.



## MEMBRANAS ENTRECruzADAS DE PVA-PAAC Y PAAC CON GRUPOS SULFÓNICOS: EFECTO DEL ENTRECruzAMIENTO SOBRE EL GRADO DE HINCHAMIENTO Y LA CAPACIDAD DE INTERCAMBIO IÓNICO

M. G. Aca-Aca<sup>a\*</sup>, M. I. Loría-Bastarrachea<sup>a</sup>, M. J. Aguilar-Vega<sup>a</sup>

<sup>a</sup>Centro de Investigación Científica de Yucatán, A.C. Calle 43 No. 130, Col. Chuburná de Hidalgo, C.P. 97200, Mérida, Yucatán, México.

\* e-mail: acagloria15@gmail.com

### RESUMEN

*En el presente estudio se prepararon membranas catalíticas a partir de una mezcla polimérica 80/20 de alcohol polivinílico 99% hidrolizado (PVA-99) y poliácido acrílico de bajo peso molecular PAA-30 usando 10% mol de ácido sulfosuccínico (SSA) como agente de entrecruzamiento con respecto al PVA. De la misma forma se prepararon membranas a partir de una mezcla 80/20 de ácido poliacrílico de diferente peso molecular PAA-140/PAAC-30 usando 5% mol de 4,4'-diaminobifenil 2,2' ácido disulfónico (BDSA) como agente de entrecruzamiento con respecto a la mezcla de PAAC. Estas membranas fueron entrecruzadas a diferentes temperaturas (80 a 120°C para las membranas de PVA-PAAC; 150 a 180°C para las membranas de PAAC a dos diferentes tiempos 2 h y 4 h). Se estudió el efecto del entrecruzamiento sobre el grado de hinchamiento en metanol, aceite de soya y agua de estas membranas y su capacidad de intercambio iónico (IEC). Las membranas entrecruzadas se caracterizaron a través de espectroscopia de infrarrojo (FTIR) para observar si la reacción de entrecruzamiento se había llevado a cabo. Se observó que en las membranas de PVA-PAA y PAAC-BDSA, la acidez incrementa y el grado de hinchamiento decrece con el incremento de la temperatura de reacción de entrecruzamiento (a partir de 170°C para PAAC-BDSA).*

**Palabras clave:** Membranas entrecruzadas, PVA-PAAC, PAAC-BDSA, hinchamiento de membranas, grupo sulfónico, membranas poliméricas catalíticamente activas

### 1. INTRODUCCIÓN

Se ha reportado un creciente interés por las membranas poliméricas con actividad



catalítica para la obtención de biodiesel, pues estas combinan la reacción y la separación en una sola etapa. El catalizador (estireno ácido sulfónico), zirconia sulfatada ( $Zr(SO_4)_2$ ), ácido sulfosuccínico (SSA), hidrotalcita) en estas membranas se inmoviliza en una matriz polimérica de preferencia hidrofílica<sup>1</sup> (polietersulfona (PES), poliacrilonitrilo (PAN) y alcohol polivinílico (PVA)). Estas membranas combinan la selectividad de la matriz del polímero a los disolventes hidrófilos tales como metanol, agua y glicerol, mientras que los catalizadores incorporados catalizan reacciones de esterificación y transesterificación en la producción de biodiesel<sup>2,3</sup>. Con el fin de controlar y ajustar las propiedades hidrofílicas/hidrofóbicas de la membrana es que se aplican técnicas como el entrecruzamiento de polímeros. En la producción de biodiesel, el aumento del grado de entrecruzamiento puede reducir el porcentaje de hinchamiento de la membrana en aceite y metanol, reduciendo así el rendimiento de producción de biodiesel debido a que se dificulta la difusión de estos reactivos en la membrana y por ende el acceso a los sitios activos que catalizan su reacción<sup>4</sup>.

En el presente estudio se prepararon membranas catalíticas a partir de una mezcla 80/20 de alcohol polivinílico y poliácido acrílico usando ácido sulfosuccínico (SSA) como agente de entrecruzamiento. De la misma forma se prepararon membranas a partir de una mezcla 80/20 de ácido poliacrílico (PAAc) usando el 4,4'-diaminobifenil 2,2' ácido disulfónico (BDSA) como agente de entrecruzamiento a diferentes temperaturas y en el último caso diferentes tiempo de reacción de entrecruzamiento. Se estudió el efecto del entrecruzamiento en el grado de hinchamiento y la capacidad de intercambio iónico (IEC) de las membranas. Las membranas también se caracterizaron mediante espectroscopia infrarroja.

## 2. METODOLOGÍA

### 2.6 Preparación de las membranas de PVA-PAAc-SSA

Se preparó una solución acuosa al 4.8% peso de PVA-99 (peso molecular de 89,000–98,000), la cual se agitó por al menos 5 h a 90°C hasta tener una solución transparente. La solución de PVA se mezcló con el SSA (10% mol con respecto al PVA). Esta solución se agitó por 17 h y se sónico 1 h. Se preparó una solución acuosa al 2.2% peso de PAAc (peso molecular de 30,000) la cual se agitó a temperatura ambiente por 1 h. Posteriormente esta última solución se mezcla con la solución homogénea de PVA-SSA la cual se agitó y sónico por 2 h. La solución homogénea a temperatura ambiente, se vierte en un aro metálico adherido a una cinta de teflón la cual también es adherida a



una placa de vidrio. En este caso se aplicaron dos métodos de evaporación del solvente y entrecruzado: en el primer método se aplica una rampa de calentamiento (30°C por 30 min, 50 por 40 min y 60° por 17 h) y un secado a 60°C y presión reducida por 24 h para evaporar por completo el disolvente y se entrecruza a 80, 100 y 120°C por 1 h. En el segundo método se deja evaporar el solvente a 25°C por 120 h y posteriormente se lleva a entrecruzar a 120°C por 1 h. El espesor de las membranas obtenidas estuvo en un intervalo de  $113 \pm 9 \mu\text{m}$

### 2.2 Preparación de las membranas de PAAc-80/20-BDSA

Se pesó 0.330 g de PAAc-450 (peso molecular en viscosidad 450000), luego se disolvió en 11 ml de una solución acuosa de trietilamina al 8% v/v a 25°C por 2 h con agitación magnética hasta tener una solución transparente, posteriormente se agregó 220  $\mu\text{l}$  de PAAc-30 (solución acuosa al 30% con peso molecular de 30000) y se agitó 1 h. Luego a la solución se le agregó 5% mol de BDSA con respecto a la mezcla PAAc-80/20, esta solución se agitó y sónico 1 h, posteriormente se vuelve agitar durante 17 h a 25°C, luego se sónica por 2 h. La solución homogénea, se vertió en una caja Petri armando un sistema similar al utilizado con el PVA-PAAc. Una vez armado el sistema se inicia una rampa de calentamiento (25°C por 1.5 h, 15°C (lectura de la parrilla) por 17 h, 40°C durante 72 h), luego de formada la membrana esta se seca a 60°C y presión reducida por 42 h. La membrana seca se entrecruza a presión reducida a diferentes temperaturas (150, 170, y 180°C) probando dos diferentes tiempos de reacción de entrecruzamiento (2 y 4 h). El espesor de las membranas estuvo en un intervalo de  $99.8 \pm 13 \mu\text{m}$ .

### 2.3 Caracterización de las membranas

#### 2.3.1 FTIR Espectrometría Infrarroja con Transformada de Fourier

Con el fin de identificar cambios en la estructura química debida a la reacción de entrecruzamiento y la presencia de los grupos sulfónicos en las membranas obtenidas, se obtuvieron los espectros de infrarrojo con el equipo Nicolet 8700 FTIR, (marca Thermo Scientific). Algunas muestras fueron analizadas en el modo transmitancia a longitudes de onda de 400 a 4000  $\text{cm}^{-1}$  y otros en Reflectancia Total Atenuada (ATR) a longitudes de onda de 600 a 4000  $\text{cm}^{-1}$ .

#### 2.3.2 Porcentaje de hinchamiento (Q), porcentaje de masa pérdida (WL) y porcentaje de contenido de gel (GC)

Las pruebas de hinchamiento se realizaron por duplicado. Se cortaron muestras de 1x1cm aproximadamente de cada membrana obtenida, estas se secaron a 60°C por 24 h y se pesaron tomando este peso como la masa seca antes de hinchar ( $m_s$ ). Las muestras



secas se sumergen a 60°C en 5 ml de disolvente puro (agua bidestilada desionizada, metanol y aceite de soya marca Nutrioli) y se llevaron a peso constante, monitoreando cada 24 h el cambio de peso de la muestra, eliminando el exceso de disolvente (medio de hinchamiento) de la superficie de la membrana con una tela de teflón antes de pesarse, encontrando que el equilibrio en promedio se alcanzaba del tercer al quinto día. Se determinó la masa pérdida durante la prueba de hinchamiento así como el contenido de gel. Después de alcanzado el equilibrio la membrana se seca a 60°C por 24 h y se toma su peso final considerando este último como masa seca hinchada ( $m_{sh}$ ). De tal manera que el porcentaje de Q, el porcentaje de WL y el porcentaje de GC se calcularon utilizando las siguientes fórmulas:

$$Q = \frac{m - m_{sh}}{m_{sh}} \times 100; \quad WL = \frac{m - m_s}{m_s} \times 100; \quad GC = \frac{m_{sh}}{m_s} \times 100$$

donde  $m_s$  es la masa de la muestra seca antes de hinchar,  $m_h$  es la masa de la muestra hinchada y  $m_{sh}$  es la masa de la muestra seca después de hinchada.

#### f) Capacidad de intercambio Iónico

La capacidad de intercambio iónico (conocido como IEC por sus siglas del inglés Ionic Exchange Capacity) de las membranas obtenidas se determinó por la técnica clásica de titulación ácido-base usando fenolftaleína como indicador. Se cortaron muestras de membrana de 3x3 cm (aproximadamente 0.1 g), estas se secaron a 60°C por 24 h y luego se pesaron. Las membranas secas fueron sumergidas en 5ml de agua bidestilada desionizada a 60°C por 24 h, posteriormente estas se sumergieron en 5 ml de HCl 1.0 M a 60°C por 24 h. Posteriormente las membranas se sacaron de la solución y se lavaron con agua bidestilada desionizada por al menos 7 veces hasta obtener un pH neutro. Luego se sumergieron en 5 ml de NaCl 1.0 M por 24 h a 25°C. Pasado el tiempo se extraen las membranas de la solución. A esta solución se le agregan 3 gotas de fenolftaleína y se procede a titular con una solución de NaOH 0.01N. La solución de NaOH se iba agregando poco a poco usando una micropipeta, al mismo tiempo se tomaba lectura del pH, para construir la curva de titulación pH contra volumen de NaOH añadido, ya que con dicha curva se localizaba el punto de equivalencia a través del método de la primera y segunda derivada.

Conociendo el punto de equivalencia para cada tipo de membrana se calculó el IEC empleando la siguiente ecuación, donde:



$$IEC (mmol / g) = \frac{M}{m_{sh}} \frac{V_{NaOH}}{V_{NaOH}}$$

$V$  es el volumen añadido de NaOH en ml,  $M$ , es la molaridad (M) de la solución de NaOH y  $m_{sh}$ , peso de la membrana seca en g.

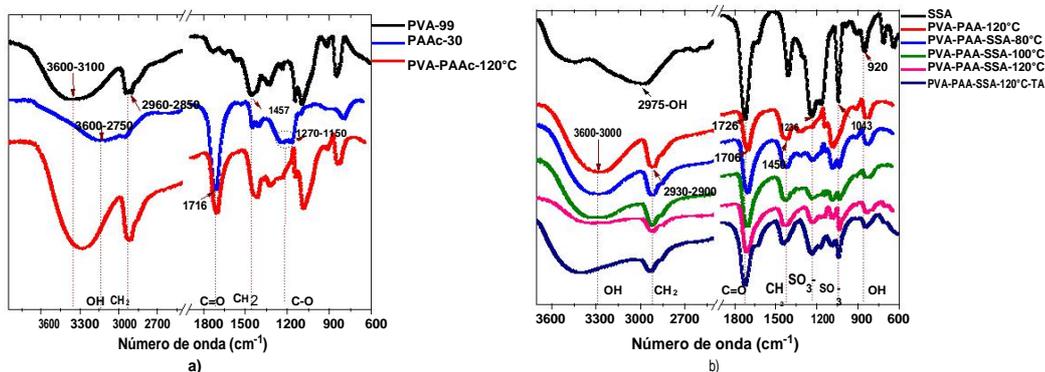
### 3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

#### 3.1 ((FTIR) Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier

##### FTIR de Membranas de PVA-PAAc-SSA

Con el objetivo de observar la presencia y posible entrecruzamiento por esterificación del OH del PVA con el COOH del PAAc, se realizó la membrana PVA-PAAc entrecruzada a 120°C por 1 h sin BDSA. Esta se compara con los espectros del PVA y PAAc-30 en la Figura 1a. Aquí, se observa que la banda del grupo hidroxilo se intensifica y se desplaza hacia la izquierda con respecto al PVA-99, la banda a 2960-2850  $\text{cm}^{-1}$  debida al estiramiento asimétrico y simétrico del  $\text{CH}_2$  se intensifica además, aparece la banda correspondiente al estiramiento del grupo carbonilo ( $-\text{C}=\text{O}$ ) todo esto debido a la presencia del PAAc-30, lo que nos indica que el PAAc y PVA permanecen en mezcla. Sin embargo, en este espectro no se muestra claramente que el entrecruzamiento se esté llevando a cabo, puede ser debido a que la temperatura de reacción de entrecruzamiento es todavía muy baja pues varios autores<sup>5,6</sup> reportan el entrecruzamiento de estos polímeros de 150-180°C.

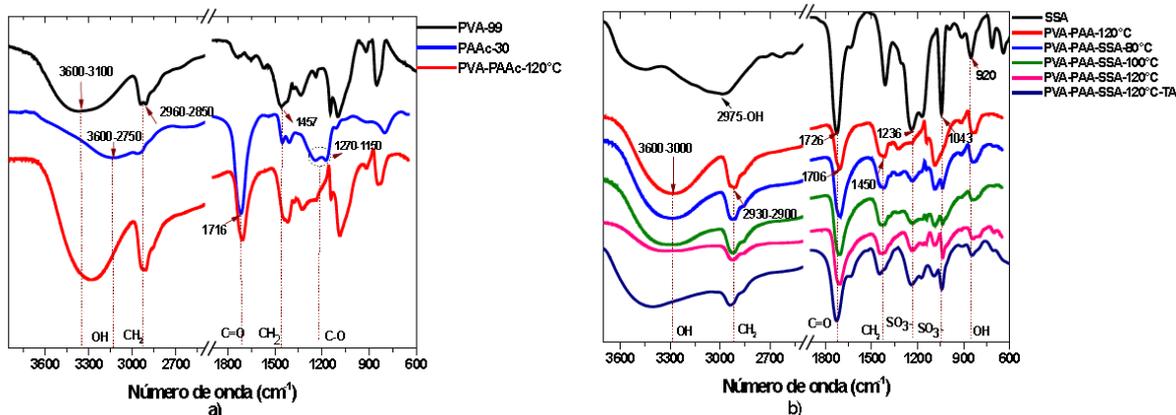
En la Figura 1b se presentan los espectros de FTIR de las membranas entrecruzadas de PVA-PAAc-SSA a diferentes temperaturas (80, 100 y 120°C). En estos espectros se observa que la intensidad de la banda de 3600-3000  $\text{cm}^{-1}$  (respecto a PVA-PAAc-120°C) debida a los OH decrece, también la banda del carbonilo se hace más intensa y la banda del hidroxilo fuera del plano a 920  $\text{cm}^{-1}$  decrece conforme va incrementando la temperatura lo que nos indica que la reacción de entrecruzamiento entre el OH del PVA-99 y el COOH de SSA se está llevando a cabo. Además se localizan las bandas a 1236 y 1040  $\text{cm}^{-1}$  que corresponden al estiramiento asimétrico y simétrico de los grupos sulfónicos los cuales se hacen más intensos conforme incrementa la temperatura de entrecruzamiento.



**Figura 1.** a) Espectros de FTIR de las membrana PVA-PAAc con tratamiento térmico a 120°C, b) Espectros de FTIR de las membranas PVA-PAAc con 10% mol de SSA y entrecruzadas a 80, 100 y 120°C por 1 h.

### 3.1.2 FTIR de Membranas de PAAc-80/20-BDSA

En la Figura 2a se muestran el espectro del BDSA puro, la banda correspondiente al estiramiento simétrico del enlace N-H de la amina se localiza entre 3500-3300  $\text{cm}^{-1}$  y de 1620-1560  $\text{cm}^{-1}$  encontramos la banda debido al estiramiento de los grupos  $-\text{NH}_2$  de la amina primaria, en 1481  $\text{cm}^{-1}$  localizamos la banda debida al estiramiento del C=C-C en el anillo aromático, las bandas de absorción a 1035 y 1238  $\text{cm}^{-1}$  son debidas al estiramiento simétrico y asimétrico de los grupos sulfónicos. Además se presenta el espectro del PAAc-80/20-180°C sin BDSA que presenta una banda en el intervalo de 3650-3300  $\text{cm}^{-1}$  debida al estiramiento de los OH del ácido carboxílico, también en el intervalo de 2930-2850  $\text{cm}^{-1}$  encontramos bandas debidas al estiramiento asimétrico y simétrico de  $\text{CH}_2$ , en 1726  $\text{cm}^{-1}$  debido al estiramiento del grupo carbonilo C=O del ácido carboxílico y de 1270-1160  $\text{cm}^{-1}$  los picos característico del grupo  $-\text{CO}$ . Posteriormente en esta misma figura se muestra los espectros de las membranas de PAAc-BDSA entrecruzadas a 150, 170 y 180°C con 2 h y 4 h de reacción.



**Figura 2.** a) Espectros de FTIR de las membranas PAAc-80/20 con 5% mol de BDSA y entrecruzadas a 150°C, 170°C y 180°C durante 2 y 4 h. a) Deconvolución del espectro de PAAc-180°C, b) Deconvolución del espectro de PAAc-BDSA-5%-180°C.

A manera de ejemplo para observar mejor que la reacción de entrecruzamiento se está llevando a cabo se realizó una ampliación del espectro de 1850 a 1400  $\text{cm}^{-1}$  (Figura 2b y c) tanto del PAAc-80/20-180°C como para el PAAc-80/20-BDSA-180°C-4h ya que en esta zona se reporta que se localizan los enlaces amida. En la Figura 2b se localizaron cuatro bandas en total 1760, 1710, 1559 y 1446  $\text{cm}^{-1}$ , las dos primeras bandas corresponden al grupo carbonilo C=O, el primer carbonilo corresponde a la formación del anhídrido al reaccionar dos ácidos carboxílicos en presencia de calor, considerando este como un primer entrecruzamiento, el segundo pico es del carbonilo corresponde al del ácido carboxílico.

Mientras que cuando esta membrana se entrecruza con BDSA (Figura 2c) encontramos cinco bandas: 1740, 1688, 1569, 1478, 1452  $\text{cm}^{-1}$ , la primera banda corresponde de igual forma al carbonilo del anhídrido, la segunda banda corresponde al estiramiento del grupo carbonilo de la amida I (C=O) la cual no se encontró en PAAc-80/20-180°C, el pico a 1569  $\text{cm}^{-1}$  corresponde enlace N-H de la amida II, estos dos últimos nos indican claramente que la reacción de amidación se está llevando a cabo, la banda a 1478  $\text{cm}^{-1}$  es debida al estiramiento del C=C-C en el anillo aromático del BDSA confirmándose así su presencia.

### 3.2 Porcentaje de hinchamiento ( $Q$ ), porcentaje de masa pérdida ( $WL$ ) y porcentaje de contenido de gel ( $GC$ )

#### 3.2.1 PVA-PAAc-SSA

En la Figura 3 se presenta el porcentaje de hinchamiento en agua, metanol y aceite para las membranas de PVA-PAAc. Aquí se ve que PVA-PAAc-SSA-120°C-Ta obtenida



por el segundo método de secado y entrecruzamiento presenta mejores propiedades de hinchamiento comparada con PVA-PAAc-SSA-120°C. Además la PVA-PAAc-SSA-120°C-Ta presenta el menor valor de porcentaje de masa perdida y el mayor contenido de gel (Figura 3b y c) con respecto a las todas membranas obtenidas con el primer método de secado, además de que conserva buenas propiedades mecánicas al ser manipulada, ya que esta no se rompe durante las pruebas de hinchamiento.

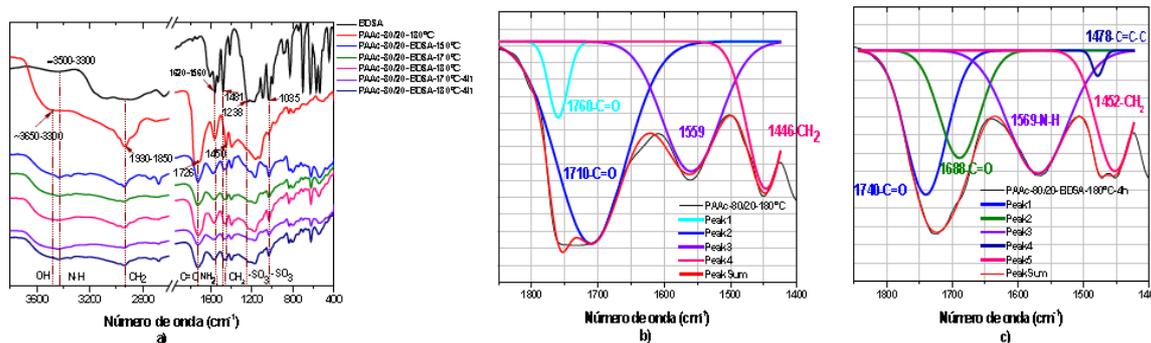


Figura 3.a) porcentaje de Q, b) porcentaje de WL y c) porcentaje de GC) de las membranas de PVA-PAAc-SSA a diferentes temperaturas de entrecruzamiento (80, 100 y 120°C) y diferentes métodos de secado todas con 10% mol de SSA, b) Porcentaje de Masa perdida .

### 3.2.2 PAAc-80/20-BDSA

El porcentaje de hinchamiento, Q, en agua, metanol y aceite para las membranas PAAc-80/20-BDSA se presenta en la Figura 4. El porcentaje de Q en agua y metanol disminuye en ambas direcciones a partir de 170°C cuando se usa 2 h de reacción. No obstante se comporta diferente cuando la reacción se lleva a cabo por 4 h, pues el porcentaje de hinchamiento en agua y metanol es mayor y menor respectivamente a mayor temperatura, aunque el porcentaje de hinchamiento en aceite se ve mejorado comparado con el de 2 h. En las Figura 5a y b del porcentaje de masa perdida y el contenido en gel, observamos que aplicar 4 h de reacción no mejora el entrecruzamiento pues se obtiene mayores porcentajes de masa perdida y menor contenido de gel comparadas con las membranas a la misma temperatura pero con 2 h de reacción.

A pesar de que la membrana PAAc-80/20-BDSA a 180°C alcanza menores porcentajes de hinchamiento en agua y metanol que la de 170°C ambas a 2 h, la primera alcanza casi el doble del porcentaje en hinchamiento en aceite además que presenta las mejores propiedades mecánicas al ser manipulada durante la prueba de hinchamiento, lo que puede ayudar al llevar a cabo las pruebas catalíticas para la producción de biodiesel.

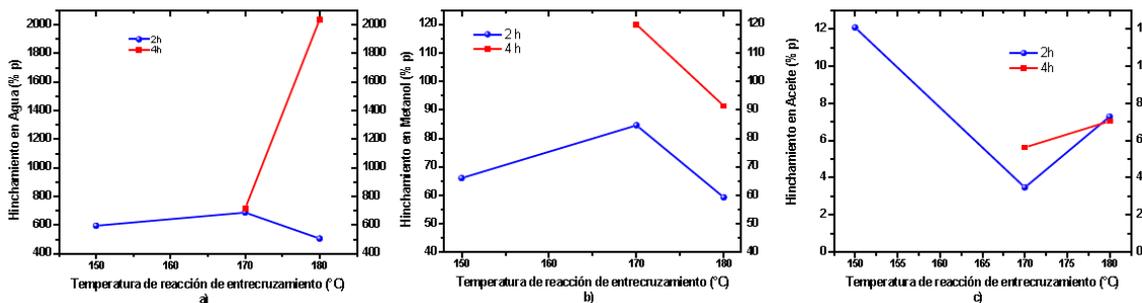


Figura 4. Porcentaje de  $Q$  de las membranas de PAAc-80/20-BDSA a diferentes temperaturas (150°C, 170°C y 180°C) con 5% de BDSA y diferentes tiempos de reacción. a) Porcentaje  $Q$  en agua, b) Porcentaje de  $Q$  en metanol, b) Porcentaje de  $Q$  en aceite.

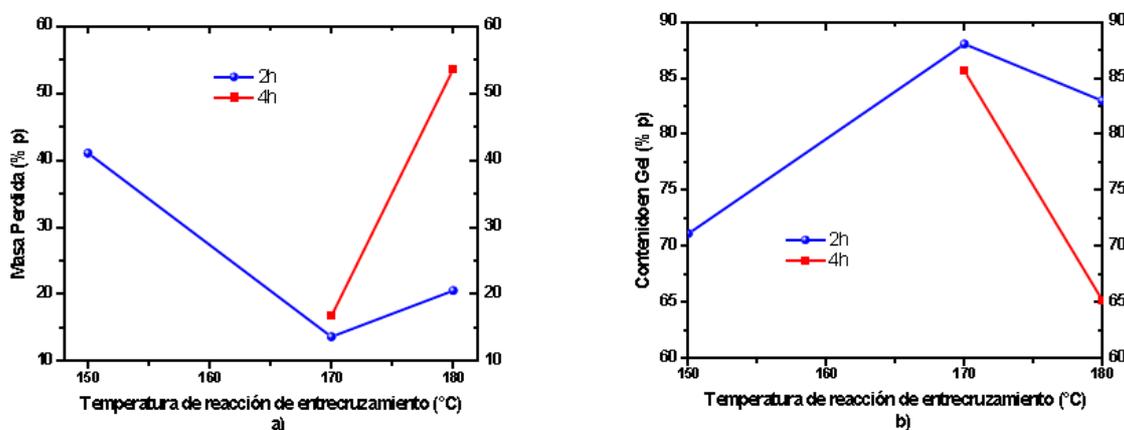


Figura 5. a) Porcentaje de WL y b) Porcentaje de GC de las membranas de PAAc-80/20-BDSA a diferentes temperaturas (150°C, 170°C y 180°C) con 5% de BDSA y diferentes tiempos de reacción.

### 3.3 Capacidad de Intercambio Iónico

#### 3.3.1 PVA-PAAc-SSA

La Figura 6 presenta que el valor de IEC de la membrana PVA-PAAc-SSA-10%-100°C-Ta es solo ligeramente menor que la de PVA-PAAc-SSA-10%-120°C, aunado con lo comentado ya en las pruebas de hinchamiento sigue siendo la mejor de su tipo.

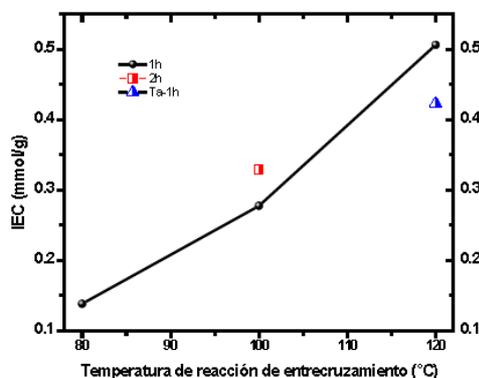
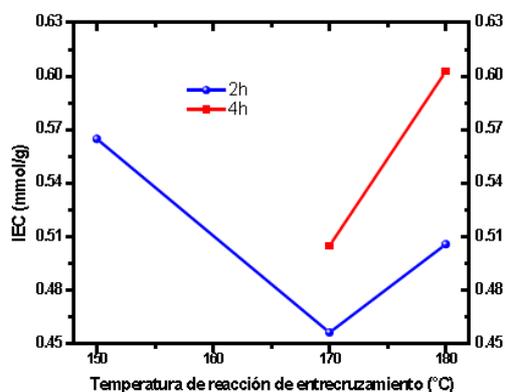


Figura 6. IEC de las membranas PVA-PAAc-SSA a diferentes temperaturas de entrecruzamiento (80, 100

y 120°C) y diferentes métodos de secado todas con 10% mol de SSA.

### 3.3.2 PAAc-80/20-BDSA

El IEC en las membranas de PAAc-80/20-BDSA con diferentes temperaturas de reacción se presenta en la Figura 7. En este caso el valor de IEC incrementa en ambas direcciones a 170°C con 2 h de reacción y a 4 h incrementa también de 170 a 180°C. La membrana PAAc-80/20-BDSA-5%-180°C posee los valores de IEC intermedios, esto aunado con lo ya mencionado en las pruebas de hinchamiento, en este caso es la que mantiene el mejor equilibrio entre propiedades de hinchamiento, IEC y propiedades mecánicas de su tipo.



**Figura 7.** IEC de las membranas PAAc-BDSA a diferentes temperaturas (150°C, 170°C y 180°C) con 5% de BDSA y diferentes tiempos de reacción.

## 4. CONCLUSIONES

Los espectros de FTIR de las membranas de PVA-PAAc-SSA-10% y PAAc-80/20-BDSA-5% obtenidas muestran bandas características que indican que la reacción de entrecruzamiento (esterificación y amidación respectivamente) se está llevando a cabo, además se encontraron las bandas correspondientes a los grupos sulfónicos.

La deconvolución de los picos localizados en el intervalo de 1800 a 1400cm<sup>-1</sup> en las membranas de PAAc-80/20-BDSA nos permite observar que dos posibles entrecruzamientos se están llevando a cabo: por la formación de anhídridos al reaccionar los grupos carboxílicos de los dos tipos de PAAc y por formación de amidas a partir de la reacción del grupo carboxílico del PAAc y la amina del BDSA.

El espectro de FTIR de PVA-PAAc-120°C no muestra una clara evidencia de que el COOH del PAAc este reaccionando con el OH de PVA, pero sí que estos permanecen



en mezcla.

El porcentaje de hinchamiento y IEC de las membranas de PVA-PAAc disminuye y aumenta respectivamente al incrementar la temperatura de entrecruzamiento.

El porcentaje de hinchamiento y IEC de las membranas de PAAc-BDSA lleva una misma tendencia al incrementar y disminuir la temperatura de entrecruzamiento a partir de 170°C para cuando se usa 2 h y 4 h, excepto en el hinchamiento en agua.

A partir de los resultados de las pruebas de porcentaje en Q, WL, GC y IEC, se concluye que las membranas de PAAc-80/20-BDSA-5% presentan mejores propiedades de hinchamiento e IEC comparada con las de PVA-PAAc. Siendo la membrana de PAAc-80/20-BDSA-5%-180°C-2h y PVA-PAAc-120°C-Ta la que presento el mejor equilibrio entre las propiedades de hinchamiento e IEC con respecto a las de su mismo tipo.

#### *Agradecimientos*

Agradezco al CICY por su apoyo en la presente investigación y a CONACyT por la beca proporcionada número 354938.

#### **5. REFERENCIAS**

- <sup>1</sup>Buonomenna, M. G.; Choi, S. H.; Drioli, E. *Asia-Pacific Journal of Chemical Engineering* 2010, 5, 26.
- <sup>2</sup>Shi, W.; He, B.; Ding, J.; Li, J.; Yan, F. *Bioresource Technology* 2010, 101, 1501.
- <sup>3</sup>Zhu, M.; He, B.; Shi, W.; Feng, Y.; Ding, J.; Li, J.; Zeng, F. *Fuel* 2010, 89, 2299.
- <sup>4</sup>Guerreiro, L.; Castanheiro, J. E.; Fonseca, I. M.; Martin-Aranda, R. M.; Ramos, A. M.; Vital, J. *Catalysis Today* 2006, 118, 166.
- <sup>5</sup>Arndt, K. F.; Richter, A.; Ludwig, S.; Zimmermann, J.; Kressler, J.; Kuckling, D.; Adler, H. J. *Acta Polymerica* 1999, 50, 383.
- <sup>6</sup>Rhim, J.-W.; Yeom, C.-K. *Journal of Applied Polymer Science* 1998, 68, 1717.



## TERMOFORMADO Y CARACTERIZACIÓN DE MTMC A BASE DE GRAFITO

Juana Deisy Santamaría Juárez<sup>a\*</sup>, José Alberto Galicia Aguilar<sup>a</sup>, Maribel López Badillo<sup>a</sup>  
<sup>a</sup> Facultad de Ingeniería Química, Benemérita Universidad Autónoma de Puebla.

\*e-mail: [jose.galicia@correo.buap.mx](mailto:jose.galicia@correo.buap.mx)

### RESUMEN

*Realizamos el termoformado de soportes de grafito-resina fenólica tipo resol. La resina utilizada fue sintetizada con una relación molar formaldehído:fenol, 1:1. La síntesis se mantuvo en condiciones de reacción hasta la formación de un pre-polímero líquido de color marrón rojizo con una viscosidad de 548 cP, pH 8, miscible en DMSO, metanol y NMP, índice de refracción de 1.531 a 25°C, y Tg de 170°C. Mediante FT-IR-ATR y RMN-<sup>1</sup>H se identificaron los grupos funcionales característicos y de estructura del pre-polímero. La resina fue obtenida con un rendimiento del 75% y una pureza del 87% la cual fue determinada por cromatografía de gases. El termoformado de los soportes se llevó a cabo en una prensa CARVER a condiciones de 10 ton y 250°C. Los soportes fabricados fueron sometidos a tratamiento térmico de pirólisis en un horno tubular con atmósfera inerte.*

**Palabras clave:** resina fenólica, membrana, tamiz molecular.

### 1. INTRODUCCIÓN

El desarrollo de la tecnología de membranas aplicada a la separación de mezclas de gases es un tema de investigación actual, debido a sus potenciales aplicaciones. Esta tecnología ofrece la posibilidad de llevar a cabo la separación de corrientes de gases a bajos costos de operación y bajo impacto ambiental al no generar subproductos <sup>[1]</sup>.

Aunque ya existen procesos en los cuales se utilizan membranas para la separación o purificación de gases, se busca mejorar la competitividad económica en relación a los procesos tradicionales ya establecidos. Para lo cual, es necesario desarrollar nuevos materiales que muestren mayor permeabilidad y selectividad. El uso de procesos con membranas es notablemente sencillo si se compara con la complejidad de otros procesos de separación, como la destilación criogénica, los procesos químicos y de adsorción física



y absorción [2].

En particular, las Membranas de Tamiz Molecular de Carbón [3] (MTCM), han llamado la atención debido a sus excelentes características de separación, su resistencia mecánica, química y térmica (Ismail y David, 2001). Las MTCM están formadas por una matriz polimérica depositada en un soporte inorgánico. Diversos autores reportan el uso de grafito/resina para la formación de soportes que funcionen como tamiz molecular y que contribuyan a la estabilidad química y térmica al material polimérico. Lo anterior se debe a que la hibridación predominante  $sp^2$  del grafito permite la formación de ultramicroporos durante el tratamiento de pirólisis al que se somete la membrana, mejorando sus propiedades de selectividad.

Dentro de la gama de resinas que pueden usarse en la formación de tamices moleculares, figuran las resinas fenólicas [4]. La síntesis de esta resina se lleva a cabo mediante la formación de un prepolímero, donde los núcleos fenólicos y metilénicos no están encadenados y entrecruzados entre sí. De tal manera que cuando se mezcla con el grafito y se somete a altas presiones y temperaturas, se continúa la reacción de polimerización hasta su totalidad. Las características estructurales del soporte grafito/resina dependen de la relación molar fenol/formaldehído de la resina, las condiciones de pH y la viscosidad.

Las poliimidas [5] son conocidas como polímeros de alto desempeño por las características fisicoquímicas y estructurales que poseen. Las poliimidas presentan alta estabilidad térmica, resistencia química, mecánica y baja constante dieléctrica. En particular, las membranas a base de 6FDA son utilizadas en los procesos de recuperación de metano y en la eliminación de  $CO_2$  de los pozos en la extracción del petróleo gracias a su alta permeabilidad y selectividad. No obstante, cuando son expuestas a altas concentraciones de  $CO_2$  se ha demostrado que pierden sus propiedades de selectividad. En estos procesos las corrientes pueden contener hasta el 50% de  $CO_2$  y presiones de hasta 60 atm. Estas condiciones de operación extremas dan como resultado la plastificación de la membrana. Una alternativa viable de solución a este problema es el uso de MTCM.



En este trabajo realizamos la fabricación de una serie de soportes de grafito, usando una resina fenólica tipo resol a diferentes relaciones de máscas de esta última. El tipo de resina fenólica en la formación de las MTMC puede mejorar la formación de ultramicroporos, los cuales son los responsables de la transferencia de masa, y con ello, mejorar el desempeño de la membrana final.

## 1. METODOLOGÍA

### Reactivos

Los reactivos utilizados para la síntesis de la resina fenólica fueron: Fenol (90%), Formaldehído (37.3%), NaOH (50%), Urea (90%), alcohol polivinílico (98%), metanol (98%).

### Preparación de soportes grafito/resina fenólica

Se llevó a cabo la formación de soportes de grafito/resina fenólica (RF) tipo resol (prepolímero), la relación estequiométrica de fenol:formaldehído fue de 1:1. El prepolímero se sintetizó en un reactor por lotes enchaquetado mezclando formol ( $1.079 \text{ mol}$ ), NaOH ( $0.0016 \text{ mol}$ ) y urea ( $0.032 \text{ mol}$ ) en agitación constante a  $40^\circ\text{C}$  durante 30 minutos. Posteriormente, se adicionó a la mezcla, fenol ( $0.154 \text{ mol}$ ) previamente fundido y el sistema se sometió a vacío. La mezcla se dejó reaccionar a  $40^\circ\text{C}$  durante 60 min. Posteriormente, se adicionaron 2 ml de NaOH ( $0.085 \text{ mol}$ ) en dos ocasiones durante 30 min para mantener las condiciones de pH básico. Finalmente se agregaron 0.25 g de alcohol polivinílico y se dejó en agitación mecánica a vacío durante 60 min a  $60^\circ\text{C}$ . Se midió el pH, la solubilidad en disolventes de diferente polaridad, el índice de refracción, y la viscosidad. La resina fue caracterizada por FTIR-ATR,  $^1\text{H}$  RMN, DSC, TGA y Cromatografía de gases.

### Formación de las MTMC

El grafito se mezcló a diferentes relaciones máscas con la resina fenólica (RF), a saber, 1%, 3%, 5% 10% 20%, 30% y 40%. El termoformado de los soportes se realizó mediante aglomeración del grafito con la resina fenólica a  $10 \text{ ton}\cdot\text{cm}^{-2}$  y  $250^\circ\text{C}$ , en una prensa CARVER, usando suajes de acero inoxidable de 1.5 pulgadas de diámetro interno. Los suajes tipo hembra-macho se diseñaron para formar soportes de 1 mm de

espesor, el cual puede variar en función de la cantidad de material usado. Las superficies de los suajes fueron pulidas a espejo, con objeto de evitar la formación de granos en ambas caras de los soportes formados. Previo a la deposición de la mezcla grafito/resina en el suaje, se preparó la superficie con un agente desmoldante para plásticos. Los soportes planos de grafito/resina fenólica fueron tratados térmicamente en un horno tubular ( Figura 1), con dos rampas de calentamiento, la primera a 550°C con una meseta de 2 horas y la segunda a 800°C con una meseta de 10 minutos. Se utilizó un tubo de cuarzo, en el cual se colocó el soporte sobre una charola de alúmina, con un flujo de N<sub>2</sub> de 15 L.min<sup>-1</sup> y una rampa de calentamiento de 10°C.min<sup>-1</sup>.

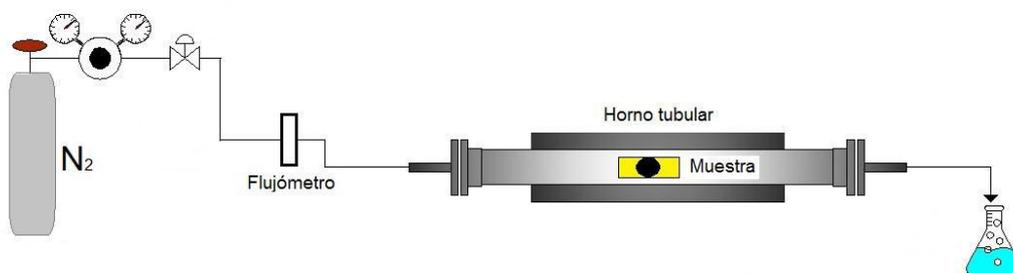


Figura 1. Sistema de tratamiento de pirolisis en un horno tubular.

## 2. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### Resina fenólica

Se sintetizó un prepolímero fenol/formaldehído 1:1, de color marrón rojizo con una viscosidad de 548 cP, pH 8, miscible en DMSO, metanol y NMP, con índice de refracción de 1.531 a 25°C. De acuerdo a los resultados de cromatografía de gases la resina presentó una pureza del 87%. En la Figura 2 se muestran los espectros de FTIR-ATR que confirman la formación de la resina fenólica tipo resol. Se identificaron las siguientes bandas: en 3353 cm<sup>-1</sup> asignada a la vibración del grupo -OH, 2964 cm<sup>-1</sup> del -CH del anillo fenólico, 2905 cm<sup>-1</sup> de -CH de los puentes metilénicos de (-CH<sub>2</sub>-), 1655 cm<sup>-1</sup> asignado al grupo C=C, 1594-1472 cm<sup>-1</sup> asignada a -H del anillo aromático, 1367 cm<sup>-1</sup> asignado a C-H, 1224 cm<sup>-1</sup> asignada a la vibración O-H, 1167 cm<sup>-1</sup> asignada a C-O, 984 cm<sup>-1</sup> asignada a C-C, 811 cm<sup>-1</sup> correspondiente a la posición *para* del anillo aromático y la banda en 752 cm<sup>-1</sup> asignada a la posición *orto* del anillo aromático.

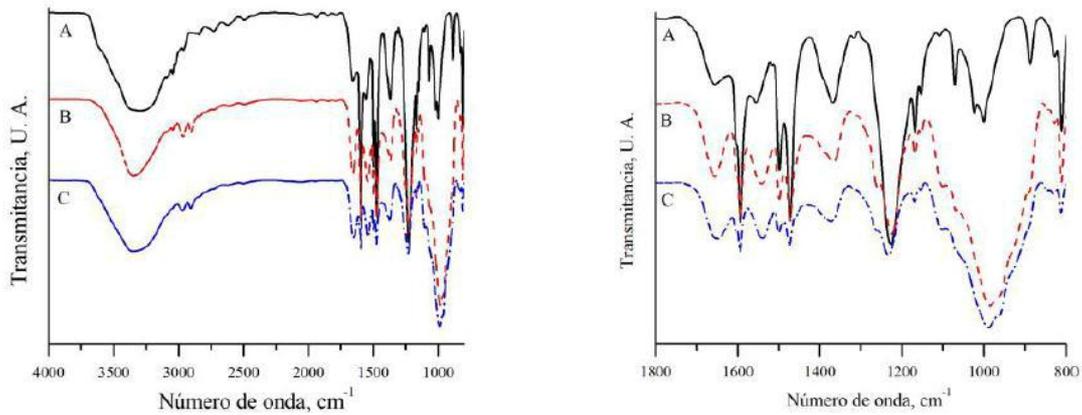


Figura 2. Espectro de infrarrojo de la resina fenólica fenol/formaldehído 1:1 (A), 1:0.75 (B) y 1:0.5 (C).

De acuerdo al espectro de RMN-H de la resina fenólica (Figura 3) se identifican los desplazamientos químicos en ( $\delta$ ) 9.41 ppm asignados a los protones de anillo aromático, a 6.78 ppm los protones metilénicos de los grupos hidroximetilos adyacentes al anillo aromático, a 7.17 los protones de éter del grupo  $\text{CH}_2\text{-O}$  de la estructura del resol, a 3.58 ppm el protón de los puentes metilénicos, lo que confirman la estructura del prepolímero.

Los resultados de DSC para la resina fenólica mostraron una zona endotérmica a  $60.47^\circ\text{C}$  que indica la existencia de disolventes utilizados en la síntesis. A  $120^\circ\text{C}$  una absorción endotérmica que corresponden al grupo resol. La  $T_g$  de la resina fenólica se determinó a  $175.89^\circ\text{C}$ .

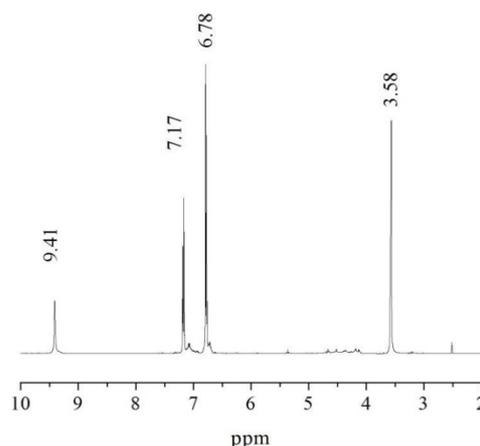


Figura 3. Espectro de RMN-H de la resina fenólica.

Formación de MTMC

Se realizaron mezclas de grafito con tamaño de partícula <20 µm y resina fenólica. Se formaron soportes circulares planos con un diámetro de 2.5 cm. Los soportes fabricados del 1 al 10% masa de resina fenólica, fueron quebradizos y difíciles de manipular, por lo que fueron descartados. Los soportes de 20 al 40% masa, fueron suficientemente resistentes para formar las MTMC. En la Tabla 1 se reportan los valores de espesor y la Tg de los soportes fabricados.

Tabla 1. Características físicas de los soportes de resina fenólica/grafito fabricados.

Clave	RF/grafito (%masa)	Espesor (mm)	Tg
RF1	20:80	1.05	ND
RF2	30:70	1.10	175.00
RF3	40:60	1.00	175.89

Los soportes fabricados fueron caracterizados mediante termogravimetría. En la Figura 4 se muestran los resultados de los análisis de TGA de: a) la resina fenólica y b) el soporte RF1. En la Figura 4a) se observa una primera zona de pérdida de peso hasta 150°C, asociada al agua de hidratación y disolventes volátiles, usados durante la síntesis de la resina. Posteriormente, se observa una zona de pérdida de peso hasta 700°C. Estas zonas coinciden con lo observado en el análisis por DSC, con una zona de pérdida de peso a 157°C y descomposición de la muestra a partir de 400°C. En la muestra RF1, se observa un comportamiento similar, pero con pendientes menos pronunciadas, posiblemente por la presencia del grafito en la muestra. Es importante destacar que a partir de 600°C el análisis DSC indica que la muestra deja de absorber calor, pero la pérdida de masa continúa. Esto indica que las cadenas reticuladas de la resina fenólica se destruyen a esta temperatura, y posiblemente ocurre un arreglo estructural del material carbonizado.

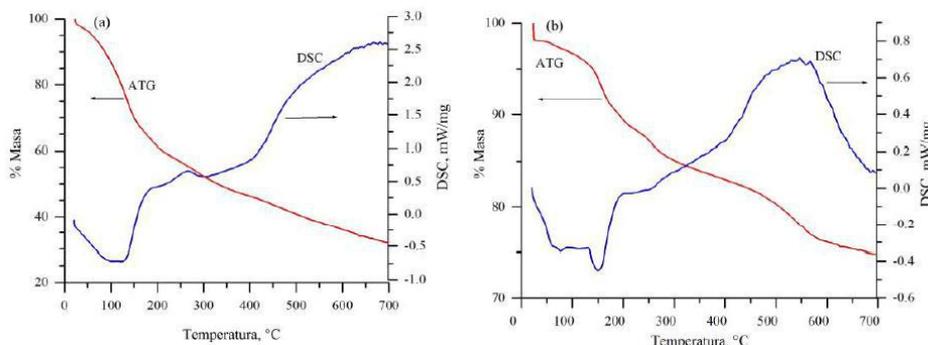


Figura 4.- Análisis termogravimétrico (línea roja) y calorimétrico (línea azul) de a) Resina fenólica y b) soporte de resina fenólica/grafito 20/80 %m/m, RF1.

### Caracterización de los soportes calcinados

Los soportes termoformados se sometieron a tratamientos térmicos de pirólisis. Luego del tratamiento, se tomaron imágenes de los soportes con un microscopio óptico invertido a 100X (Figura 5). La superficie de los soportes presenta una morfología uniforme, donde se aprecia la formación de microcavidades menores a 10 micras. No se observaron fracturas en el soporte.

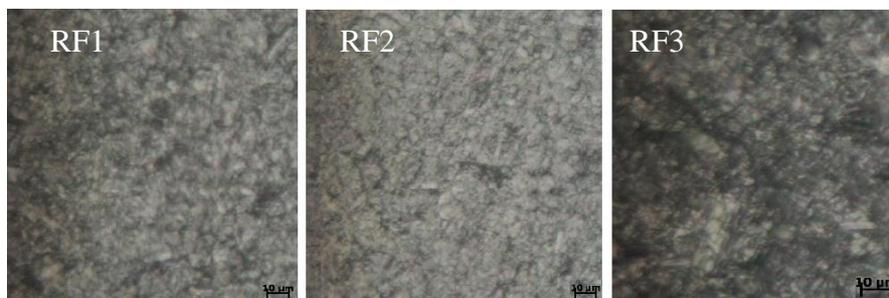


Figura 5. Imágenes de los soportes, tomadas con un microscopio invertido MA100.

Mediante MEB se realizaron observaciones de la microestructura de los soportes luego de someterlos a un tratamiento térmico de 800°C en atmósfera de nitrógeno, las cuales se muestran en la Figura 6. En la primera imagen se muestra un aspecto de la superficie del soporte a 40% de RF, donde no se observan grietas, y el soporte presenta una superficie densa. En la parte b y c de la Figura 6 se muestra un corte lateral del soporte a 100 y 1000 aumentos respectivamente. Las imágenes muestran que el soporte se encuentra bien compactado sin la presencia de fracturas.

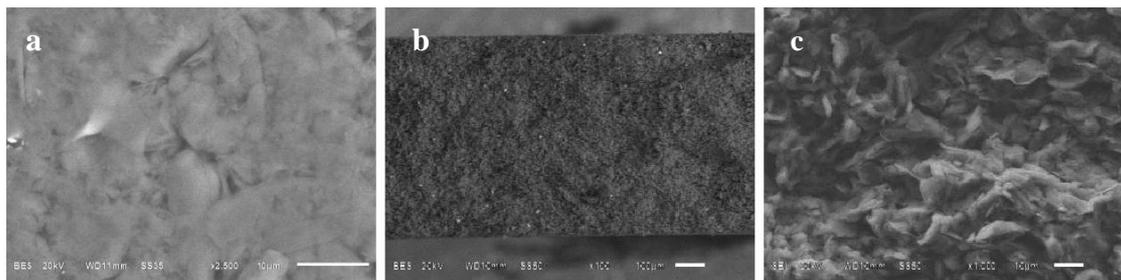


Figura 6.- Imágenes de MEB de los soportes a diferentes composiciones máxicas RF/grafito: a) 40% y 2,500X, b) vista de perfil a 100X y c) vista de perfil a 1,000X.

El análisis elemental indicó que la composición de los soportes es principalmente carbón. En la Tabla 2 se muestran los resultados cuantitativos del análisis elemental realizado a los soportes RF1, RF2 y RF3, donde se detectó la presencia de sodio, silicio y hierro en menores concentraciones, las cuales podrían provenir del grafito usado.

Tabla 2. Resultados del análisis elemental de los tres soportes a diferente relación molar de RF.

Clave	%C	%O	%Na	%Si	%Fe
RF1	96.84	2.79	0.04	0.16	0.13
RF2	97.15	2.40	0.07	0.25	0.12
RF3	97.61	2.01	0.04	0.21	0.14

### 3. CONCLUSIONES

Los soportes fabricados a partir de grafito y resina fenólica tipo resol, pueden ser usados para la formación de MTMC, por sus características morfológicas. Las resinas fenólicas sintetizadas son tipo resol de alta viscosidad. La caracterización mediante FTIR-ATR permitió identificar los grupos funcionales característicos de la resina fenólica, y mediante RMN-H se identificaron las señales de los protones asignados a la estructura resol. A partir de los resultados del análisis termogravimétrico se fijó la temperatura para llevar a cabo el curado de la resina usada en la formación de las membranas de grafito. Los soportes obtenidos son ideales para llevar a cabo el depósito de polímeros para la formación de membranas de tamiz molecular de carbón ya que no son quebradizos y presentan una superficie homogénea.

### 4. REFERENCIAS

- 2.7 G. Astarloa, J.M. Echeverría, M.D. Martín, A.M. Etxeberria, I. Mondragón, Polymer. 2000, 41, 6797.
- 2.8 F. Shilu, E. S. Sanders, S. K. Sudhir, W. J. Koros. Journal of Membrane Science. 487



(2015) 60–73.

g) A. Corma, P. Botella, C. Mitchell, Chem. Commun. (2004) 2008-2010.

h) Koley, T; Bandyopadhyay, P; Kumar, A; Synthesis and characterization of new aromatic poly(ether imide)s and their gas transport properties; European Polymer Journal, (2013) 4212.

i) S. Lima, M. Pillinger, A.A. Valente, Catal. Commun. 9, (2008) 2144-2148.



## PREPARACIÓN DE MEMBRANAS POLIMÉRICAS A PARTIR DE REACCIONES DE ACOMPLAMIENTO ENTRE DIAMINAS Y ALDEHÍDOS

Luis Fernando Alcocer Márquez <sup>a\*</sup>, Joaquín Palacios Alquisira <sup>b</sup>

<sup>a</sup> Laboratorio de Físicoquímica Macromolecular, Posgrado Facultad de Química, Universidad Nacional Autónoma de México, Circuito Exterior s/n, Ciudad Universitaria, 04510 México D.F., México <sup>b</sup> Laboratorio de Físicoquímica Macromolecular, Posgrado Facultad de Química, Universidad Nacional Autónoma de México, Circuito Exterior s/n, Ciudad Universitaria, 04510 México D.F., México

<sup>a</sup>e-mail: [sorz24@hotmail.com](mailto:sorz24@hotmail.com), <sup>b</sup> [polylab1@unam.mx](mailto:polylab1@unam.mx)

### RESUMEN

*Se llevó a cabo la preparación de membranas poliméricas, con nuevos polímeros formados a partir de paraformaldehído y cinco diaminas aromáticas, usando como disolvente NMP, mediante dos métodos de activación a comparar: calentamiento convencional y calentamiento con microondas. Se prepararon películas con polímeros nuevos sintetizados que fueron caracterizadas por métodos espectroscópicos y calorimétricos, y se determinaron propiedades fisicoquímicas. Se aplicaron modelos teóricos de cálculo de FFV para obtener valores predictivos de permeabilidades a los gases. La polimerización asistida con microondas fue más rápida pero las propiedades de las membranas fueron menos deseables.*

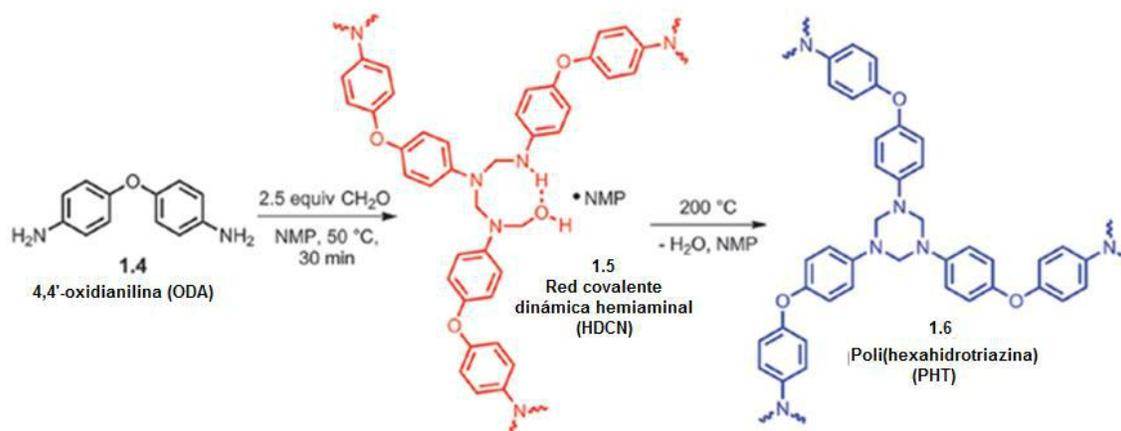
**Palabras clave: Membranas poliméricas, Separación de gases, Nuevos Polímeros Reciclables.**

### 1. INTRODUCCIÓN

El uso de membranas para la separación de gases en la industria ha sido comercializado desde hace más de 30 años. En la industria se usan las membranas generalmente en procesos de producción de nitrógeno (N<sub>2</sub>) a partir del aire, recuperación de hidrógeno en procesos de producción de amoníaco o de procesamiento de hidrocarburos, eliminación de dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) en el gas natural, entre otros<sup>1,2,3,4</sup>. Comercialmente, las membranas son derivadas de polímeros con cadenas rígidas empaquetadas para crear pequeños espacios intermoleculares que permiten que exista una selectividad al gas. Sin embargo, presentan una permeabilidad baja al gas, lo que hace lento el proceso de separación. Los polímeros orgánicos con microporo son un

tipo de polímeros que ofrecen una alta permeabilidad a los gases, pero deben tener una alta rigidez para que tengan una buena selectividad. La rigidez de las cadenas poliméricas de las membranas es importante para el desempeño en la permeabilidad y selectividad, así como la microporosidad intrínseca<sup>5</sup>. Para lograrlo, es necesario que se tengan valores altos de FFV ( Fractional Free Volume)<sup>6</sup>.

En 2014, se sintetizó un polímero termofijo (polihidrotiazina) a partir de una dianilina (ODA) y para formaldehído (*Figura 1*), el cuál presentó buenas propiedades para una membrana: estabilidad térmica de 300°C, rigidez y fácil procesamiento<sup>7</sup>. En este proyecto se sintetizaron membranas poliméricas nuevas con distintas diaminas mediante calentamiento convencional y el uso de microondas, ya que se ha encontrado una mejoría en eficiencia sintetizando triazinas, con altos rendimientos y bajos tiempos de reacción<sup>8</sup>.



*Figura 1. Reacción de polimerización entre oxidianilina y paraformaldehído.*

## 2. METODOLOGÍA

### 2.1 Materiales

Todas las sustancias fueron usadas directamente como fueron adquiridas de Aldrich, esto incluye oxidianilina (ODA, 95%, **A**), 4,4'-(4,4'-isopropilidendifenil-1,1'-diildioxi)dianilina (BAPPP, 98%, **B**), 4,4'-(hexafluoroisopropiliden)bis(4-fenoxianilina) (BAPPH, 97%, **C**), 2,3,5,6-tetrametil-1,4-fenilendiamina (4MPD, 99%, **D**), 4,4'-(1,1'-bifenil-4,4'-diildioxi)dianilina (BAPB, 97%, **E**), 4,4'-(hexafluoroisopropiliden)dianilina (6F-diamina, 98%, **F**), Paraformaldehído (PFA, 97%) y *N*-metil pirrolidona (NMP, 99.5%).



## 2.2 Síntesis con calentamiento convencional

Las membranas poliméricas PFA-BAPPP ( MB1 ), PFA-BAPPH ( MC1 ), PFA-4MPD ( MD1 ), PFA-BAPB ( ME1 ) y PFA-6F-diamina ( MF1 ), fueron preparados como se describe a continuación: para MB1, se colocaron en un vial de 20 mL BAPPP (0.80 g, 2 mmol), PFA (0.15 g, 5 mmol) y NMP (3.5 mL, 80%w) y se agitaron por 15 minutos a 50°C hasta obtener una solución homogénea. Se alimenta al vial una corriente de N<sub>2</sub> durante 30 segundos. La solución se vierte en una placa de vidrio de 15 x 15 cm y se coloca en una estufa eléctrica. Se hace un calentamiento de 40°C a 50 °C durante una hora, de 50°C a 200°C durante otra hora, y la tercer hora se deja calentando a 200°C. Se deja reposar la membrana durante la noche. Se cortan las orillas y se hace flotar en agua desionizada.

## 2.3 Síntesis con calentamiento con microondas

Las membranas poliméricas sintetizadas en microondas PFA-BAPPP ( MWB1 ), PFA-BAPPH ( MWC1 ), PFA-4MPD ( MWD1 ), PFA-BAPB ( MWE1 ) y PFA-6F-diamina ( MWF1 ), fueron preparados como se describe a continuación: para MB1, se colocaron en un vial de 20 mL BAPPP (0.99 g, 2.36 mmol), PFA (0.18 g, 5.9 mmol) y NMP (1.6 mL, 60%w) y se agitaron por 15 minutos a 50°C hasta obtener una solución homogénea. Se alimenta al vial una corriente de N<sub>2</sub> durante 30 segundos. La solución se vierte en una placa de vidrio de 15 x 15 cm y se coloca en un horno de microondas. Se calienta a una potencia de 200 W durante 20 minutos, se aumenta a potencia de 500 W durante 10 minutos y se vuelve a aumentar a potencia máxima (1000 watts) durante 10 minutos. Se deja reposar la membrana durante 10 minutos. Se cortan las orillas y se hace flotar en agua desionizada.

# 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

## 3.1 Síntesis con calentamiento convencional

Se observó que las dianilinas A,B,C,E y F pueden formar membranas a una relación



molar de 2:5 (Diamina:PFA) con respecto al formaldehído, con porcentaje de 80%w de NMP como disolvente. Las membranas obtenidas tienen como características físicas transparencia, coloración amarilla, poca flexibilidad y son quebradizas al ser dobladas. En el caso de la diamina (4MPD) no se formó membrana, pero sí polimerizó dando origen a un polvo de color marrón. Los grupos  $\text{NH}_2$  de en el 4MPD están estéricamente impedidos, por lo tanto no se pudo obtener un polímero con alto peso molecular.

### 3.2 Pruebas de solubilidad

Se aplicaron pruebas de solubilidad a los polímeros preparados con los siguientes disolvente: THF, 1,2-dicloropropano, metil etil cetona, n-propanol, N-metil pirrolidona, nitrobenzono, DMF y DMSO. Los disolventes utilizados son disolventes polares. Los polímeros formados con las diaminas A,B,C,E y F no fueron solubles en ningún disolvente probado, esto es un indicativo de una alta reticulación en la estructura del polímero formado. Los polímeros de monómeros C y F también fueron probados en cloroformo y compuestos similares, siendo insolubles en ellos. En el caso del polímero formado con 4MPD, hay solubilidad en tres de los disolventes probados: en DMSO, DMF y n-pentanol, debido a su bajo grado de polimerización.

### 3.3 Análisis FTIR

Se hicieron pruebas de FTIR en un Espectrofotómetro de FTIR / FIR Spectrum 400 de Perkin-Elmer. En las pruebas de FTIR aparecen bandas  $\sim 2850 \text{ cm}^{-1}$  correspondiente al metileno ( $-\text{CH}_2-$ ), que es esperado debido a la formación del enlace entre el formaldehído y la amina, además también aparecieron las bandas a un número de onda entre  $1470\sim 1450 \text{ cm}^{-1}$  que corresponde a la vibración conocida como “tijereteo” (scissoring) del  $-\text{CH}_2-$ , que se reportan presentes generalmente en ciclopentanos y ciclohexanos. Este hecho es importante ya que indica que se llevó a cabo la polimerización deseada con formación de la red hexahidrotiacina esperada (Ver Figura 2). Otra banda que es importante que aparezca es la de la amina terciaria  $\sim 1230 \text{ cm}^{-1}$ .

### 3.4 Análisis Térmico

Se hicieron pruebas de DSC en un Termoanalizador Mettler Toledo. En general, las

membranas preparadas tienen un comportamiento térmico bastante similar (*Ver Tabla 1*). Se encontró que la temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ) para cada membrana se ve alrededor de  $200.00^\circ\text{C}$ . Los polímeros con estructura más flexible, debido a la presencia de grupos éter, presentaron las  $T_g$ 's más bajas. Las temperaturas de descomposición ( $T_D$ ) presentan un comportamiento similar al de las  $T_g$ , los polímeros con mayor rigidez en su estructura tienen  $T_D$  altas ( $\sim 280^\circ\text{C}$  y  $< 300^\circ\text{C}$  respectivamente), mientras que los polímeros con grupos más flexibles tienen  $T_D$  alrededor de los  $240^\circ\text{C}$ .

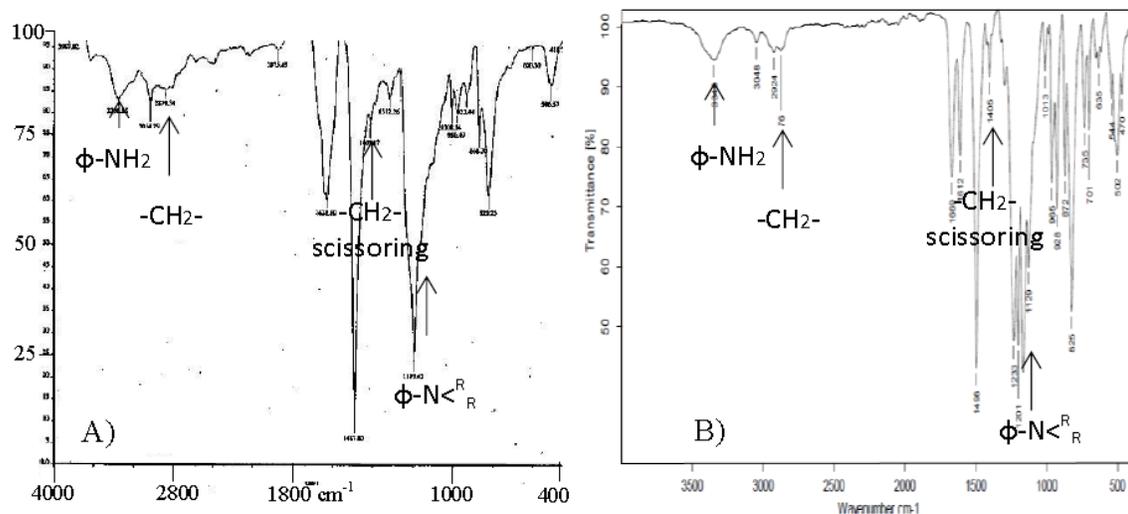


Figura 2. Resultados de FTIR polímero preparado con la diamina C, A) Sintetizada con calentamiento convencional, B) sintetizada con calentamiento por microondas.

Tabla 1. Temperatura de transición Vítrea ( $T_g$ ) y Temperatura de descomposición ( $T_D$ ) de las membranas y densidad de las membranas.

	$T_g$ ( $^\circ\text{C}$ )	$T_D$ ( $^\circ\text{C}$ )	$\rho$ ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )
MA2	91.25	$\sim 220$	1.2994
MB2	122.80	$\sim 210$	1.2359
MC1	100.76	$\sim 280$	1.4260
MD2	117.93	$\sim 240$	-
ME1	89.17	$\sim 200$	1.2450
MF1	147.32	$> 300$	1.4110

### 3.5 Determinación de densidad.

Las densidades de los polímeros formados fueron determinadas por el método de flotación en disolución de composición variable. Se obtuvieron valores de la densidad variando desde  $1.25 \text{ g}/\text{cm}^3$  hasta más de  $1.47 \text{ g}/\text{cm}^3$  (*Ver Tabla 1*). Los polímeros con flúor en su estructura presentaron altas densidades, debido su composición que tiene un

alto peso molecular.

### 3.6 Análisis de variación de relación molar Diamina:PFA

Se varió la relación molar Diamina:PFA, para ver la relación entre relación molar y propiedades de la membrana. Se obtuvieron las membranas MC2, MC3, MC4 y MF2, MF3, MF4, con relaciones molares de 2:3, 2:7 y 2:9 respectivamente. Al aumentar la relación molar de dianilina con respecto al formaldehído se obtuvieron membranas más rígidas en ambos casos (C y F). La relación 2:3 hizo que la membrana fuera más quebradiza. Las membranas que se sintetizaron con una relación mayor de formaldehído, por ejemplo las MC4 y MF4 (2:9 para ambas membranas), presentaron una mayor flexibilidad comparadas a la MC2 y MF2 con una relación molar de 2:3.

Se observó que la densidad de los polímeros disminuye con el aumento de la cantidad de PFA en su síntesis, es decir, a menor relación molar de dianilina con respecto al PFA, menor es la densidad (Ver Figura 3).

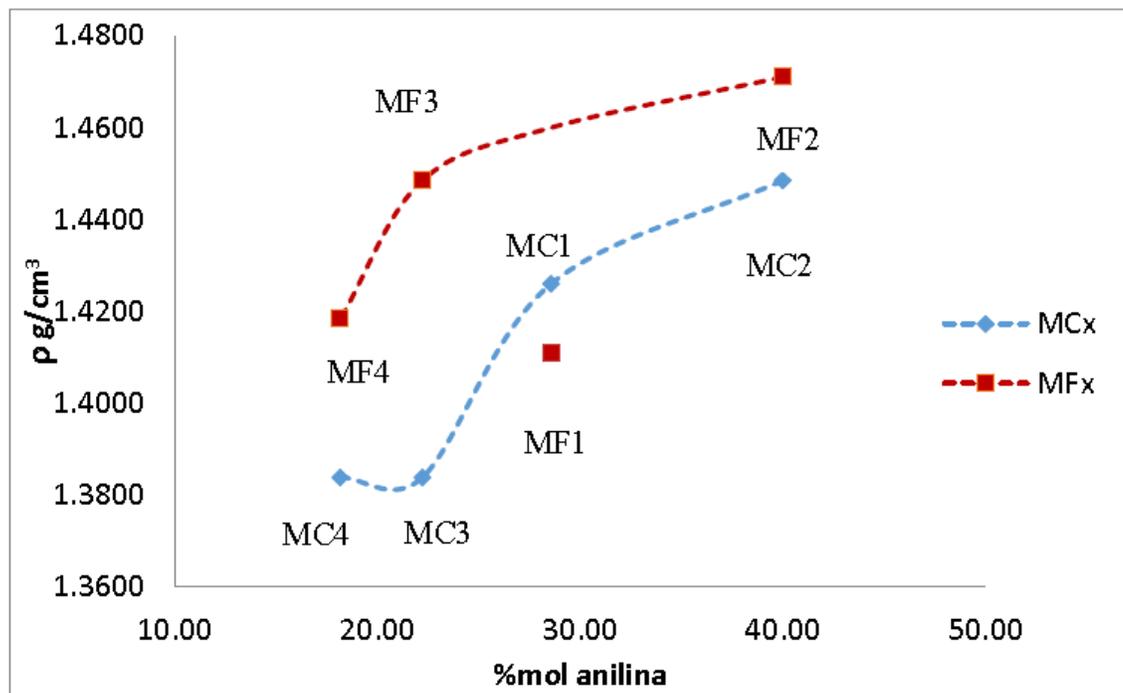


Figura 3. Densidad de membranas con monómero C y F con diferentes relaciones molares.

### 3.7 Cálculo de Fracción de Volumen Libre (FFV) y de Permeabilidad

Con los valores de FFV obtenidos, entre 0.1927 y 0.1202, se calcularon las

permeabilidades y selectividades a algunos gases. Los valores caen dentro de los valores reportados para otros polímeros<sup>9,10,11</sup> (Ver Tabla 2). Se observa que los polímeros formados a partir de dianilinas con grupos puentes más voluminosos tienen un FFV elevado, debido al mayor volumen que ocupa de este grupo. Las permeabilidades calculadas muestran valores mayores con el aumento de FFV. Sin embargo, las selectividades teóricas  $PCO_2/PCH_4$  y  $PO_2/PN_2$  son de menor valor conforme la FFV aumenta.

Tabla 2. Comparación de Permeabilidad y selectividad a diferentes gases de membranas sintetizadas en este trabajo y membranas reportadas en otros artículos.

Membrana	Permeabilidad (barrer)					Selectividad		
	$CH_4$	$N_2$	$O_2$	$CO_2$	$He$	$CO_2/CH_4$	$O_2/N_2$	$CO_2/N_2$
MB1	0.036	0.056	0.369	1.364	5.270	37.397	6.616	24.489
MC1	0.106	0.152	0.928	3.517	11.402	33.241	6.092	23.076
MC2	0.049	0.074	0.480	1.789	6.573	36.157	6.462	24.076
MC3	0.313	0.424	2.377	9.217	25.008	29.486	5.601	21.721
MC4	0.313	0.424	2.377	9.217	25.008	29.486	5.601	21.721
ME1	0.154	0.217	1.285	4.905	14.955	31.893	5.918	22.599
MF1	0.254	0.349	1.984	7.659	21.503	30.173	5.692	21.975
MF2	0.754	0.975	5.100	20.159	47.328	26.750	5.232	20.680
MF3	0.402	0.538	2.955	11.522	29.998	28.678	5.493	21.419
MF4	0.672	0.875	4.618	18.210	43.563	27.091	5.278	20.812
<i>Poliamidas aromáticas</i>								
APA1	0.47	0.46	3.11	13.00	31.00	27.66	6.76	28.26
APA2	0.90	0.81	5.40	21.00	36.00	23.33	6.66	25.93
APA3	2.24	1.73	9.38	43.00	60.00	19.20	5.42	24.85
<i>Poliimididas</i>								
PMDA-TBAPB	7.83	5.79	22.90	141.80	84.20	18.11	3.96	24.49
6FDA-BAPB C	2.97	3.54	16.50	65.60	104.4	22.10	4.66	18.53



### 3.8 Morfología de las membranas

Se hizo la microscopía electrónica de barrido en un MEB-JEOL-35CF a 15kv. Las membranas sintetizadas muestran una estructura asimétrica, en el corte transversal de la membrana se observan estrías y canales muy finos. En la superficie de la membrana se presentaron pliegues, ondulaciones y rugosidades con presencia de aglomerados de material polimérico de 0.25  $\mu\text{m}$  a 0.5  $\mu\text{m}$ . Las membranas con mayor cantidad de canalizaciones y con mayor grosor de ellas, le proporciona una densidad menor a la membrana.

### 3.9 Síntesis con calentamiento por microondas.

Se formaron películas transparentes con las muestras que contienen las diaminas A, B, C, D y F, de aspecto bastante similar. Las membranas MWE1 y MWD1 fueron más quebradizas que las demás. Las películas preparadas en horno de microondas presentaron solubilidad en NMP, por lo que podemos decir que no se trata de un polímero altamente reticulado como los sintetizados con calentamiento convencional. No se han encontrado hasta ahora condiciones adecuadas para la síntesis de membranas con microondas. Sin embargo las pruebas de FTIR de estas membranas sintetizadas con calentamiento con microondas, mostraron resultados similares a los resultados de FTIR sintetizadas con calentamiento convencional, que puede atribuirse a la presencia de la red covalente dinámica hemiaminal como se muestra en la *Figura 1*.

### 3.10 Cinética de reacción de degradación

Para hacer el estudio de la cinética de degradación se utilizó una solución ácida de 0.75M  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , a una temperatura de 40°C. Se observó que las membranas perdieron el 20% de masa inicial en un tiempo de 4 horas. La reacción de degradación no ocurre cuando el pH es mayor a 2, y se llevó acabo de manera muy lenta a temperatura ambiente (20% de degradación en 3 días).

Para determinar el orden de reacción de degradación para las membranas sintetizadas con las diaminas C y F se probaron los modelos cinéticos de primer orden y orden cero. Para ambas membranas se tiene un mejor ajuste para el modelo de primer orden (*Ver Figura 4*), con un valor de constante de rapidez de  $k = 8.83 \text{ E-3 min}^{-1}$  y  $k =$



$9.99 \text{ E-3 min}^{-1}$  y coeficiente de correlación  $R = 0.994$  y  $R = 0.968$ .

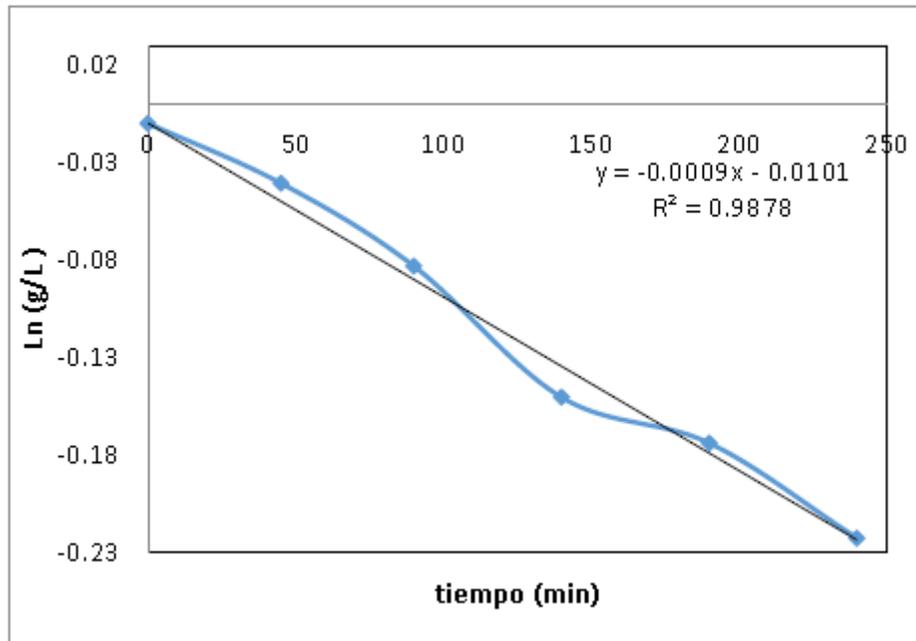


Figura 4. Cinética de degradación de membrana C4. Temperatura:  $40^{\circ}\text{C}$ , Presión:  $585 \text{ mmHg}$ . Ecuación para cinética de reacción de orden uno:  $\text{Ln}(C) = \text{Ln}(C_0) - k t$ , donde  $C = C(t)$  concentración en  $\text{g L}^{-1}$ ,  $C_0 =$  Concentración inicial  $\text{g L}^{-1}$ ,  $t =$  tiempo en min, y  $k =$  constante de velocidad en  $\text{g L}^{-1} \text{ min}^{-1}$ .

#### 4. CONCLUSIONES

Se prepararon cinco compuestos poliméricos nuevos, obtenidos a partir de diaminas aromáticas y paraformaldehído. De los cuales cuatro fueron en forma de membrana y uno en forma de polvo, con una relación molar de 2:5 (diamina:PFA) con calentamiento convencional. Los nuevos compuestos poliméricos fueron caracterizados mediante pruebas de FTIR, DSC, pruebas de solubilidad y de densidad. Obteniendo de ellos temperaturas de transición vítrea, solubilidad en distintos medios y la densidad de cada uno de ellos. No se pudo conocer el peso molecular de los polímeros debido su insolubilidad ya que son productos altamente reticulados. Además, se pudo determinar la cinética de reacción de degradación de dos de las membranas sintetizadas. La membrana MC4 logra degradarse en un 19% y la MF4 en un 20% a una temperatura de  $40^{\circ}\text{C}$  y presión atmosférica ( $586 \text{ mmHg}$ ), en una solución de  $0.75\text{M H}_2\text{SO}_4$  en 4 horas. Se tuvieron mejores resultados mediante la calentamiento convencional que la síntesis mediante calentamiento con microondas. Con el calentamiento con microondas no se



obtuvieron membranas altamente reticuladas pues pudieron disolverse en NMP.

## 5. REFERENCIAS

- <sup>1</sup> Guiver, M. D. Lee Y.M. (2013), Polymer rigidity improves microporous membranes. *Revista Science* 339, 284-285. doi: 10.1126/science.1232714
- <sup>2</sup> Seva, M. J. Poliimidiasaromáticas de alta rigidez intrínseca para procesos de separación de gases. Tesis doctoral, UAM, Madrid, España, 2013.
- <sup>3</sup> Bernardo P. et al (2009), Membrane Gas Separation: A Review/State of the Art, *Ind. Eng. Chem. Res.* 48, 4638-4663
- <sup>4</sup> Bernardo, P., Ckarizia, G. (2013), 30 Years of Membrane Technology for gas separation, *Chemical Engineering Transactions*, 32, 1999-2004.
- <sup>5</sup> Calle M. et al (2010) Design of Gas Separation Membranes Derived of Rigid Aromatic Polyimides. Polymers from Diamines Containing di-tert-butyl Side Groups *Journal of Membrane Science* 365 145–153.
- <sup>6</sup> Calle M. et al (2010) Design of Gas Separation Membranes Derived of Rigid Aromatic Polyimides. Polymers from Diamines Containing di-tert-butyl Side Groups *Journal of Membrane Science* 365 145–153.
- <sup>7</sup> García, J. M. (2014). Recyclable, strong thermosets and organogels via paraformaldehyde condensation with diamines. *Revista Science* 344, 732-735,
- <sup>8</sup> Dandia, A. (2004) Green Chemical Synthesis of Fluorinated 1,3,5-Triaryl-S-Triazines in Medium Under Microwaves as Potential Antifungal Agents, *Journal of Fluorine Chemistry* 125 1273–1277.
- <sup>9</sup> J.Y. Paul, D.R. Paul Correlation and prediction of gas permeability in glassy polymer membrane materials via a modified free volume based group contribution method, *Journal of Membrane Science* 125 (1997) 23-29
- <sup>10</sup> Hong-ling LV, Prediction of Solvent Diffusivities in Amorphous Polymers by Free-Volume Theory: Group Contribution and PALS Methods
- <sup>11</sup> Shuzhen Qiu (2015), Preparation and characterization of Matrimid/P84 Bland films, Tesis de Maestría, China University of Petroleum.



## ANDAMIOS DE GELATINA-ÁCIDO HIALURÓNICO ENTRECruzADO CON DISTINTAS CONCENTRACIONES DE EDC (1-(1-ETIL-(3-3-DIMETILAMINOPROPIL) CLORHIDRATO DE CARBODIIMIDA)) PARA CULTIVO CELULAR

Katia Jarquín Yáñez<sup>a\*</sup>, Jesús Arenas Alatorre<sup>b</sup>, Jorge E. Miranda Calderón<sup>c</sup>, Miguel Herrera Enríquez<sup>d</sup>, Gabriela Piñón Zárata<sup>d</sup>, Beatriz Hernández Téllez<sup>d</sup> y Andrés Castell Rodríguez<sup>d</sup>

<sup>a</sup>Facultad de Odontología, UNAM

<sup>b</sup>Instituto de Física, UNAM

<sup>c</sup>Sistemas Biológicos, UAM- Xochimilco

<sup>d</sup>Facultad de Medicina, UNAM

\* e-mail: [katys12@hotmail.com](mailto:katys12@hotmail.com)

### RESUMEN

*Los biomateriales son extensamente utilizados como una alternativa terapéutica en el tratamiento de regeneración ósea. Por lo que es necesario fabricar matrices que puedan ser utilizadas como soporte de células, permitiendo simular las condiciones tridimensionales del tejido óseo. El propósito del estudio es obtener un andamio de gelatina-ácido hialurónico y caracterizarlo en su porosidad y composición; sembrando en el mismo, células de médula ósea. Para ello se utilizó la gelatina tipo B fue disuelto en agua destilada a 50°C, después fue mezclado con ácido hialurónico 80:20 respectivamente. La mezcla Ge/HA fue liofilizado a -60°C. Se entrecruzó el andamio con una solución de 6, 30, 50 y 60mM de EDC/95% alcohol a 4°C por 24 horas. Los resultados muestran diferente porosidad en cada concentración de EDC que va de 100 a 25µm, la concentración de 50mM tiene un tamaño de poro promedio de 30.5µm, en la prueba de citotoxicidad el grupo de 60mM fue positivo. El mayor número celular fue en los andamios de 6 y 50mM de EDC.*

*Se agradece a histotecnóloga Raquel Guerrero Alquicira, al Biol. Armando Zepeda Rodríguez y a los alumnos Erick Francisco Sánchez Ortega, Dulce María López Pérez, Elizabeth Gonzalez por su contribución en este trabajo.*



**Palabras clave:** EDC (1-ethyl-(3-3-dimethylaminopropyl) carbodiimide hydrochloride), andamios, milimolar (mM)

## 1. INTRODUCCIÓN

La ingeniería de tejidos es un área reciente que se sustenta en conocimientos de bioingeniería, biología celular, biomateriales e inmunología con el objeto de inducir procesos de regeneración de tejidos que puedan sustituir a aquellos tejidos u órganos que han sido dañados o que están lesionados. Para elaborar un tejido u órgano mediante ingeniería de tejidos, es necesario colocar a las células de dichos tejidos u órganos en andamios biocompatibles y biodegradables que contengan los factores de crecimiento necesarios para estimular el desarrollo de tejidos y órganos bioartificiales con las prestaciones funcionales necesarias y que sean lo más parecidos aquellos que van a sustituir<sup>1,2</sup>.

Con relación al tejido óseo, este es el segundo tejido trasplantado más en humanos, por lo que los esfuerzos en ingeniería de tejidos se han centrado en el desarrollo de constructos óseos que pueden ser empleados para su implantación en el humano<sup>3</sup>.

Desde el punto de vista histológico, el hueso es un tejido conjuntivo mineralizado y altamente vascularizado e innervado, que está estructurado en laminillas de matriz ósea calcificada. La disposición de estas laminillas óseas es la que determina que el hueso sea clasificado como cortical o esponjoso. Ambos tipos de hueso están formados por unidades estructurales denominadas osteonas trabeculares o corticales. En el hueso cortical, también llamado compacto, las células osteoprogenitoras se localizan alrededor de vasos sanguíneos. Estas células proliferan y se diferencian a osteoblastos, al mismo tiempo que comienzan a alejarse unas de otras por la síntesis y secreción de proteínas de matriz extracelular que se estructura en forma de láminas concéntricas, que una vez calcificada forman la osteona cortical. Así, los vasos sanguíneos alrededor de los cuales se formaron las osteonas quedan finalmente incluidos en un conducto al que se denominada de Havers. Una vez que los osteoblastos dejan de sintetizar matriz orgánica ósea y esta se calcifica, se les llama osteocitos. Los osteocitos se comunican unos con otros a través de prolongaciones



incluidas en la matriz calcificada. El conductillo en el que están incluidas las prolongaciones de los osteocitos se llama canalículos óseos. El hueso esponjoso, también llamado trabecular, lo constituyen laminillas óseas en forma de red que delimitan cavidades areolares en cuyo interior se encuentra médula ósea<sup>4</sup>.

En la fabricación de constructos óseos mediante ingeniería de tejidos se han empleado diversos biomateriales como ácido hialurónico, gelatina y colágena, entre otros. Estos biomateriales se han conjugado en hidrogeles que han resultado como una excelente opción para fabricar constructos óseos ya que han mimetizado a la matriz ósea<sup>5</sup>.

Los glucosaminoglucanos (GAG) han mostrado que influyen el comportamiento de células del tejido conjuntivo y juegan un importante papel en el desarrollo y reparación de tejidos. Son fácilmente esterilizables, son biodegradables y pueden ser sintetizados en amplio rango de consistencias y formas<sup>6</sup>.

Los glucosaminoglucanos (GAGs) son polisacáridos largos no ramificados, compuestos por cadenas repetidas de disacáridos, que se integran por un azúcar amino (N-acetilglucosamina o N-acetilgalactosamina) y un derivado de ácido urónico. Los GAGs se clasifican en dos tipos: sulfatados y no sulfatados. Los GAGs sulfatados incluyen al queratán sulfato, dermatán sulfato, heparán sulfato y condroitin 4 y 6 sulfato. El ácido hialurónico es el único GAG no sulfatado, puede tener hasta 10,000 unidades de disacáridos repetidos y se sintetiza en la cara citoplasmática de la membrana celular por las sintetasas de hialuronano, las cuales además facilitan su salida hacia la matriz extracelular<sup>4,7</sup>.

El ácido hialurónico posee un papel importante en la organización y estructura de la matriz extracelular, el transporte de iones y nutrientes y permite la difusión de líquido tisular en el intersticio de los tejidos y órganos. Es de notar que el ácido hialurónico promueve la diferenciación de células madre a condroblastos y osteoblastos<sup>8,2,9,5</sup>.

Distintos andamios fabricados con colágena/glucosaminoglucanos en forma de esponjas, membranas o cubiertas, han sido desarrollados y usados en estudios en humanos y animales como sustratos temporales para promover la regeneración de distintos tejidos, incluyendo al óseo<sup>6,10</sup>.



La gelatina es un producto proteico obtenido por hidrólisis parcial de colágena de piel, hueso, cartílago o ligamento de todos los animales, sin embargo comercialmente se prefiere que sea de ganado vacuno o porcino. La gelatina así formada contiene un número de motivos bioactivos, como el RGD, el cual puede ser reconocida por las moléculas de adhesión presentes en la membrana de las células del tejido conjuntivo<sup>11</sup>.

La gelatina es usada como un espesante, pues forma geles de gran resistencia. La gelatina es relativamente insoluble en agua fría pero se hidrata fácilmente en agua caliente. Cuando se añade agua, los gránulos de gelatina se hinchan y forman partículas que absorben de 5-10 veces su peso en agua. Cuando se alcanza temperaturas sobre 40°C, las partículas hinchadas se disuelven formando una solución, que se transforma en gel después de enfriarse. El porcentaje de solubilidad es afectado por factores como la temperatura, concentración y tamaño de las partículas. La gelatina es insoluble en alcohol y en la mayoría de solventes orgánicos<sup>3,9,5</sup>. Por lo que el proposito del presente trabajo es obtener un andamio de gelatina-ácido hialurónico y caracterizarlo en su porosidad y composición, así como sembrar células estromales de médula ósea analizando la integridad de su membrana cuando se encuentran sobre el andamio.

## 2. METODOLOGÍA

### Animales

Se utilizarán ratas Wistar albinas de 200g de peso que serán mantenidas bajo condiciones libres de pirógenos, con disponibilidad de agua y alimento *ad libitum* y ciclos de luz-oscuridad controlados, en las instalaciones de nuestro bioterio. El sacrificio de los animales se realizará de acuerdo a los lineamientos de los comités de ética de la Facultad de Medicina.

### Obtención y purificación de células.

Para cada ensayo se utilizarán 2 ratas, de las cuáles se obtendrán las tibias y fémures. Una vez retirado el tejido muscular, los huesos serán transferidos a una solución de alcohol al 70% para eliminar la contaminación de la manipulación, posteriormente serán lavados en PBS estéril, y después colocados en medio de cultivo (DMEM/SFB/ antibiótico) donde se



obtendrán mediante perfusión las células de la médula ósea. Finalmente la suspensión celular obtenida será lavada y filtrada para retirar restos de tejido óseo.

La suspensión celular será cultivada durante 24 horas permitiendo que las células estromales se adhieran, y posteriormente se retirará el sobrenadante así como las células no adherentes, mediante 3 lavados sucesivos con HBSS, las células estromales serán expandidas y posteriormente cultivadas en DMEM/SFB/antibiótico hasta su utilización en los cultivos experimentales.

### **Elaboración de los andamios**

La gelatina tipo B (Sigma Aldrich Co.) fue disuelto en agua destilada a 50°C, después fue mezclado con ácido hialurónico (Sigma Aldrich) 80:20 respectivamente. La mezcla Ge/HA fue liofilizado a -60°C. Se entrecruzó el andamio con una solución de 6, 30, 50 y 60mM de EDC (1-ethyl-(3-(3-dimethylaminopropyl) carbodiimide hydrochloride)/95% alcohol a 4°C por 24 horas.

### **3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

Se disolvió la gelatina a una concentración del 4% en agua destilada a 50°C en constante agitación, se le incluyó a la mezcla ácido hialurónico al 1% con diferentes concentraciones de EDC para entrecruzar sus fibras a 6mM, 30mM, 50mM y 60mM.

Los resultados muestran diferente porosidad en cada condición que va de 100 a 25 mm, la concentración de 50mM tiene un tamaño de poro promedio de 30.5 mm, y una consistencia que favorece su manipulación (figura 1).

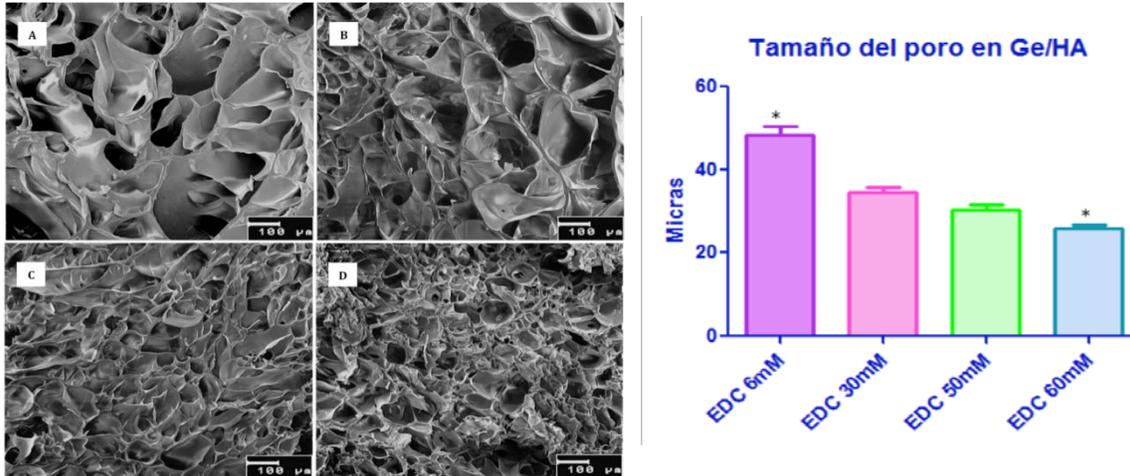


Figura 1: MEB Mezcla de gelatina con ácido hialurónico con diferentes concentraciones de EDC. A. 56mM, B. 30mM, C. 50mM y D. 60mM; a la derecha se muestra el gráfico de tamaño de poro de las mismas.

En la prueba de citotoxicidad la muestra de 60mM fue positiva de acuerdo a la curva de muerte que se elaboró ya que el número de células muertas se salió de la curva, en las condiciones de 6mM y 50mM sólo el 11% de células murieron mientras que en la condición de 30mM murió un 67% (figura 2).

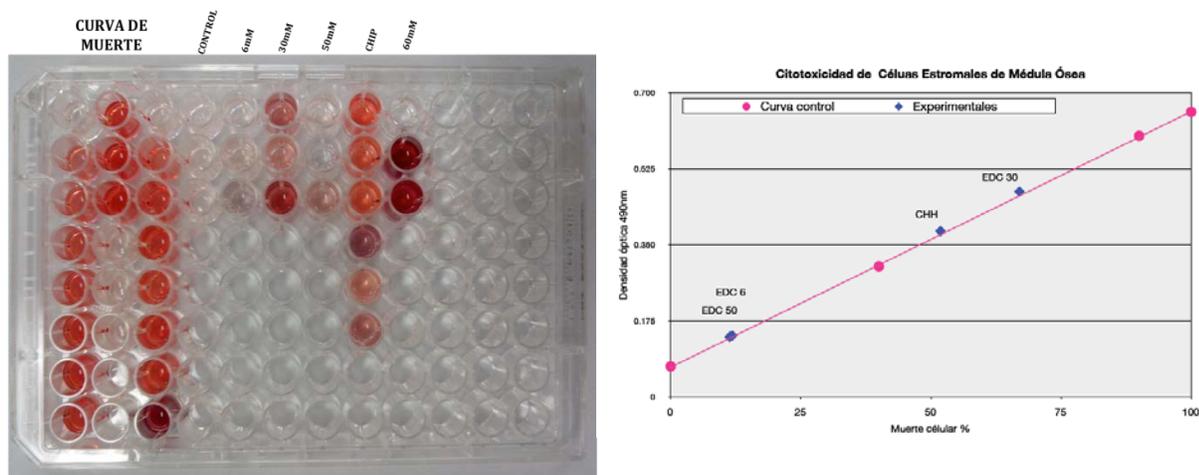


Figura. 2 Ensayo de citotoxicidad con LDH (lactato deshidrogenasa) con las diferentes concentraciones de EDC 6mM, 30mM, 50mM y 60mM.

Para corroborar que se haya eliminado correctamente los residuos de EDC en los experimentos, se realizó espectroscopía de infrarrojo (IF) fig. 3 donde se puede observar el espectro de la solución de 60mM representado por la línea negra, la cual es muy diferente a las siguientes líneas: la roja, que es el sobrenadante después de 3 lavado; la azul, representa el sobrenadante después de 6 lavado y la verde es el sobrenadante de 9 lavados, las bandas de absorción localizadas entre los 900 y 1500nm se pierden conforme se aumenta el número de lavados ya que se pierde el EDC y el alcohol.

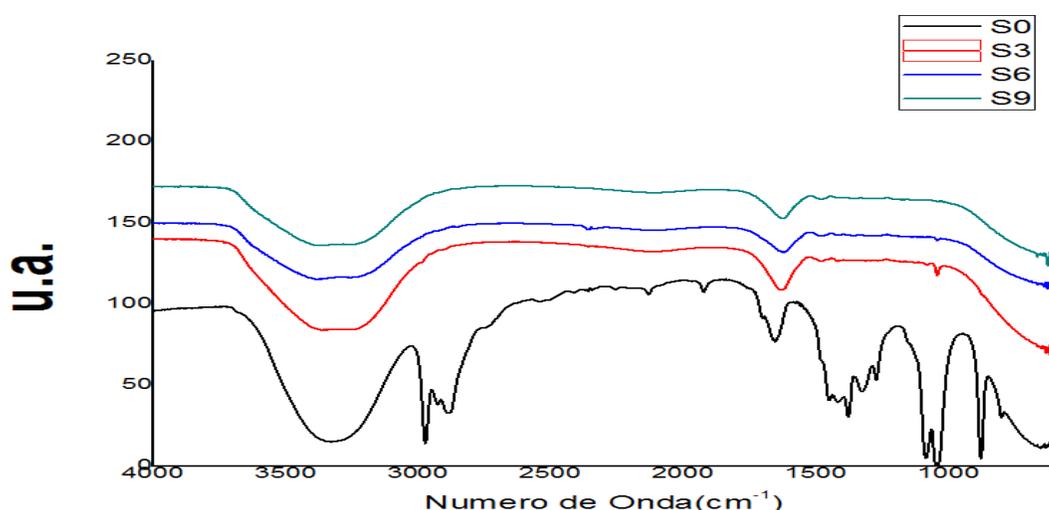


Figura 3. Espectro de absorción de sobrenadante con EDC y alcohol (S0), sobrenadante después de 3 lavados (S3), sobrenadante después de 6 lavados (S6) y sobrenadante después de 9 lavados (S9).

Se realizaron cultivos con células estromales de médula ósea de rata sobre los diferentes andamios de gelatina- ácido hialurónico con diferentes concentraciones de EDC: 6mM (fig. 4A), 30mM (fig. 4B), 50mM (fig. 4C) y 60mM (fig. 4D) y se puede observar una población mayor de células en la concentración de 6mM y menor en la de 60mM.

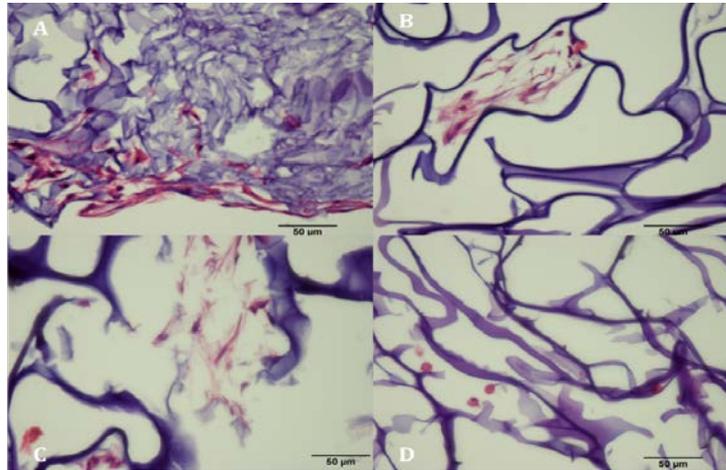


Figura. 4: Se observa el cultivo de células estromales de médula ósea sobre un andamio de Ge-HA a 6mM de EDC (A), 30mM de EDC (B), 50mM de EDC (C) Y 60mM de EDC (D)

#### 4. CONCLUSIONES

La combinación de gelatina-ácido hialurónico nos permite tener un andamio que simule el microambiente del tejido óseo permitiendo la formación de hueso nuevo por ingeniería de tejidos.

#### 5. AGRADECIMIENTOS

A la histotecnóloga Raquel Guerrero Alquicira, al Biol. Armando Zepeda Rodríguez por su colaboración en Microscopia Electrónica de Barrido ya los alumnos Erick Francisco Sánchez Ortega, Dulce María López Pérez, Elizabeth González por su contribución en este trabajo.

#### 6. REFERENCIAS

<sup>1</sup>Sastre Roberto, De Aza Salvador y San Román Julio. Biomateriales. CYTED Programa Iberoamericano de Ciencia y Tecnología para el Desarrollo. 2000

<sup>2</sup>Jha Amit K., Xu Xian, Duncan Randall L. and Jia Xinqiao. Controlling the Adhesion and



Differentiation of Mesenchymal Stem Cells Using Hyaluronic Acid-based, Doubly Crosslinked Networks. *Biomaterials*. 32(10): (2011): 2466–2478.

<sup>3</sup>Ben-David Dror, Kizhner Tali A., Kohler Thomas, Müller Ralph, Livne Erella, Srouji Samer. Cell-scaffold transplant of hydrogel seeded with rat bone marrow progenitors for bone regeneration. *Journal of Cranio-Maxillo-Facial Surgery* 39 (2011): 364-371.

<sup>4</sup>Welsch U. *Sobotta de Histología*, 2ª Ed, Editorial Médica Panamericana, 2008.

<sup>5</sup>Heris Hossein K., Rahmat Meysam, Mongeau Luc. Characterization of a Hierarchical Network of Hyaluronic Acid/Gelatin Composite for use as a smart Injectable Biomaterial. *Macromol. Biosci*. 12 (2012): 202–210.

<sup>6</sup>Liu Lin-Shu, Thompson Andrea Y., Heidaran Mohammad A., Poser James W., Spiro Robert C. An osteoconductive collagen/hyaluronate matrix for bone regeneration. *Biomaterials* 20 (1999) 1097-1108.

<sup>7</sup>Fortoul van der Goes Teresa. *Guía Biología celular e Histología médica*. 1ra Edición. Intersistemas S.A de C. V. Editorial. 2010.

<sup>8</sup>Hu Xiaohong, Li Dan, Zhou Feng, Gao Changyou. Biological hydrogel synthesized from hyaluronic acid, gelatin and chondroitin sulfate by click chemistry. *Acta Biomaterialia* 7, (2011): 1618–1626

<sup>9</sup>Zhang Fan, He Chuanglong, Cao Lijun, Feng Wei, Wang Hongsheng, Mo Xiumei, Wang Jinwu. Fabrication of gelatin–hyaluronic acid hybrid scaffolds with tunable porous structures for soft tissue engineering. *International Journal of Biological Macromolecules* 48 (2011): 474–481.

<sup>10</sup>Grover Chloe N., Cameron Ruth E., Best Serena M. Investigating the morphological, mechanical and degradation properties of scaffolds comprising collagen, gelatin and elastin for use in soft tissue engineering. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 10 (2012): 62-74

<sup>11</sup>Choi Young Seon, Hong Sung Ran, Lee Young Moo, Song Kang Won, Park Moon Hyang and Nam Young Soo. *Studies on Gelatin-Containing Artificial Skin: II. Preparation*



and Characterization of Cross-Linked Gelatin-Hyaluronate Sponge. J Biomed Mater Res (Appl Biomater) 48 (1999): 631–639.



## BIOCOMPATIBILIDAD DE UN ANDAMIO CON BASE EN QUITOSANO Y POLI(ÁCIDO LÁCTICO) PARA EL DESARROLLO DE UN SUSTITUTO BIOLÓGICO DÉRMICO

Nadia Vázquez 1<sup>a\*</sup>, Andrés Espadín 2<sup>c</sup>, Alan Martínez 3<sup>b</sup>, Keiko Shirai 4<sup>c</sup>, Lenin Tamay 5<sup>b</sup>, Lilia Solís 6<sup>b</sup>, Antonio Medina 7<sup>d</sup>

<sup>a</sup> Posgrado en Ciencias Biológicas, Universidad Nacional Autónoma de México

<sup>b</sup> Laboratorio de Biotecnología, Instituto Nacional de Rehabilitación

<sup>c</sup> Laboratorio de Biopolímeros, Universidad Autónoma Metropolitana

<sup>d</sup> Departamento de Cirugía General, Instituto Nacional de Pediatría

\*e-mail: [nadisva@ciencias.unam.mx](mailto:nadisva@ciencias.unam.mx)

### RESUMEN

*La Ingeniería de Tejidos combina andamios y células para favorecer la regeneración tisular de lesiones a través del uso de andamios basados en biomateriales. El quitosano es un polisacárido derivado de la quitina mientras que el poli(ácido láctico PLA) es un poliéster alifático; ambos son biocompatibles y biodegradables y puede ser utilizados como andamios. Hidrogeles fueron sintetizados a partir de quitosano obtenido biológicamente por fermentación láctica de la quitina e injertado con poli(ácido láctico) sin catalizador. Fibroblastos humanos fueron aislados de biopsias de prepucio y sembrados sobre las membranas de quitosano bajo condiciones estándares de cultivo. Se evaluó la biocompatibilidad a través de su viabilidad, proliferación, adhesión y funcionalidad celular. Las pruebas biológicas mostraron a los fibroblastos vivos y extendidos, además de que las membranas permitieron que éstos proliferaran y sintetizarán proteínas de matriz. Membranas de quitosano y poli(ácido láctico) son biocompatibles con potencial para desarrollar un sustituto dérmico para pacientes quemados.*

**Palabras clave:** quitosano, poli(ácido láctico), fibroblastos, biocompatibilidad



## 1. INTRODUCCIÓN

La Ingeniería de Tejidos tiene como objetivo reparar, reemplazar, mantener o aumentar la función de un tejido u órgano en particular Jayakumar *et al.* 2010<sup>1</sup>. Sin embargo para lograrlo, no sólo es necesario células, también se requiere de un soporte en donde éstas puedan desarrollarse y se recree las condiciones naturales del tejido en cuestión.

En el caso particular de la piel, que es el órgano más grande del cuerpo, puede ser afectado por traumatismos, enfermedades, quemaduras o úlceras. Los sustitutos elaborados a base de Ingeniería de Tejidos representan una manera de ayudar en el tratamiento de lesiones crónicas y agudas de la piel. Los sustitutos de piel deben contar con ciertas características como: fácil manejo y aplicación a la herida, proteger la herida de infecciones, evitar pérdida de fluidos y temperatura, presentar propiedades físicas y mecánicas adecuadas, degradación controlada capaz de soportar la reconstrucción del nuevo tejido, ser estéril, no tóxico, no antigénico y una vez implantado en el hospedero no deberá causar cicatrices ni dolor facilitando la angiogénesis Metcalfe *et al.* 2007<sup>2</sup>.

El fin último de la Ingeniería de Tejidos es cubrir, si bien no es con todas las características ya mencionadas, con el mayor número posible; de manera que encontrar el biomaterial adecuado para elaborar el andamio que cuente con todas ellas representa un gran reto. Los materiales que se han usado como matriz de sostén incluyen los naturales y los sintéticos. Los primeros presentan alta afinidad celular, baja toxicidad, mínima respuesta inflamatoria pero deficientes propiedades de degradación y mecánicas mientras los materiales sintéticos son más resistentes a la degradación y cuentan con mejores propiedades mecánicas sin embargo su mayor desventaja es el bajo reconocimiento celular Armentano *et al.* 2010<sup>3</sup>. Debido a lo anterior, se han combinado materiales de origen natural y sintético buscando optimizar sus propiedades y ampliando sus aplicaciones.

El quitosano es un copolímero lineal de glucosamina y N-acetil glucosamina, con una alta variabilidad en sus propiedades físico-químicas debido a su origen natural Aranaz, *et al.* 2010<sup>4</sup>. Se obtiene de la desacetilación alcalina de la quitina, la cual es el principal componente del exoesqueleto de artrópodos y paredes celulares de hongos. El quitosano y sus derivados presentan propiedades especiales que los hacen muy atractivos para la Ingeniería de Tejidos, tales como: no tóxicos y biodegradables dentro de modelos *in vivo*,



no producen reacción de rechazo ni encapsulación fibrosa, su degradación es mediante lisozimas resultando productos naturales de la glucosamina y N-acetil glucosamina los cuales son incorporados en glicoproteínas o excretados como dióxido de carbono, su estructura es similar a la de los glucosaminoglucanos (GAG) encontrados en la Matriz Extracelular (MEC) de varios tejidos humanos facilitan la adhesión celular, su naturaleza catiónica responsable de la interacción con los GAG, proteoglicanos o moléculas cargadas negativamente esto a su vez le confiere afinidad celular, la actividad antibacteriana, su versatilidad al ser moldeado en diferentes presentaciones (pasta, membranas, esponja, fibras, etc.) y la capacidad de poderse combinar con una variedad de biomateriales Shi *et al.* 2006<sup>5</sup>, Peniche *et al.* 2010<sup>6</sup>. La mayor desventaja del quitosano, es su pobre fuerza mecánica que limita su aplicación en la Ingeniería de Tejidos Chen *et al.* 2008<sup>7</sup>.

Por lo anterior, se hace atractiva la idea de combinarlo con el Poli(ácido láctico), polímero sintético, renovable, biocompatible, con una variedad amplia de procesamiento, hidrofóbico, presenta baja afinidad celular y su tasa de degradación es muy baja Xiao *et al.* 2008<sup>8</sup>. La degradación del PLA se realiza por hidrólisis de los enlaces ésteres y no necesita de enzimas que catalicen esta reacción ya que sus productos de degradación son unidades monoméricas de ácido láctico que participan como intermediarios en el metabolismo de los carbohidratos. Por sus características, este poliéster alifático ha tenido numerosas aplicaciones médicas. Sin embargo presenta algunas limitantes como: su relativa fragilidad a temperatura ambiente, su hidrofobicidad y su carencia de reconocimiento celular. El PLA ha sido estudiado ampliamente para uso en aplicaciones médicas por su biodegradabilidad y biocompatibilidad en el cuerpo. Los principales ejemplos de productos biomédicos en donde se ha utilizado, son dispositivos de fijación de fracturas, como: tornillos y placas Ding *et al.* 2004<sup>9</sup>. Fibras de PLA son usadas para la fabricación de suturas reabsorbibles. Finalmente, en la Ingeniería de Tejidos, las matrices de PLA han sido usadas como andamios porosos, encontrándoles un gran potencial en la reconstrucción de tejidos y órganos dañados Avérous, 2008<sup>10</sup>.

## 1. METODOLOGÍA

Elaboración de las membranas



La quitina utilizada como materia prima se extrajo de restos de exoesqueleto del camarón *Litopenaeous vanameii* y se obtuvo el quitosano mediante un procesamiento biológico-químico, iniciando con una fermentación láctica empleando *Lactobacillus sp.* El quitosano obtenido tuvo un peso molecular de 900kDa y un grado de acetilación del 9.8% Mientras que el Ácido Láctico fue adquirido en JT Baker. Los catalizadores en las reacciones de síntesis fueron trietanolamina (TEA) y ácido sulfónico p-tolueno (p-TSA), ambos de Sigma Aldrich.

Se trabajaron 3 diferentes grupos de membranas, empleando 40 ml de quitosano (1g) solución en D,L-LA(Ácido láctico forma D,L) (0.5N) mezclando con 160 ml de LL-LA ácido láctico en su forma L,L) (0.3N). La adición de catalizador p-TSA o no, produjo los dos primeros tipos de membranas. Las mezclas obtenidas se colocaron bajo una atmósfera de nitrógeno y a 80°C. Posteriormente, se vertieron en cajas Petri dejándolas secar bajo vacío por 9 horas. El tercer tipo de membrana, se obtuvo adicionando TEA como catalizador y dejando reaccionar a 80°C por 24 horas. Todas las membranas fueron purificadas con acetona.

#### 5.1.1.1 Aislamiento de fibroblastos

Las biopsias de piel provinieron de remanentes de circuncisiones de infantes realizadas en el Instituto Nacional de Pediatría. Fueron donadas con el asentimiento informado de los padres de familia. Se fragmentó el tejido, retirando previamente los restos de tejido adiposo y sangre que las biopsias presentaban. Se sometió a digestiones enzimáticas con

dispasa 2.4 unidades/ml (Gibco) durante 16 horas a 4°C y colagenasa 0.3% durante 3 horas a 37 °C en agitación para la obtención de fibroblastos.

Los fibroblastos fueron cultivados y expandidos hasta pase 2. Los cultivos celulares se mantuvieron en cultivo en Medio Dulbecco's Modified Eagle's Nutriente F-12 (DMEM/F12) (Gibco) suplementado con 10% de Suero Bovino Fetal (SBF) (Gibco) y 1% de antibiótico en una incubadora a 37° C y a 0.5% de CO<sub>2</sub>. Se reemplazó el medio cada tercer día hasta llegar al 90% de confluencia. Los fibroblastos adherentes se obtuvieron de las cajas de cultivo utilizando Tripsina-Ácido etildiaminotetraacético (EDTA) 0.05% (Gibco).



## Pruebas biológicas

*Viabilidad celular.* Se determinó la viabilidad de los fibroblastos sobre las membranas mediante el “Kit” LIVE/DEAD® Viability/Cytotoxicity Kit for mammalian cells (Invitrogen) que consistió en una prueba con calceína y homodímero de etidio. Se utilizó Microscopía de fluorescencia en un Confocal LSM 780 Carl Zeiss para la obtención las imágenes.

Para obtener el porcentaje de viabilidad y mortalidad se realizó un conteo celular. El análisis de la confluencia de células viables se realizó con el programa Image J.

*Adhesión celular.* Las membranas sembradas con fibroblastos se fijaron con Glutaraldehído al 2.5% (Sigma) por 30 minutos. Se utilizó un Microscopio Electrónico ESEM XL 30 Phillips para el análisis de resultados.

*Proliferación celular.* Se realizaron inmunofluorescencias para evaluar la proliferación. La fijación de las membranas fue con PFA 2% por 20 minutos. Se utilizó un anticuerpo primario Ki67 (Biolegend) y un anticuerpo secundario fluoresceinado Alexa 488 (Invitrogen A-21203). Los núcleos fueron teñidos con DAPI (Sigma) durante 10 minutos. Al final, se lavaron con PBS y se montaron en un portaobjetos con PBS-Glicerol.

*Síntesis de proteínas de matriz.* Se realizaron inmunofluorescencias contra Procolágena I, y tropoelastina. Las membranas con las células se fijaron con Paraformaldehido (PFA) al 2% durante 20 minutos. Los anticuerpos primarios fueron: Procolágena I y Tropoelastina mientras que los anticuerpos secundarios fueron Alexa antiratón 488 y Alexa 594 anticonejo (Invitrogen A-21203 y A-11001). Los núcleos fueron teñidos con DAPI (Sigma) con una dilución durante 10 minutos. Las imágenes fueron capturadas con un microscopio Confocal LSM 780 Carl Zeiss.

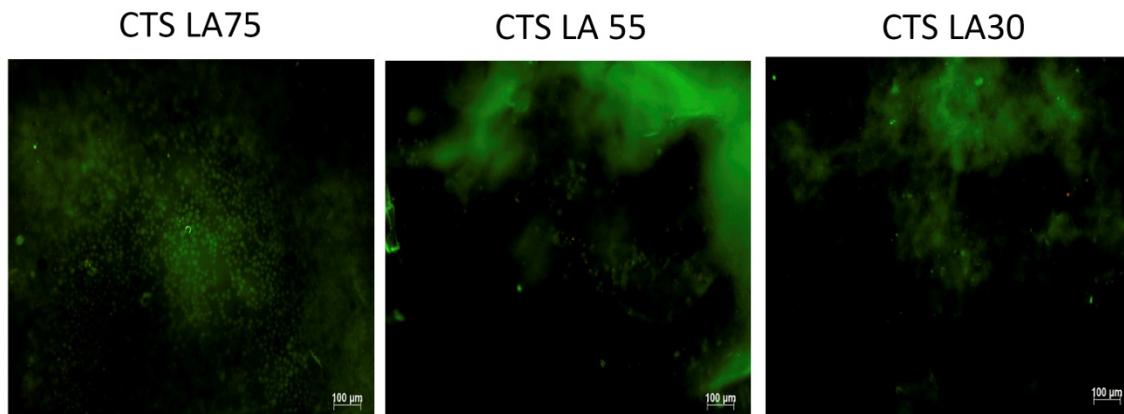
## 1. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Las membranas obtenidas fueron nombradas de acuerdo a su porcentaje de incorporación de PLA en el andamio. De este modo, se obtuvo que aquella sin catalizador presentó un 30% de PLA(CTS-LA30), la que tuvo como catalizador p-TSA un 55% (CTS-LA55) y

finalmente la que empleo TEA un 75% (CTS-LA75). Se elaboró un cuarto tipo de membrana sin catalizador con menor cantidad de PLA con una incorporación del 27% (CTS-LA27).

Los fibroblastos humanos obtenidos del aislamiento fueron viables y se obtuvieron 2 millones de fibroblastos/cm<sup>2</sup>.

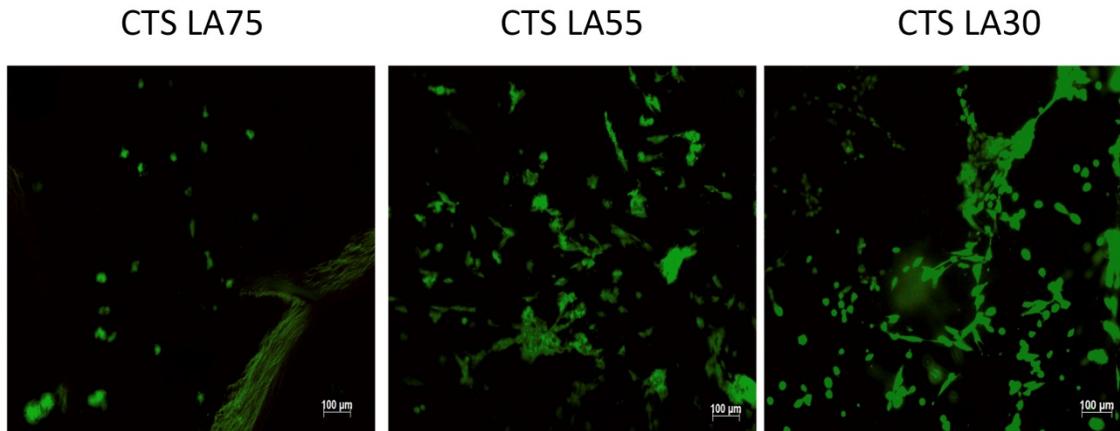
El ensayo de vida y muerte permitió comparar la viabilidad de los fibroblastos en las diferentes membranas. La calceína tiñó de verde las células vivas y el homodímero de etidio las células muertas en rojo. Las pruebas de viabilidad mostraron que los fibroblastos aunque escasos sobre las películas (CTS LA75, CTS LA55 y CTS LA30), éstos están vivos (Fig.1). Sin embargo, presentan una morfología atípica a los fibroblastos adheridos mantenidos en cultivo, ya que se observan redondos lo cual nos sugiere que no se encuentran adheridos al andamio, razón por la cual fácilmente pudieran ser removidos con el recambio de medio.



*Figura1. Ensayos de Viabilidad de fibroblastos sembrados en las membranas CTS LA75, CTS LA55 y CTS LA30 a los 5 días de cultivo. En verde células vivas.*

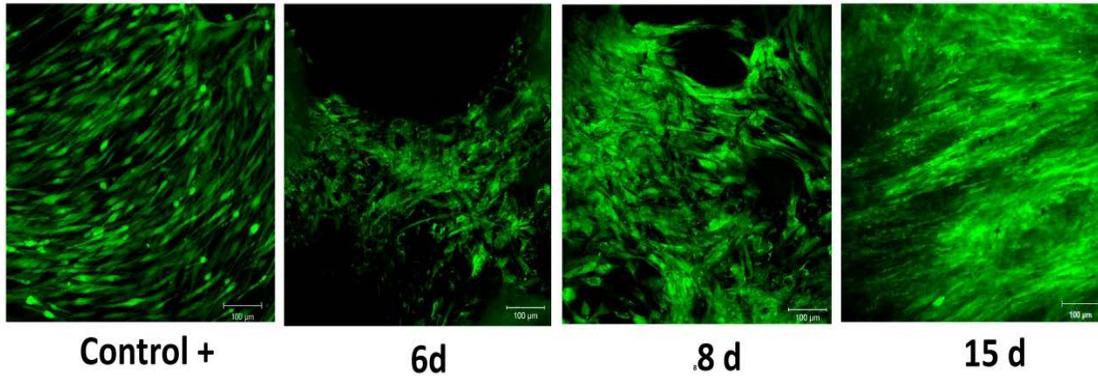
Debido a que los fibroblastos no se encontraron adheridos a las películas, se alteró la topografía de éstas para promover su adhesión. Cuando las tres películas fueron lijadas, se observó que sólo en aquella con menor proporción de incorporación de PLA, CTS-LA30,

los fibroblastos se encontraban adheridos y en mayor cantidad con respecto a las dos restantes (Fig. 2), en donde los fibroblastos se mantenían redondos.



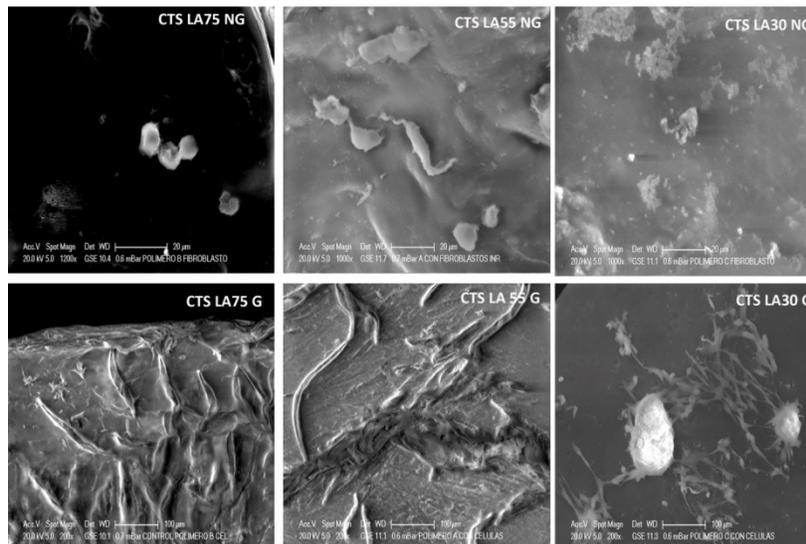
*Figura 2. Ensayos de Viabilidad de fibroblastos sembrados en las membranas CTS LA75, CTS LA55 y CTS LA30 lijadas a los 5 días de cultivo. En verde células vivas. Nótese la morfología extendida de las células en CTS LA30.*

Considerando que a menores proporciones de incorporación de PLA, los resultados biológicos eran mejores, se sintetizó una cuarta membrana sin catalizador: CTS LA27. En ésta, fue posible observar fibroblastos vivos y adheridos y con una morfología fusiforme de manera homogénea que a los 8 días casi alcanzan la confluencia. Estos resultados destacan implicaciones importantes, por un lado el evitar lijar la superficie del material evidencia que *per se*, la película cuenta con rasgos o características suficientes para mantener a las células en un estado similar al que muestran en una placa de cultivo; y por el otro se reduce el número de días en que los fibroblastos poblen la superficie del andamio lo que se traduce en que en menor tiempo el sustituto biológico estará listo para su aplicación.



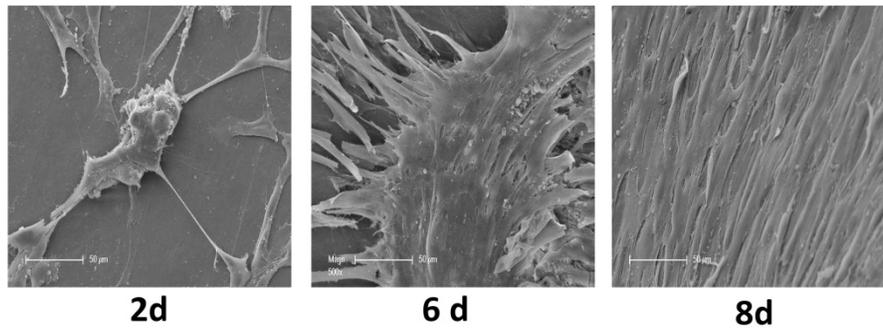
*Figura 3. Ensayos de Viabilidad de fibroblastos sembrados en la membrana CTS LA27 a 6,8 y 15 días de cultivo. En verde células vivas. Nótese como los fibroblastos mantienen su morfología fusiforme y viabilidad con el paso del tiempo.*

La adhesión de los fibroblastos a las membranas CTS LA75, CTS LA55 y CTS LA30, en su inicio fue incipiente ya se observó a las células redondas después de 5 días de su siembra. Sin embargo, sobre las membranas lijadas, sólo en la CTS LA30 se evidenció adhesión y morfología típica de los fibroblastos, mientras que en el resto de las membranas, hubo escasos fibroblastos (Fig.4)



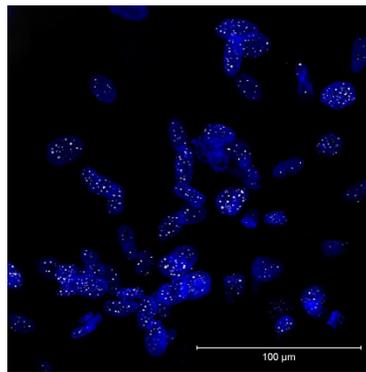
*Fig. 4 Análisis de Microscopía Electrónica de Barrido, adhesión de fibroblastos sembrados en andamio a los 5 días de cultivo. Paneles superiores membranas CTS LA75, CTS LA55 y CTS LA30 no lijadas e inferiores, lijadas.*

Una menor incorporación de PLA con una topografía sin estrías (membrana CTS LA 27), mostró una morfología extendida desde los primeros días de sembrado (Fig. 5) así como una densidad mayor sobre el andamio en menor tiempo con respecto a CTS LA30 G ya que tan sólo en 8 días de cultivo se observó una completa confluencia sobre la película en donde es difícil distinguir la individualidad de los fibroblastos.



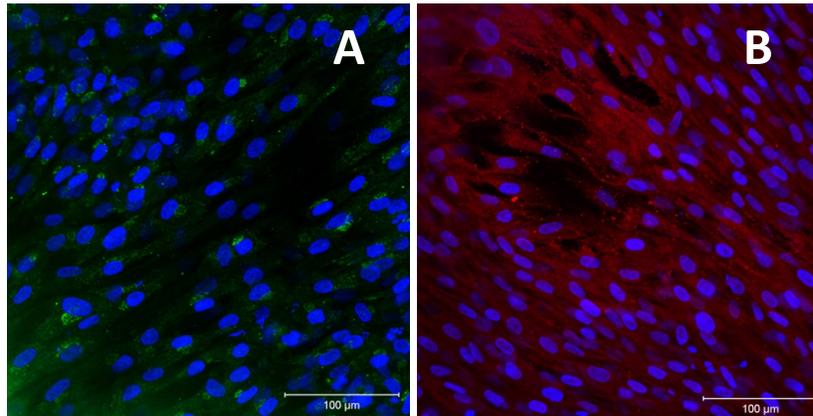
*Figura 5. Análisis de Microscopía Electrónica de Barrido, adhesión de fibroblastos sembrados en andamio a los 2,6 y 8 días de cultivo sobre la membrana CTS LA27.*

Debido a que la membrana CTS LA27 mostró la mayor viabilidad y adhesión, se utilizó únicamente ésta para a siguientes pruebas biológicas. En proliferación, CTS LA27 presentó fibroblastos proliferando lo cual se indica con la positividad que presentaron contra el anticuerpo Ki67, proteína nuclear presente durante el ciclo celular.



*Figura 6. Inmunofluorescencia contra Ki67. Fibroblastos positivos para Ki67 (puntos amarillos) sobre la membrana CTS LA27. Los núcleos aparecen en azul teñidos con DAPI*

La producción de proteínas de matriz en los fibroblastos fue evidenciado con inmunohistoquímicas e inmunofluorescencias para procolágena tipo I y tropoelastina. Fibroblastos sembrados en la película CTS LA27 resultaron ser positivas en su totalidad para ambas proteínas.



*Figura 7. Inmunofluorescencias contra procolágena I (A) y tropoelastina (B) a los 13 días de cultivo sobre la película CTS-LA27. Los fibroblastos son positivos en su totalidad para ambas proteínas. Los núcleos aparecen teñidos con DAPI (azul).*

De acuerdo a los resultados obtenidos, la biocompatibilidad de las membranas estuvo correlacionada con los porcentajes de incorporación de PLA. Considerando el porcentaje de incorporación y otros trabajos, los productos de degradación del PLA pueden producir la acidificación del microambiente Li *et al.* 2003<sup>11</sup>. Con todo lo anterior, se puede explicar las razones por la cuales, el copolímero CTS LA30 haya sido la película con el mayor porcentaje de viabilidad, con respecto a CTS LA55 Y CTS LA 55, ya que en aquellas que presentaron mayores porcentajes de incorporación de PLA mostraron acidificar el medio ya que con el tiempo, el PLA se liberaba al medio afectando el mantenimiento de las células en sus condiciones estándares. Espadín y cols. 2014 propusieron la purificación con acetona como medida para disminuir la acidez de las películas. Debido a lo anterior y a la relativa hidrofobicidad de las películas con mayor porcentaje de PLA repercutieron en la viabilidad celular.



Se ha reportado que la adhesión está asociada con las propiedades químicas y de superficie, como: el ángulo de contacto, la carga eléctrica y la topografía Vitte *et al.* 2004<sup>12</sup>. Las membranas CTS LA75 Y CTS LA55 tuvieron un ángulo de contacto de 94°, el CTS LA30 de 73° como se reportó previamente Espadin *et al.* 2014<sup>13</sup> por lo que la película CTS LA30 presentó una superficie más hidrofílica con respecto a CTS LA75 y 55. Lo que sugiere que el quitosano favorece la hidrofiliidad de los materiales y que este polisacárido es más hidrofílico que el PLA. Li y cols. 2003 encontraron que en materiales de CTS-PLA, el ángulo de contacto disminuye conforme la proporción de quitosano aumenta. Nuestros resultados son similares a los evidenciados en ese estudio, ya que la película CTS LA30 es el que presenta el menor ángulo de contacto y el que contiene el mayor porcentaje de quitosano. A su vez, los copolímeros CTS LA75 Y 55 tienen los ángulos de contacto más altos y los que contienen el menor porcentaje de quitosano. Trabajos como los de Xie *et al.* 2010<sup>14</sup> y Depan *et al.* 2006<sup>15</sup> observaron el mismo comportamiento; mayor incorporación de PLA se obtiene un mayor ángulo de contacto debido a la formación de zonas hidrofóbicas.

## 1. CONCLUSIONES

La membrana con el menor porcentaje de incorporación de PLA (CTS LA27) permitió una alta viabilidad y una confluencia celular en menor cantidad de días de cultivo con respecto al resto de materiales evaluados. De igual manera, los fibroblastos se mostraron extendidos y adheridos en menor tiempo sin la presencia de agrupaciones celulares. Las membranas con el menor porcentaje de PLA mantuvieron la proliferación así como la síntesis de proteínas de matriz en los fibroblastos humanos sembrados. La membrana con base en quitosano biológico-químico en combinación con Ácido Poliláctico mostró biocompatibilidad para el desarrollo de un sustituto biológico dérmico y ser considerado una opción con potencial en el tratamiento de quemaduras profundas.

## 2. REFERENCIAS

<sup>1</sup> R. Jayakumar R, D. Menon, S.V. Nair & H. Tamura. Carbohydrate polymers. 82(2010), 227-232.



- <sup>2</sup> A. Metcalfe & M. Ferguson. *Journal of the Royal Society Interface*. 4 (2007) 413–437.
- <sup>3</sup> I. Armentano, M. Dottori, E. Fortunati, S. Mattiolo & J.M. Kenny. Polymer degradation and stability. 95(2010) 2126- 2146.
- <sup>4</sup> I. Aranaz, R. Harris & A. Heras. *Current Organic Chemistry*. 4, (2010) 308-330.
- <sup>5</sup> C. Shi, Y. Zhu, X. Ran, M. Wang, Y. Su y T. Cheng. *Journal of Surgical Research*. 133 (2006) 185-1992.
- <sup>6</sup> C. Peniche, W. Argüelles-Monal y F. Goycoolea. Chitin and Chitosan: Major sources properties and applications. En: Naceur Belgacem M y Gandini A, Editores. *Monomers, polymers and composites from renewable resources*. Madrid: Elsevier; 2008.
- <sup>7</sup> Z. G. Chen, X M Mo, C.L. He, H.S. Wang. *Carbohydrates Polymers*. 72(2008) 410.
- <sup>8</sup> Z. Ding, J. Chen, S. Gao, J. Chang, J. Zhang, E. Kang. *Biomaterials* 25(2004) 1059-1067.
- <sup>9</sup> Y. Xiao, D. Li, X. Chen, J. Lu, H. Fan, X. Zhang. *J.Appl. Polym. Sci.*, 110 (2008) 408–412. (2008).
- <sup>10</sup> Avèrous L. (Polylactic Acid: synthesis, properties and applications. En: Naceur Belgacem M y Gandini A, Editores. *Monomers, polymers and composites from renewable resources*. Madrid: Elsevier; 2008.
- <sup>11</sup> L. Li, S. Ding, C. Zhou C. *Journal of Applied Polymer Science*. 91(2003) 274-277. (2003)
- <sup>12</sup> J. Vitte, M. Benoiel, A. Pierres, P. Bongrand. *European cells and Materials*. 7 (2004)54-63.
- <sup>13</sup> A. Espadín A, N. Vázquez N, A. Tecante, L. Tamay, M. Gimeno, C. Velasquillo, K. Shirai. *Journal applied polymer science* 131(2014) 40252.
- <sup>14</sup> D. Depan, A. Kumar, R. Singh. *J. Biomed. Mater. Res. Part A*,(2006) 372-382.



## ÓSMOSIS INVERSA, UNA ALTERNATIVA PARA EL ABASTECIMIENTO DE AGUA DESTILADA EN LABORATORIOS

Pineda Santos Alicia<sup>a\*</sup>, López Maya Eduardo<sup>b</sup>

<mailto:dirección@autor1.com><sup>a</sup> Universidad Tecnológica del Valle de Toluca. Carrera de Mantenimiento Industrial. Carretera del Departamento del D.F. km. 7.5, Santa María Atarasquillo, Lerma, México. C.P. 52044.

<mailto:dirección@autor1.com><sup>b</sup> Universidad Tecnológica del Valle de Toluca. Carrera de Tecnología Ambiental. Carretera del Departamento del D.F. km. 7.5, Santa María Atarasquillo, Lerma, México. C.P. 52044.

\* e-mail: [alipineda@hotmail.com](mailto:alipineda@hotmail.com); [alicia.pineda@utvtol.edu.mx](mailto:alicia.pineda@utvtol.edu.mx)

### RESUMEN

*La necesidad de optimizar los recursos en las Instituciones Educativas para el desarrollo formativo de los alumnos, ha originado la búsqueda de alternativas en la realización de la actividad didáctica práctica. La Universidad Tecnológica del Valle de Toluca, específicamente en los laboratorios de la carrera de Tecnología Ambiental con la finalidad de abastecer los requerimientos en tres laboratorios pertenecientes a la carrera; ha empleado para abastecimiento de agua destilada, la tecnología de membranas, específicamente la ósmosis inversa, de la cual se ha logrado obtener resultados favorables cuantitativamente. El presente trabajo describe el proceso de obtención de agua destilada a partir del uso eficaz del módulo de ósmosis inversa ubicado en la planta piloto de tratamiento de aguas perteneciente a la carrera, así como los resultados cuantitativos al emplear esta alternativa como beneficio adicional para la generación de agua destilada necesaria en la realización de prácticas experimentales.*

**Palabras clave:** agua destilada, ósmosis inversa, laboratorios

### 1. INTRODUCCIÓN

La demanda de agua dulce ha aumentado con el crecimiento de la población mundial así como el crecimiento industrial, tal razón ha generado que se declare como un recurso escaso, originando para ello, diversos tratamientos de aguas y efluentes para el desarrollo de la sociedad, incluyendo desarrollos urbanos como Instituciones Educativas y de interés Social.



La creación de nuevas alternativas para el tratamiento de aguas y efluentes ha dado lugar a la aplicación de diversas tecnologías, una de ellas la tecnología de membranas. La ósmosis inversa, es la tecnología de membranas que a tenido un desarrollo masivo en el campo de la desalación de aguas salobres, sobre todo en el campo industrial y civil<sup>1,2,3</sup> (Kosutic, Dolar et al. 2007; Hrayshat 2008; Radjenovic, Petrovic et al. 2008), reemplazando o complementando a los métodos anteriores, debido a que es un método no excluyente de los otros por lo que en algunos países se ha transformado en la única opción factible.

Las membranas de ósmosis inversa se utilizan ampliamente en todo el mundo en la desalinización; suavizan y purifican el agua salobre del mar y de otras aguas superficiales para obtención de agua potable, industrial y de uso agrícola.<sup>4,5</sup> (Matsuura 2001, Li, Fengjuan; et.al.2010). El presente trabajo presenta el uso de membranas de ósmosis inversa como beneficio para la obtención de agua destilada dentro de las Instalaciones de la Universidad Tecnológica del Valle de Toluca, para el abastecimiento de los laboratorios, empleando un módulo de membranas instalado en la planta piloto de tratamiento de aguas.

## 2. METODOLOGÍA

La metodología empleada para la obtención de agua destilada está basada en el diagrama de flujo de la planta piloto de tratamiento de aguas (Figura 1), donde se muestra la sección de procesos de membranas.

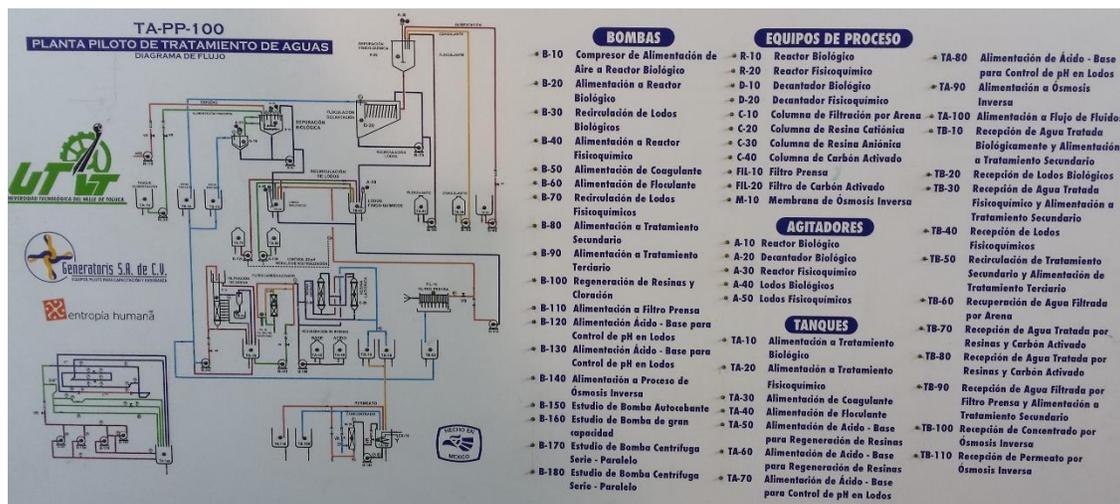


Figura 1. Diagrama de flujo de la planta piloto de tratamiento de agua de la Universidad Tecnológica del Valle de Toluca.

Con base a este diagrama, se utilizó la sección de Procesos de Membranas (Figura 2), en donde se agregaron 200 lt/h de agua potable al tanque de alimentación T-90, del cual por medio de una bomba centrífuga de 5 hp se impulsa el agua al módulo de ósmosis inversa que cuenta con una membrana Hydranautics CPA2-4040 instalada con la planta piloto; de aquí, se tiene un rechazo de aproximadamente 120 lt, los cuales se almacenan en el tanque T100 este rechazo puede recircularse al tanque de alimentación, sin embargo, no se realiza con frecuencia debido a que esa agua se emplea en diversos usos dentro de las instalaciones; finalmente se obtiene el permeado (tanque T110), que es el agua destilada de interés para manejo en los laboratorios.



*Figura 2. Proceso de Membranas. Planta piloto de tratamiento de agua de la Universidad Tecnológica del Valle de Toluca.*



De esta agua obtenida en la línea de permeado se realizaron mediciones de pH, conductividad, temperatura y oxígeno disuelto así como la medición de dureza (basados en la Norma Mexicana NMX-AA-072-SCFI-2001 –Determinación de dureza en aguas naturales, residuales y residuales tratadas-) con el fin de conocer si la membrana está trabajando óptimamente y determinar si el agua tiene las condiciones para ser usada dentro de los laboratorios como agua destilada.

### 3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

Como se mencionó en la metodología, por cada tanque de alimentación lleno, se obtienen 80 lt, de agua permeada, que abastecen por 15 días en un periodo normal de prácticas didácticas, a los laboratorios de la Carrera de Tecnología Ambiental de la Universidad Tecnológica del Valle de Toluca; cuando existe una matrícula alta de alumnos (según el cuatrimestre) el consumo de agua destilada aumenta, por lo que se emplea con mayor frecuencia el módulo de ósmosis inversa, haciendo que se obtenga esta cantidad de 80 lt cada 8 días. Con esto definimos que el uso pertinente del proceso de membranas específicamente ósmosis reversible es óptimo para el abastecimiento de agua para una Institución Educativa

Los resultados obtenidos en las mediciones y los análisis de dureza, se presentan en la Tabla 1, donde se puede observar que tras de haber pasado por la membrana de ósmosis inversa existe una disminución del 51% de conductividad, lo que es favorable para la calidad del agua permeada; por otro lado, el oxígeno disuelto del permeado es de 6.27 mg/l, lo que también es aceptable para el uso de los laboratorios más no óptimo para un agua destilada, al igual que los resultados de dureza, los cuales muestran que el agua permeada se encuentra en una denominación media, es decir, es moderadamente dura.



Tabla 1. Resultados de mediciones y análisis de dureza

	<i>pH</i>	<i>Conductividad</i> $\mu\text{S/cm}$	<i>Temperatura</i> $^{\circ}\text{C}$	<i>Oxígeno disuelto</i> $\text{mg/l}$	<i>Dureza</i> $\text{mg/l}$
Alimentación (Tanque T90)	7.906	237.3	20	7.49	140
Permeado (Tanque 110)	8.008	121.8	21	6.27	116

Los resultados presentados, indican que el agua obtenida a través del módulo de membranas puede ser empleada en los laboratorios de la Institución Educativa, más es importante hacer un mantenimiento, limpieza o cambio de la membrana de ósmosis inversas, ya que los datos obtenidos no son los óptimos para una membrana de alta calidad.

#### 4. CONCLUSIONES

El presente trabajo presenta las siguientes conclusiones determinadas en el análisis de resultados:

- 2.9 El agua obtenida en este momento es adecuada para ser empleada en los laboratorios de forma didáctica, más no es óptima, debido a la calidad de ésta.
- 2.10 El agua obtenida en el permeado tiene denominación media con respecto a su dureza, es decir, es moderadamente dura.
- 2.11 La membrana de ósmosis inversa requiere ser limpiada para obtener mayores rendimientos tanto cuantitativos como cualitativos; esto debido a que su uso ha sido constante.

#### 5. REFERENCIAS

- <sup>1</sup> Kosutic, K., D. Dolar, et al. (2007). Removal of antibiotics from a model wastewater by RO/NF membranes. Separation and Purification Technology 53(3): 244-249.



- 2 Hrayshat, E. S. (2008). Brackish water desalination by a stand alone reverse osmosis desalination unit powered by photovoltaic solar energy." *Renewable Energy* 33(8): 1784-1790.
- 3 Radjenovic, J., M. Petrovic, et al. (2008). Rejection of pharmaceuticals in nanofiltration and reverse osmosis membrane drinking water treatment. *Water Research* 42(14): 3601-3610.
- 4 Matsuura, T. (2001). Progress in membrane science and technology for seawater desalination - a review. *Desalination* 134(1-3): 47-54.
- 5 Li, Fengjuan; Wang, Wei. Preparation of Hollow Fibre Composite Reverse Osmosis Membrane. *Modern Applied Science* 4.1 (Jan 2010): 82-90.
- 6 Norma Mexicana NMX-AA-072-SCFI-2001 –Determinación de dureza en aguas naturales, residuales y residuales tratadas-. CONAGUA. 2015.



## DESARROLLO DE MEMBRANAS CATALÍTICAS PARA LA OXIDACIÓN DE FENOL

J.A. Esquivel-Cruz, M. Gutiérrez-Arzaluz\*, V. Mugica-Alvarez, M. Torres-Rodríguez  
 Área de Química Aplicada, Universidad Autónoma Metropolitana, unidad  
 Azcapotzalco, México D.F., C.P. 02200, México

\* e-mail: [gam@correo.azc.uam.mx](mailto:gam@correo.azc.uam.mx)

### RESUMEN

*En este trabajo se presenta la preparación de membranas catalíticas a base de óxidos mixtos de Ce-Co depositados mediante el método de precipitación, así como la caracterización de las membranas catalíticas, por Difracción de rayos X (XRD), Microscopía electrónica de barrido (SEM) y pruebas de permeación de gases. Estas membranas se han empleado en la eliminación de fenol de efluentes acuosos utilizando la reacción de Oxidación Húmeda Catalítica (CWO) usando un tratamiento previo con ozono, dicha eliminación se ha monitoreado mediante el uso de cromatografía de gases (GC). Se ha aprovechado el poder oxidante del ozono y la configuración del reactor de membranas tipo contactor, que facilita la distribución del agente oxidante para conseguir la mineralización del fenol a bajas temperaturas.*

**Palabras clave:** Membranas Catalíticas, Fenol, CWO, Ozono

### 1. INTRODUCCIÓN

El agua es un recurso esencial para la vida y soporte del desarrollo económico y social de cualquier país, pero aún en los países desarrollados, las descargas de aguas residuales no reciben tratamiento adecuado, especialmente en las grandes ciudades, amenazando la salud humana y la de los ecosistemas.

En México, la proporción de agua residual que recibe tratamiento es de alrededor del 35%; sin embargo, gran cantidad de agua contaminada aún se deposita en ríos, lagos o lagunas y zonas costeras, sin ningún tratamiento previo. De acuerdo con Conagua, en 2006, los principales procesos utilizados en las plantas para potabilizar el agua para uso y consumo humano, eliminan sólidos suspendidos y sólidos disueltos; ellos son:



clarificación convencional, clarificación de patente, osmosis inversa, filtración directa, ablandamiento y remoción de fierro y manganeso<sup>1</sup>.

Dentro de los contaminantes de las aguas residuales, el fenol (también llamado ácido carbólico ó ácido fénico) es uno de los contaminantes orgánicos más comunes y tóxicos del agua, porque incluso a bajas concentraciones es muy dañino y reactivo a su degradación. Sin embargo, debido a su efecto bactericida, no es posible su tratamiento a altas concentraciones utilizando los métodos convencionales (biológicos)<sup>2</sup>, además de que la máxima concentración bio- tratable de fenol ha sido reportada en el rango de 50-200 mg/dm<sup>3</sup>, y en la práctica normalmente se exceden estos límites, aunado a las desventajas de ser un proceso muy lento y con la necesidad de instalaciones muy grandes, produciendo residuos que tienen que ser incinerados, o llevados a rellenos, lo cual incrementa los costos<sup>3</sup>. Por lo que es recomendable como pre tratamiento la oxidación en fase húmeda (WO), con lo que se consigue la mineralización de los compuestos orgánicos, obteniendo como productos principales CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O e iones inorgánicos<sup>4</sup>, aunque el principal problema del WO es que las condiciones necesarias son: altas presiones (20-200 bar aire, O<sub>2</sub> ó O<sub>3</sub>) y temperaturas (150–350°C). Buscando suavizar las condiciones de operación se ha desarrollado la oxidación catalítica en fase húmeda (CWO), la cual es un avance a partir de WO usando catalizadores homogéneos o heterogéneos, los cuales permiten operar el proceso bajo condiciones menos severas, sin embargo ambos catalizadores requieren la tecnología de recuperación del catalizador, y están limitados por la transferencia de masa del reactante gaseoso<sup>5</sup>.

Es por ello que el uso de membranas catalíticas surge como una opción viable, ya que los Reactores de Membrana Catalítica (CMR) son estructuras de reactores que combinan en una unidad individual una membrana que controla la transferencia de masa y un catalizador que provee la actividad química<sup>6</sup>. La integración de dos unidades de operación ofrece ventajas no solo en términos de simplificación del sistema y menores costos, además de un incremento del rendimiento y la intensificación en la selectividad. El reactor de membrana tipo contactor con el gas y el líquido fluyendo en diferentes lados de la membrana, es también llamado difusor catalítico. La capa catalíticamente activa se muestra del lado del líquido, las fuerzas capilares aspiran el líquido dentro de los poros, tan lejos como la presión en la transmembrana lo permite. La difusión del gas se da por los macro poros en la



capa de soporte y se disuelve en la inter fase del líquido. El soluto además se difunde por los poros llenos del líquido y reacciona en los centros catalíticamente activos de los poros en la pared. Debido a la presencia de un gradiente de presión, los productos de la reacción preferencialmente se difunden en dirección del lado del líquido.

En el proceso de WO se utiliza un agente oxidante, el cual puede ser aire,  $O_2$ ,  $H_2O_2$  y  $O_3$ , eligiéndose el ozono por su capacidad de oxidar compuestos orgánicos refractarios e inorgánicos debido a su alto potencial de reducción ( $E^\circ=2.07$  V bajo condiciones ácidas)<sup>7</sup>. Sin embargo, éste reacciona lentamente con compuestos aromáticos, y en algunos casos, no ocasiona su completa oxidación. Es por ello que en la CWO se utilizan catalizadores como el cerio, solo unos pocos estudios han reportado su uso para la ozonización de compuestos orgánicos, Matheswaran et. al.<sup>8</sup> encontraron un significativo efecto sinérgico entre los pares redox de cerio ( $Ce^{3+}/Ce^{4+}$ ) y el ozono hacia la mineralización del fenol. El Cerio es elegido ya que posee una buena habilidad de oxidar los compuestos orgánicos y no se precipita como cloruros con el contenido de cloro de los compuestos orgánicos.

## 2. METODOLOGÍA

La preparación de membranas catalíticas se ha realizado sobre soportes comerciales de  $\gamma$ -Alúmina de geometría tubular y con diámetro de poro de 5 nm (Pall Exekia), y 15 cm de longitud, sobre el cual se desarrolla una película con óxidos mixtos a base Ce-Co, mediante impregnación de la disolución precursora de los metales individuales; las disoluciones precursoras de los óxidos mixtos de concentración 2 molar, se prepararan a partir de sales comerciales de  $Ce(NO_3)_3$  y  $Co(NO_3)_3$  (Aldrich). La impregnación se lleva a cabo a temperatura ambiente y con una relación equimolar, usando como agente precipitante urea. Una vez hecha la impregnación la membrana se seca a temperatura ambiente por espacio de 16 horas, y posteriormente se calcina a  $350^\circ C$  por 2 horas. Para corroborar la formación de la membrana de Ce-Co, se han preparado testigos de 5 cm de longitud, los cuales se han caracterizado por XRD y SEM/EDS.

La CWO de fenol se lleva a cabo en un reactor de membrana tipo contactor, con una concentración inicial de fenol de 200 ppm, a temperatura ambiente y con una presión de 5 bar de  $O_2$ . Previo a la CWO, la solución de fenol de 200 ppm se somete a un proceso de

ozonización por un espacio de 5 min, con el fin de tener una cierta concentración de  $O_3$  disuelto y posteriormente probar la eliminación total del fenol mediante CWO a temperatura ambiente. Los productos de reacción se han analizado por cromatografía de gases con detector FID y columna HP-FFAP de 30 m de longitud.

### 3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

La figura 1, muestra el patrón de XRD para la membrana Ce-Co/ $Al_2O_3$ , cuyo análisis fue realizado sobre la superficie interna de la membrana, en esta figura se observan solo los picos característicos del soporte de alúmina, lo que nos sugiere que el óxido mixto Ce-Co se encuentra como una película muy delgada.

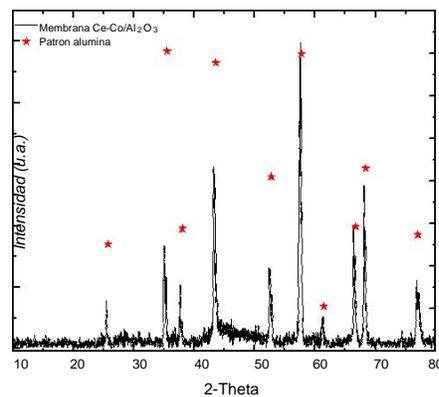


Figura 1. XRD membrana Ce-Co/ $Al_2O_3$

La incorporación del óxido mixto sobre el soporte cerámico, también fue analizada por SEM/EDS, en la Figura 2, se puede observar que el Ce y el Co se encuentran en un porcentaje pequeño en comparación con los elementos que constituyen el soporte, lo cual corrobora los resultados de XRD, en cuanto que la película depositada es muy delgada, por lo que hay preferencia a la detección de la composición del soporte. También se ha comprobado que el Co, se encuentra en mayor porcentaje que el Ce.

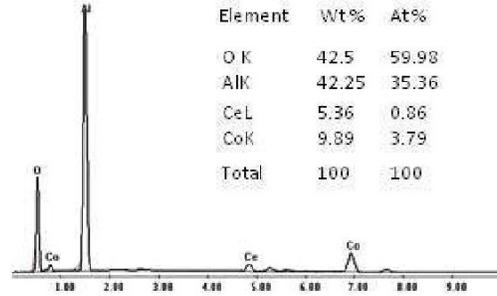


Figura 2. Análisis elemental por SEM/EDS membrana Ce-Co/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Figura 3a, muestra la micrografía de la superficie de la membrana y la Figura 3b, un corte transversal de la membrana, en la que se pueden observar las diferentes capas de las cuales está constituida la membrana Ce-Co/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, la cual tiene como capa principal y más interna, una película delgada de Ce-Co, de aproximadamente 2.5 μm.

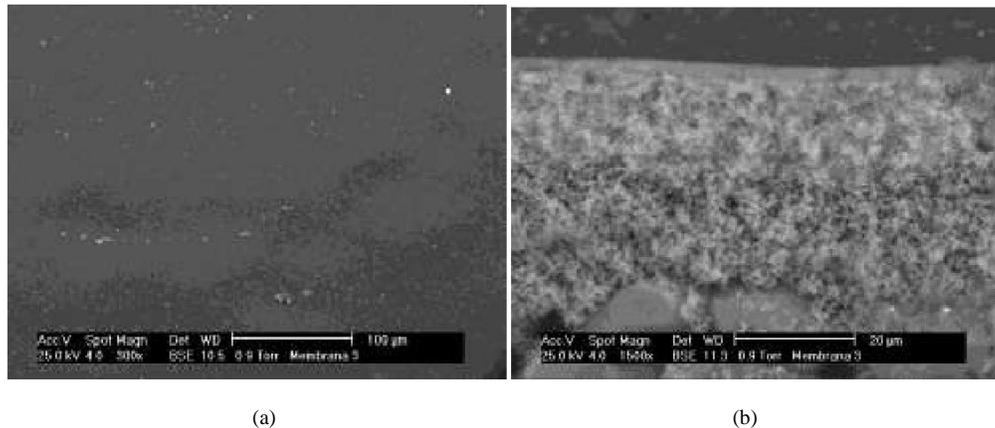


Figura 3. Micrografías de SEM de la membrana Ce-Co/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a) superficie interna, b) sección Transversal

La Figura 4, muestra que se ha logrado una eliminación del 35% de fenol haciendo burbujear ozono durante 5 min en la solución. El tratamiento con ozono y sin catalizador al cabo de 35 min elimina el 50% del fenol, pero genera productos secundarios, que de acuerdo a la literatura pueden ser catecol e hidroquinona<sup>10</sup>, en este trabajo solo se ha podido comprobar la presencia de estos productos de manera cualitativa por la coloración marrón de la solución a partir de los primeros 10 min de reacción. En la CWO con reactor

de membrana y tras el tratamiento con ozono por 5 min, la solución de fenol se elimina hasta un 75% al cabo de 35 min, obteniendo una solución completamente transparente, lo que sugiere que no hay presencia de productos secundarios, como la hidroquinona y el catecol, que suelen ser los principales productos reportados cuando no se tiene una mineralización completa; en la curva de CWO del fenol para la membrana catalítica se tiene que la velocidad de reacción va disminuyendo con forme transcurre el tiempo de reacción, debido probablemente a una posible desactivación de la membrana catalítica, por posible formación de depósitos carbonosos sobre su superficie, aspecto que se tiene que comprobar con una regeneración de la misma.

En el seguimiento que se hizo al pH de la solución antes y después de la reacción, se observó una reducción de 6.1 a 3.8, este aumento en la acidez de la solución podría ser indicativo de la formación de algún ácido como producto secundario, pero se encontró en literatura<sup>9</sup> la posibilidad de que el aumento en la acidez sea debido a la saturación de la solución con CO<sub>2</sub>, producto final de la mineralización del fenol, ya que la saturación de una solución con CO<sub>2</sub> esta reportada con un valor de pH igual a 3.8.<sup>9</sup>

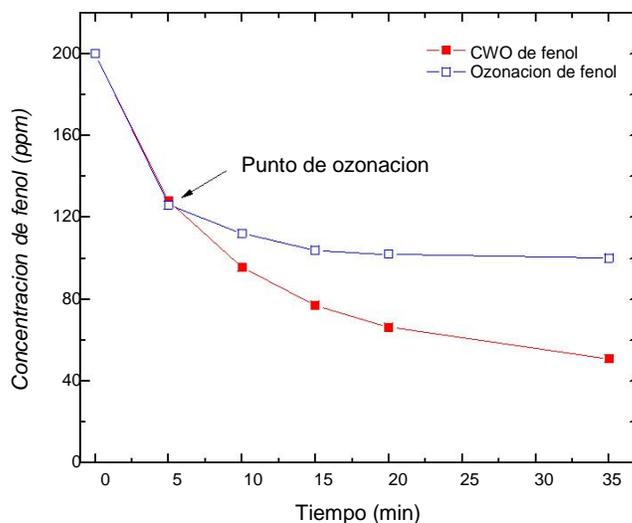


Figura 4. Eliminación de fenol a) Ozonación, b) CWO con reactor de membrana Ce-Co/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Durante el ensayo de CWO se ha podido comprobar, también de forma cualitativa la formación de CO<sub>2</sub> haciendo burbujear el producto de la fase gaseosa en una solución

0.05 M de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , al tiempo final de reacción se comprobó la formación de un precipitado, el cual se caracterizó por FTIR (Excalibur Varian) arrojando la formación de  $\text{CaCO}_3$  (ver Figura 5). El espectro muestra las bandas características del carbonato de calcio, que de acuerdo a lo reportado por Galván-Ruiz y colaboradores (2009)<sup>11</sup>, las bandas a 1400, 874 y 712  $\text{cm}^{-1}$  corresponden a los tres diferentes modos de elongación del enlace C-O. De manera específica la banda a 705  $\text{cm}^{-1}$  está relacionada a enlaces del tipo Ca-O y la banda a 870  $\text{cm}^{-1}$  esta asignada al  $\text{CaCO}_3$ .

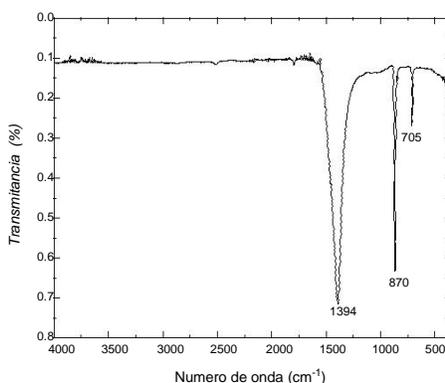


Figura 5. FTIR del precipitado generado con el  $\text{CO}_2$  producido en la CWO de fenol con reactor de membrana Ce-Co/ $\text{Al}_2\text{O}_3$

#### 4. CONCLUSIONES

De acuerdo a los resultados de XRD y SEM-EDS mostrados para la membrana, el método de impregnación húmeda resulto adecuado para depositar el óxido mixto Ce-Co sobre la superficie del soporte de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , ya que se obtuvo una película delgada de 2.5 micras de espesor y con distribución homogénea sobre el soporte.

Los resultados de CWO de fenol a temperatura ambiente y usando un tratamiento previo de azonación muestran una mineralización del 75% de fenol, aparentemente sin la formación de productos secundarios en solución y con formación de  $\text{CO}_2$  tanto en fase gas como disuelto en agua.



## Agradecimientos

Los autores agradecen el apoyo brindado por Conacyt dentro del programa de Ciencia Básica en la categoría de Jóvenes Investigadores, para la realización de este trabajo.

## 5. REFERENCIAS

- <sup>1</sup> Estadísticas INEGI 22 de Marzo de 2009  
<http://www.inegi.org.mx/inegi/default.aspx?s=inegi&c=2686&pred=1>
- <sup>2</sup> P. Massa, F. Ivorra, P. Haure, F. M. Cabello, R. Fenoglio, *Catal. Commun.* (2007) 424-428.
- <sup>3</sup> A. Cybulski, J. Trawczynski, *Appl. Catal. B* 47 (2004) 1–13.
- <sup>4</sup> H. Chen, Y.L. Kuo, C. S. Chiou, S.W. You, C. M. Ma, C. T. Chang, *J. Hazard. Mat.* 010) 795–800.
- <sup>5</sup> E. E. Iojoiu, S. Miachon, E. Landrison, J. C. Walmsley, H. Ræder, J.A. Dalmon, *Appl. Catal. B* 69 (2007) 196-206.
- <sup>6</sup> L.F. Liotta, M. Gruttadauria, G. Di Carloc, G. Perrini, V. Librandod, *J. Hazard. Mat.* 162 (2009) 588–606.
- <sup>7</sup> T. Westermann, T. Melin. *Chem. Eng. and Process.* 48 (2009) 17-28.
- <sup>8</sup> M. Matheswaran, S. Balaji, S. J. Chung, S. Moon, *Catal. Commun.* 8 (2007) 1497-1501.
- <sup>9</sup> Z.P.G. Masende, B.F.M. Kuster, K.J. Ptasinski, F.J.J.G. Janssen, J.H.Y. Katima, J.C. Schouten, *Appl. Catal. B* 41 (2003) 247–267.
- <sup>10</sup> E. Mvula, C. Sonntag, *Org. Biomol. Chem.* 1 (2003) 1749-1756.
- <sup>11</sup> M. Galván-Ruiz, J. Hernández, L. Baños, J. Noriega, M.E. Rodríguez, *J. Mater. Civil Eng.* 69 (2009) 694-698.



## ELABORACIÓN DE MEMBRANAS ELECTROHILADAS DE POLI- (ÁCIDO LÁCTICO) CON BIOGLASS 45S5.

D. J. Barrón Díaz<sup>1</sup>, F. Rivera Torres<sup>2</sup>, J. Enciso<sup>3</sup>, R. Pelayo<sup>3</sup>, A. Maciel Cerda<sup>1</sup>, R. Vera Graziano<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Universidad Nacional Autónoma de México, Instituto de Investigaciones en Materiales,  
Departamento de Polímeros

<sup>2</sup>Facultad de Química, México D. F., México.

<sup>3</sup>Laboratorio de Linfopoyesis, Unidad de Investigaciones Médicas en Enfermedades  
Oncológicas, Centro Médico Nacional Siglo XXI, IMSS, México D.F., México. Contacto:  
[rosanapelayo@gmail.com](mailto:rosanapelayo@gmail.com), [jenny\\_gr8@msn.com](mailto:jenny_gr8@msn.com).

\*e-mail: [riveratf@unam.mx](mailto:riveratf@unam.mx)

### RESUMEN

*Se estandarizaron las condiciones para la obtención de membranas electrohiladas de Poli (ácido láctico)/Bioglass 45S5® para su caracterización por microscopía electrónica de barrido (SEM; Scanning Electron Microscope), ángulo de contacto con agua desionizada y la realización de cultivos de células estromales mesenquimales (MSC), sumergidos en diferentes líquidos fisiológicos como lo son DMEM, PBS y SBF, con la finalidad de observar la biocompatibilidad, adhesión y proliferación celular.*

**Palabras clave:** Electrohilado, poli(ácido láctico), andamios, biovidrios, ingeniería de tejidos.

### 6. INTRODUCCIÓN

El electrohilado es una técnica que se comenzó a implementar desde los años 30's por Formhals, implementando las primeras producciones de filamentos artificiales utilizando cargas eléctricas.<sup>1</sup> Formhals se encargó de patentar el método y refinarlo hasta poder producir hilos alineados en paralelo al dispositivo receptor de tal manera que se pudiera desenrollar de manera continua. Los primeros hilados fueron de acetato de celulosa con acetona como disolvente.<sup>1</sup>



En los 60's Taylor estudió las interacciones entre el jet o chorro de polímero que se acumulaba en la punta del inyector demostrando que es de forma cónica, lo cual se relacionaba con el ángulo de equilibrio a partir de la tensión superficial del polímero con las fuerzas electrostáticas, indicando consecuentemente la relación de la viscosidad de los diferentes fluidos que se utilizarían en futuros experimentos.<sup>2</sup> Los estudios de Formhals y Taylor sentaron las bases de la técnica de electrohilado dando lugar a diferentes estudios que optimizaron el proceso, al grado de llegar a tener una serie de variables, todas ellas dependientes entre si y que determinan la morfología de las fibras obtenidas. Por ejemplo, la viscosidad de la solución, la distancia inyector-colector, la velocidad de inyección y diferencia de potencial aplicado.

Por otro lado, la aplicación específica de estas membranas de biopolímeros con biocerámicos sintetizados en laboratorio por técnicas como el electrohilado, proporciona nuevas expectativas en el campo de la biomedicina. Específicamente, la generación de membranas de poli(ácido láctico), PLA, con un biovidrio tipo Bioglass 45S5® implica un posible avance en las terapias de regeneración ósea.<sup>3</sup>

El biovidrio es un material cerámico biocompatible que puede coexistir con los tejidos debido a su bioactividad "in vitro" e "in vivo". La forma en como este biovidrio tiene un impacto en la regeneración de tejido es mediante la formación de capas de hidroxiapatita capaces de formar un enlace interfacial con el hueso;<sup>4</sup> tras su implantación, simultáneamente al proceso de degradación del material, se produce la formación de este tejido óseo a partir de la formación de capas de fosfato de calcio.

La elaboración de membranas utilizadas para la regeneración de tejidos biológicos a partir de biopolímeros sintéticos reforzados con biocerámicas y biovidrios, han sido uno de los sistemas que mejores resultados han proporcionado en la regeneración del tejido óseo y cartílago, dichas membranas obtenidas por la técnica de electrohilado han sido el factor más importante en la revolución de la ingeniería de los tejidos biológicos.

## 1. METODOLOGÍA

### Membranas de PLA



En un equipo de electrohilado, que incluye una fuente de poder, una bomba de inyección, un colector, se elaboraron andamios de PLA. Para encontrar las condiciones óptimas de proceso se disolvió el PLA en 2,2,2-trifluoroetanol (solvente polar) a una concentración al 13%\*\* w/v en un matraz aforado de 10 mL, se agitó la mezcla por 3 horas para tener una solución completamente homogénea. El líquido se cargó en una jeringa, la que se colocó en la bomba de inyección para hacer fluir la solución automáticamente, bajo condiciones predeterminadas. Se colocó una placa de aluminio para recolectar el hilado y, por medio de una fuente de poder se aplicó una diferencia de potencial entre la aguja de la jeringa y la placa colectora. Se procedió a hilar bajo condiciones encontradas previamente para obtener un diámetro de fibra entre 200 y 500 nm, a saber:

$\Delta E$ : 10Kv

Vol: 1mL

Distancia (inyector-colector): 10 cm

Temperatura: 24.5 °C

Vel flujo: 0.4mL/h

Humedad: 35%

### **Membranas de PLA con Bioglass 45S5®.**

Para elaborar las membranas de PLA/Bioglass 45S5 por electrohilado, se preparó una solución de PLA agregándole Bioglass 45S5 a dos concentraciones: 5 y 10% w/w. Con dichas disoluciones se procedió a elaborar las membranas.

### **Observación de las membranas por microscopía electrónica de barrido (SEM).**

Se cortaron pequeños cuadros de cada membrana y se pegaron con cinta de carbono de doble cara en pozos de acero inoxidable. Se recubrieron con oro en un equipo "Fine coat ion sputter, durante 3 minutos y se analizó su morfología en el SEM (JFC-1100 JEOL®).

### **Análisis de superficie por medición de ángulos de contacto.**



Las membranas obtenidas se analizaron con un goniómetro RAME-HART, Mod 100-00-10. Los ángulos de contacto en el equilibrio se obtuvieron usando como líquido de prueba agua desionizada y volúmenes de gota de 8  $\mu\text{L}$  depositados a presión de vapor en el equilibrio y temperatura ambiente.

### Cultivos celulares

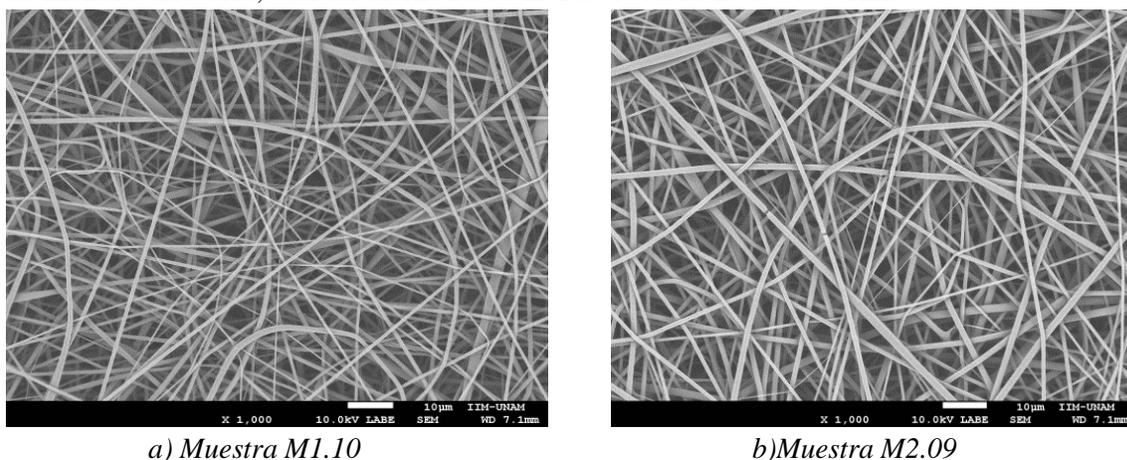
Los cultivos celulares se realizaron en el Laboratorio de Linfopoyesis en la Unidad de Investigaciones Médicas en Enfermedades Oncológicas del Centro Médico Nacional Siglo XXI, IMSS. Para los cultivos y cosecha de células estromales mesenquimales (MSC), se realizó un cultivo primario de MSC en 5 mL de medio de cultivo DMEM a temperatura constante de 36.5 °C y 5% de CO<sub>2</sub>. Al alcanzar una confluencia aproximada del 80% en la caja de Petri (al séptimo día de cultivo) las células fueron cosechadas empleando una solución de tripsina-verseno 0.05%. Se incubaron las células con 4 mL de solución de tripsina-verseno por 6 minutos a 36.5 °C, posteriormente se añadieron 2 mL de suero fetal bovino (SFB) para inactivar la tripsina. La suspensión de células se transfirió a un tubo estéril para ser centrifugadas. Se eliminó el sobrenadante y se agregaron 5 mL de medio de cultivo DMEM, se resuspendieron las células y nuevamente se sometieron a centrifugación. Se eliminó el sobrenadante y se resuspendieron en 3 mL de medio de cultivo DMEM. Se cuantificó viabilidad y número de células empleando azul de tripano al 0.4%. Para los cultivos de MSC con las muestras de PLA/Bioglass 45S5 (5% w/w) se cortaron 3 cuadros de las membranas de 1 cm x 1 cm. Posteriormente fueron esterilizados mediante gas (óxido de etileno). Estos se colocaron en una placa de cultivo de 16 pozos, a razón de un cuadro por pozo. Se incubaron por 7 días a 36.5 °C y 5% de CO<sub>2</sub> en 1 mL de medio de cultivo DMEM, SFB y PBS pH 7.2. A los 7 días se removió el medio en el que se encontraban, se lavaron con PBS con pH 7.2 y se colocaron 50,000 MSC, por pozo, previamente cosechadas. Los cultivos se mantuvieron incubados a 37°C y 5% de CO<sub>2</sub>. Al séptimo día se eliminó el medio de cultivo y se sometieron al tratamiento de deshidratación y fijación para ser observados en SEM.

## Preparación de cultivos celulares para SEM.

En el tratamiento de muestras para SEM. Una vez retirado el medio de cultivo de los biomateriales, se agregaron 500  $\mu\text{L}$  de glutaraldehído al 2% en PBS. Después de 1 hora a temperatura ambiente, se retiró el glutaraldehído y se realizaron 3 lavados con PBS por 10 minutos cada uno. Una vez retirado el PBS de los lavados, se agregaron 500  $\mu\text{L}$  de tetraóxido de Osmio al 2% y se incubaron por 1 hora, a 4 °C y en obscuridad. Después del tiempo de incubación, se retiró el tetraóxido de Osmio y se realizaron 3 lavados con PBS de 10 minutos cada uno. Finalmente se realizaron una serie de incubaciones de 10 minutos cada una, a temperatura ambiente, con 500  $\mu\text{L}$  de etanol a distintas concentraciones (30%, 50%, 70%, 90%, 96%), en orden ascendente de concentración. Cada incubación se hizo por duplicado. Se retiraron por completo los 500  $\mu\text{L}$  de etanol al 96% correspondiente a la última incubación y las muestras se dejaron en desecador toda la noche.

### 1. RESULTADOS Y ANÁLISIS

Se obtuvo una serie de membranas de PLA, cada una de ellas caracterizada por SEM y analizadas mediante el software por Image J, para obtener su diámetro. De la serie de membranas obtenidas se tomaron 2 imágenes que representaban de manera muy conveniente las condiciones preferentes y diámetro de fibra más cercano al requerido para este trabajo, denominándolas M1 y M2. En la figura 1 observamos las muestras de las membranas de PLA/2,2,2-trifluoroetanol donde se nota una colección de fibras acomodadas de manera aleatoria, con un diámetro de fibras de entre 200 – 800 nm.



a) Muestra M1.10

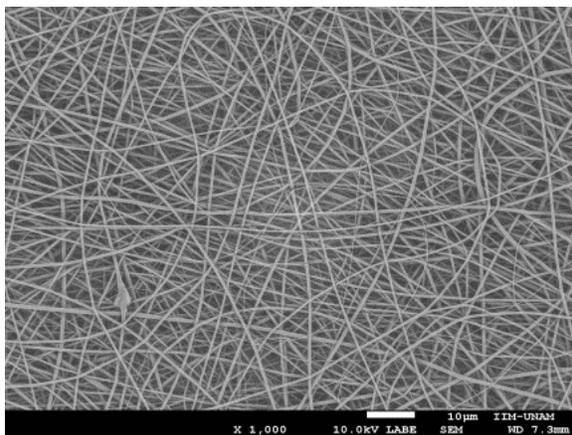
b) Muestra M2.09

Figura 1. Microfotografías SEM de membranas de PLA/2,2,2-trifluoroetanol con variación de  $\Delta E$ :

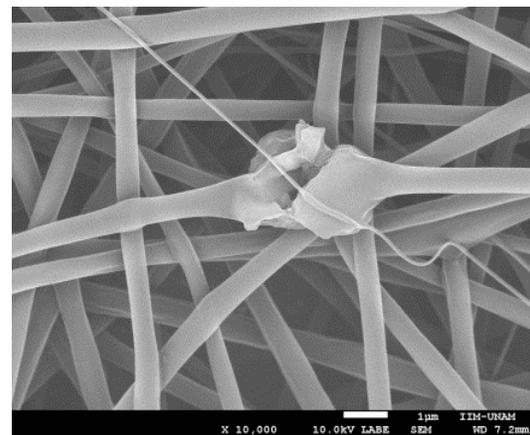
a) 10 Kv y b) 12 Kv.

Dentro de este mismo bloque también se elaboró una membrana de PLA con Bioglass45S5 (10% w/w), denominándolo M3 y se prepararon tres muestras. En la figura 2 se observan las imágenes de las membranas denominadas M3.05, M3.06 y M3.11 a diferentes ampliificaciones.

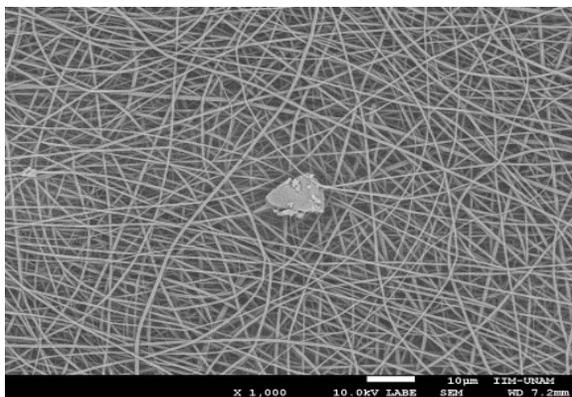
En la muestra de PLA/Bioglass45S5®/2,2,2-trifluoroetanol se analizaron las partículas de Bioglass45S5 en PLA con la finalidad de observar su tamaño y morfología. Se puede observar que la dispersión del biovidrio en la membrana fue muy escasa. En la imagen a) y c) se observa un tamaño de partícula de biovidrio cuyo diámetro es mayor al de las fibras más gruesas, en la imagen b) se puede ver que las partículas de biovidrio están dentro de las fibras como inicialmente se pretendía.



a) Muestra M3.05



b) Muestra M3.06



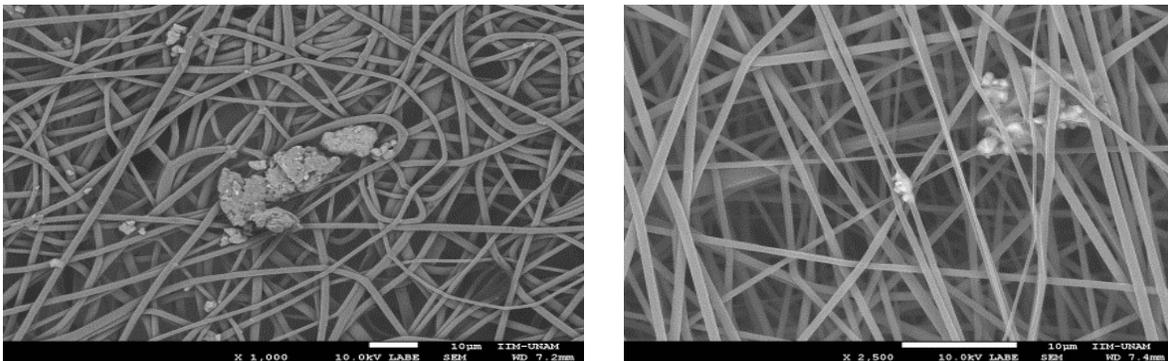
c) Muestra M3.06

Figura 2. Imágenes de SEM obtenidas para la muestra M3. a) se observa una partícula cuyo diámetro es mayor que el de las fibras y en b) se muestra un acercamiento a otra partícula que

*queda dentro de la fibra, pero al tener un diámetro mayor que ella, sale y forma un aglomerado, c) se confirma que efectivamente estas partículas son demasiado grandes.*

A continuación se elaboraron membranas de PLA cargadas con menor concentración Bioglass 45S5 (5% w/w), obteniéndose las muestras M6 y M7, bajo las mismas condiciones de electrohilado (M1).

En estas muestras los resultados son diferentes, puesto que en las imágenes observan partículas de biovidrio aglomeradas en trozos mucho más grandes que los obtenidos en las membranas cargadas con biovidrio al 10% w/w. Esto se debe al tamaño de partícula y naturaleza hidrofílica de la superficie. Por otro lado, se observan partículas con diámetro más pequeño que el de las fibras, lo cual indica que tenemos una dispersión en cuanto a tamaño de partículas del biovidrio siendo indispensable la caracterización de este por otros métodos.



a) Muestra M6.04

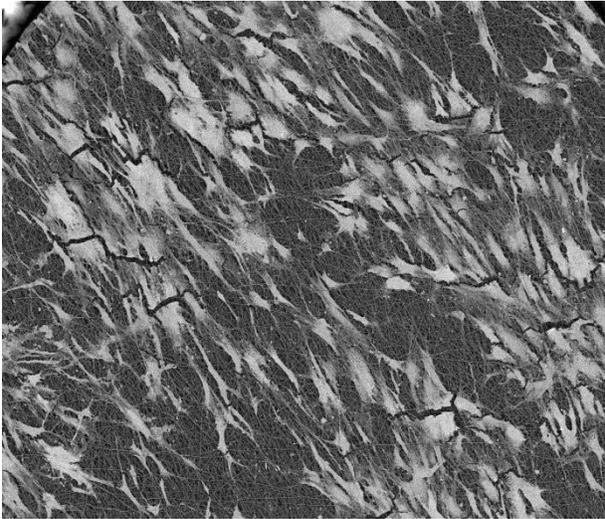
b) Muestra M7.10

*Figura 3. Imágenes SEM de dos membranas hiladas con las mismas condiciones y con diferentes concentraciones de Bioglass 45S5. a) al 10% respecto al PLA y b) al 5% respecto al PLA.*

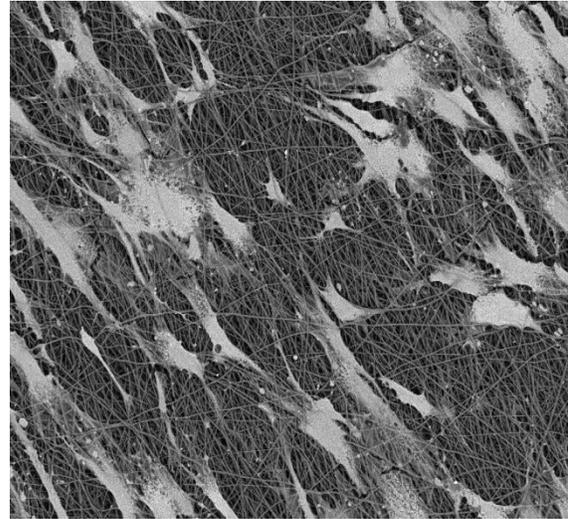
### Viabilidad celular

En la figura 4, observamos las imágenes de la muestra M6, sumergida en diferentes medios celulares y con cultivos de MSC. Las imágenes confirman la característica de biocompatibilidad de la membrana, ya que se observa que las MSC adoptan una morfología reticular característica de éste tipo celular, además presentan un crecimiento abundante

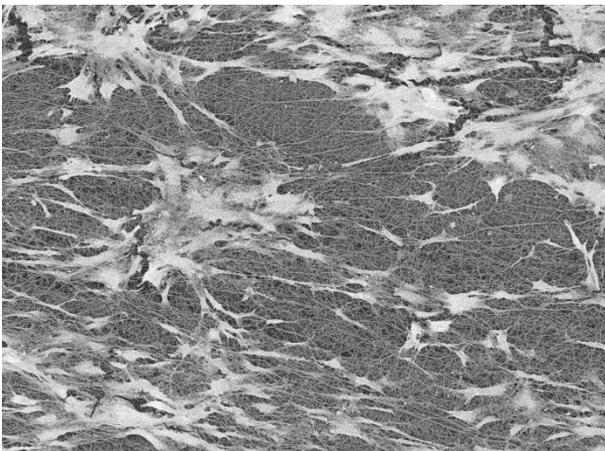
sobre las membranas. Las imágenes obtenidas no nos permiten concluir respecto a si hay una diferencia en el crecimiento celular dependiente del líquido en el cual se sumergieron los andamios previo al cultivo.



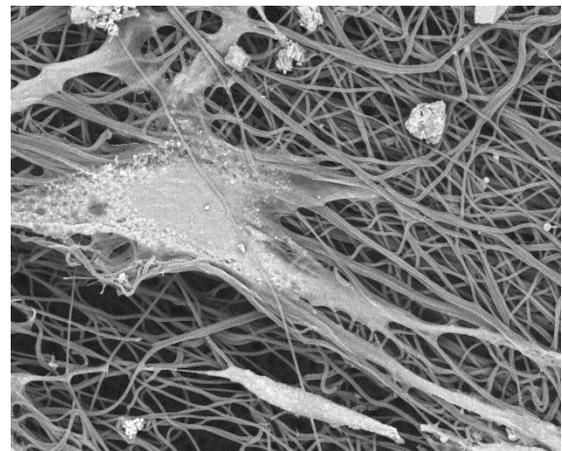
*a) M6 con DMEM/MSM*



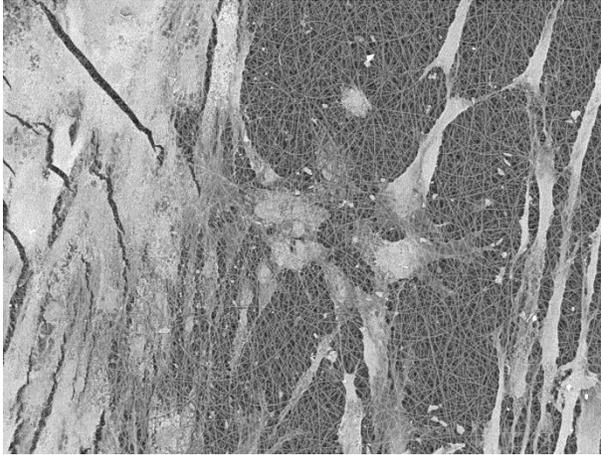
*b) M6 con DMEM/MSM*



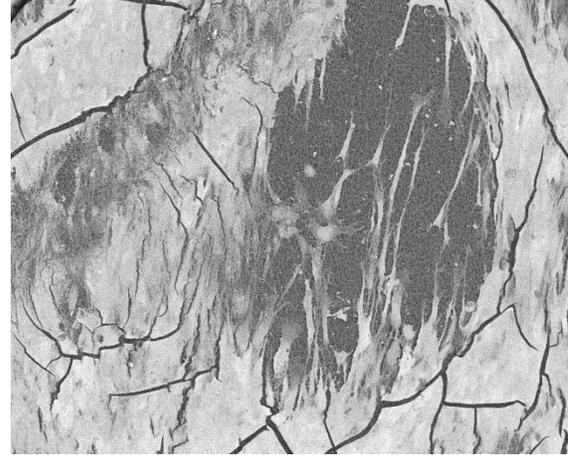
*c) M6 con PBS/MSM*



*d) M6 con PBS/MSM*



e) M6 con SBF/MSF



f) M6 con SBF/MSF

*Figura 4. En las imágenes se muestra las membranas de PLA con biovidrio M6 sumergidas en diferentes medios celulares y con MSC. (a) y (b) con DMEM, (c) y (d) con PBS, (e) y (f) con SBF. En cada una de las micrografías se observa la adhesión celular y viabilidad, sin embargo, no es la misma para las membranas con DMEM que fueron pocas respecto a las membranas con PBS y éstas a su vez fueron menos que las membranas en las que se hizo el cultivo con SBF, ya que en éstas se estima hasta diferenciación y producción de matriz extracelular, motivo por el cuál se pretende hacer un estudio de tinción de núcleos para corroborar esta aseveración.*

### Ángulos de contacto

Los ángulos de contacto del agua en el equilibrio,  $\Theta_E$ , son similares en ambas membranas ( $78.35 \pm 1.5^\circ$ ), reflejando la naturaleza hidrofóbica de la superficie de PLA.

Cabe señalar que las partículas de biovidrio 45S5 son hidrofílicas pero dada su escasa presencia en la parte exterior de las fibras no se modifica la energía superficial de las fibras de PLA. La presencia de partículas de biovidrio tiende a mejorar la biocompatibilidad de la superficie de la membrana. Cabe mencionar que el PLA puro de acuerdo a M. Navarro y colaboradores (5) muestra un  $\Theta_E 73.59 \pm 0.98^\circ$  evaluado con agua desionizada, lo que coincide con los resultados obtenidos aquí.



## 1. CONCLUSIONES

Se logró elaborar membranas de PLA y PLA/Bioglass 45S5 con fibras de diámetros que varían de 200 a 800 nm. Las partículas de Bioglass 45S5 quedaron embebidas en las fibras.

El análisis por ángulos de contacto confirma que las membranas tienen un carácter hidrofóbico.

El cultivo de células MSC en las membranas de PLA/Bioglass45S5 sumergidas en diferentes líquidos fisiológicos, indican que en todos los casos hubo bioadhesión y proliferación celular.

## 2. REFERENCIAS

<sup>1</sup>Thandavamoorthy Subbiah, G. S. Bhat, R. W. Tock, S. Parameswaran, S. S. Ramkumar, Electrospinning of Nanofibers J. A. Polymer Science, vol 96, 557-569 (2005).

<sup>2</sup>Taylor, G. I. Proc Roy Soc London 1969, A313, 453. Electrically Driven Jets.

<sup>3</sup>Bedilu A. Allo 1,†, Daniel O. Costa 1,†, S. Jeffrey Dixon 2, Kibret Mequanint 1 and Amin S. Rizkalla 1,3,\* , J. Funct. Biomater. 2012, 3, 432-463. Bioactive and Biodegradable Nanocomposites and Hybrid Biomaterials for Bone Regeneration.

<sup>4</sup>Jun Yaoa, Shula Radina, Phoebe S. Leboyb, Paul Ducheynea, The effect of bioactive glass content on synthesis and bioactivity of composite poly (lactic-co-glycolic acid)/bioactive glass substrate for tissue engineering, J. Biomaterials 26 (2005) 1935-1943.

<sup>5</sup>M. Navarro, E. Engel, J. A. Planell, I. Amaral, M. Barbosa, M. P. Ginebra, “Surface characterization and cell response of a PLA/CaP glass biodegradable composite material,” J. Biomed Mater Res., 85(2)A: 477-486, 2008.



## MEMBRANAS DE CUTÍCULA DE HUEVO DE DIFERENTES ESPECIES DE AVES PARA LA REGENERACIÓN TISULAR GUIADA

Vargas Ulloa L.E,<sup>ab</sup> García Garduño M.V.<sup>a</sup>, Oropeza Murillo P<sup>a</sup>, Espinoza, P.A.<sup>a</sup> Maciel Cerda A.<sup>c</sup>, Canseco Martínez, M.A.<sup>c</sup>, Marín Almazo, M<sup>d</sup>, Vera Graziano R<sup>c</sup>.

- a. Universidad Nacional Autónoma de México. División de Estudios de Posgrado e Investigación. Facultad de Odontología. b. Universidad de Ejército y Fuerza Aérea, Escuela Militar de Odontología. c. Universidad Nacional Autónoma de México, Instituto de Investigación en Materiales, d. Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares

\*e-mail: [laura\\_ulloa2006@yahoo.com.mx](mailto:laura_ulloa2006@yahoo.com.mx)

### RESUMEN

*Las membranas para la ingeniería tisular son producidas comercialmente en diferentes países, pero no ha sido reportada la utilización de las membranas internas de cascarones de huevo como biomaterial utilizada en odontología. Existen aplicaciones empíricas con el cascarón de huevo de gallina pero no se ha utilizado la membrana de huevo para estimular la osteoregeneración. El objetivo de éste trabajo es comparar las membranas de cascarón de huevo de diferentes especies para probable utilización en la regeneración tisular guiada (RTG).*

*Se obtuvieron muestras de membranas de cascarón de aves como gallina, guajolota, pata, paloma y codorniz (12 de cada especie), las cuales se caracterizaron morfológicamente con un MEB, JEOL 5200 con un voltaje de aceleración de 20 kV. La caracterización elemental química de las membranas de los cascarones de huevo se realizaron con un EDS marca EDAX; los grupos funcionales fueron estudiados mediante espectroscopía infrarroja (Brüker Vector 33).*

*De acuerdo con los resultados, podemos mencionar que todas las membranas presentan una morfología multilaminar de fibras, con porosidad heterogénea dependiendo de la especie de ave. Estas membranas presentan una morfología similar a las osteoregeneradoras comerciales de colágena que se utilizan en odontología para la osteoregeneración tisular guiada (ROG), sin embargo éstas membranas una vez colocadas,*



*se reabsorben antes de completarse la regeneración ósea, por lo que es necesario tener membranas que sean capaces de permanecer hasta la regeneración.*

**Palabras clave:** Membranas, cutícula de huevo, regeneración tisular guiada (RTG), Regeneración tisular ósea (ROG).

## 7. INTRODUCCIÓN

La valoración de los cascarones de huevo como utilización y desecho pone a México en el primer consumidor de huevo a nivel mundial, ocupa el sexto lugar como país productor de huevo, concentrándose en las regiones de Jalisco y Puebla. En el país se producen 106 millones de piezas cada 24 horas. La eliminación de los cascarones crea una carga ambiental y financiera; por lo tanto, los usos alternativos de estos materiales pueden ser de gran beneficio.<sup>1</sup> Así, el propósito de este trabajo es comparar las membranas de cascarón de huevo de diferentes especies gallina, guajolota, pata, paloma y codorniz (figuras 1-5) respectivamente para probable utilización en la regeneración tisular guiada (RTG) y regeneración tisular ósea (ROG),

Los reportes acerca de las membranas de cascarón de huevo de aves, datan de la época de Aristóteles en su tratado filosófico de la “Generación de los Animales”, referido por John C. Cardwell, en la Fisiología del Desarrollo Animal, donde afirmaba que existían colores como blanco y amarillo para distinguir los tipos de membranas y sus propiedades como el desarrollo y la dureza de las mismas.<sup>2</sup>

El concepto de regeneración tisular guiada (RTG) nace de la hipótesis originada por A.H. Melcher quien en 1976 sugirió que, dependiendo del fenotipo celular que repueble la superficie radicular después de la cirugía periodontal, se determinará el tipo de inserción que se formará; así, si las poblaciones celulares seleccionadas son las residentes en el ligamento periodontal, se podrá producir nuevo cemento, hueso alveolar y ligamento periodontal.<sup>3</sup>

En las últimas décadas, las membranas de diferentes materiales, se han utilizado en la regeneración tisular guiada (RTG), la cual es una técnica de barrera de contención en tratamientos de defectos periodontales y óseos, se utiliza para mejorar el crecimiento de hueso, como en la colocación de implantes y defectos peri-implantares.<sup>4-5</sup>



La utilización de las membranas para la ingeniería tisular en el área biomédica tiene más de 20 años. Nyman y col. en 1982, introdujeron una técnica que trataba de prevenir la colonización de la superficie radicular por el epitelio y tejido conectivo gingival, de esta manera se aseguraba la repoblación de células del ligamento periodontal. Se ha afirmado que la membrana evita la infiltración, en la zona de reparación, de componentes celulares (células epiteliales y conjuntivas) distintos a células osteopromotoras. Las membranas no reabsorbibles (MNR), mantienen su integridad estructural y permanecen por mucho tiempo sobre los tejidos; por lo que requieren un segundo procedimiento quirúrgico para removerlas, el material de estas membranas es de politetrafluoroetileno simple (s-PTFE) o expandido (e-PTFE). Las no absorbibles se retiran a partir de las 4 - 8 semanas en ratas y 6 meses en monos, período en el cual hay osteoregeneración. En 1982, Nyman y col. fueron los primeros en aplicar la técnica regenerativa de RTG en humanos mediante la utilización de un filtro de acetato de celulosa (papel) “millipore” de laboratorio, el cual fue interpuesto entre el colgajo mucoperióstico y la superficie radicular tratada, con el objeto de promover la repoblación con células del ligamento periodontal, para facilitar el proceso regenerativo.<sup>6</sup>

Posteriormente se produjeron membranas de alta densidad que no colapsaran, pero no se observaron cambios significativos con respecto a las de (e-PTFE). También fue necesario colocar una malla de titanio para evitar el colapso, éstas eran flexibles y se podían moldear; sin embargo, a la retracción del tejido quedaron expuestas y para su estabilización se utilizaron tornillos y tachuelas; al removerse se favorecían las infecciones y cuando al retirarse podrían dañar las estructuras regeneradas.<sup>7</sup>

De acuerdo a Dhalin en los 80 se establecen cinco condiciones para la viabilidad en la formación del nuevo tejido óseo con la utilización de membranas: 1. Presencia de células osteogénicas en vecindad con el defecto óseo, 2. Adecuada vascularización procedente de la superficie ósea adyacente, 3. Estabilidad mecánica de la zona lesionada durante el periodo de cicatrización, 4. Mantenimiento del espacio entre la membrana y el tejido óseo remanente, 5. Las membranas deben ser capaces de excluir células del tejido conectivo o de tejidos blandos del espacio creado por las mismas, además las membranas deben ser biocompatibles, no tóxicas, no antigénicas, e inducir la mínima respuesta inflamatoria posible hacia el tejido injertado, al mismo tiempo deben adaptarse para el fin al que están



destinadas. Si se van a utilizar para el aumento de tejido óseo, deben permanecer estables en su posición y guiar al nuevo tejido, de tal manera que se integren en los tejidos periodontales y reducir al máximo las posibilidades de recesión gingival, que daría lugar a un aumento de las probabilidades de que haya una exposición de la membrana.<sup>8</sup>

Las membranas reabsorbibles se empezaron a utilizar para evitar una segunda cirugía y molestias al paciente, tanto físicas como económicas. Existen dos tipos de membranas reabsorbibles: las de colágeno y poliméricas sintéticas. Las de colágeno por lo general son de colágeno I y III provenientes de tendones, dermis o pericardio bovino, porcino o humano.<sup>4</sup>

El colágeno se degrada a través de las actividades enzimáticas de los macrófagos y leucocitos polimononucleares, lo que da lugar a una breve durabilidad. Estudios sobre membranas para la RTG, han demostrado que la reticulación se asocia con la biodegradación prolongada, algunas membranas de colágeno son débiles, se colapsan fácilmente en los defectos óseos. Por otro lado, otras membranas de colágeno son gruesas, duras y difíciles de colocar. Las membranas poliméricas se componen de poliésteres sintéticos, como el poli[ácido glicólico], (PGA), el poli[ácido láctico] (PLA), copolímeros, y poliuretanos lo cuales generalmente son biodegradables, aunque se han asociado con reacciones inflamatorias, como respuesta a cuerpo extraño, encapsulaciones fibrosas alrededor de las membranas, así como un entorno ácido con efecto negativo en la formación de hueso.<sup>9-10</sup> De acuerdo con Takehiko Yamamoto y col. en 1997, la composición de las membranas y de los cascarones de huevo de gallinas está constituida como se muestra en siguiente tabla<sup>11</sup>:

*Tabla 1 . Aminoácidos. Composición de la cutícula y la membrana de la cáscara de huevo de gallina.*

Aminoácido	Cutícula	Membrana de la cáscara
Ácido Aspártico	8.51	8.67



Treonina	5.75	6.04
Serina	6.02	5.97
Ácido Glutámico	11.92	13.56
Glicina	9.65	6.19
Alanina	3.82	3.47
Cistina	4.01	8.89
Valina	3.49	6.75
Meteonina	3.51	3.28
Isoleucina	4.11	3.12
Leucina	4.3	4.72
Tirosina	4.81	2.31
Fenilalanina	2.22	2.54
Lisina	5.07	4.37
Histidina	0.92	2.56
Argenina	6.01	6.87
Prolina	4.85	8.91

---

Amino ácidos, g/100 g se obtuvo la muestra

Las membranas de la cáscara de huevo están compuestas principalmente de proteínas fibrosas de colágeno de tipo I, V y X.<sup>12</sup> De acuerdo con Ruff Kevin y cols. en 2009, las membranas de cascarón de huevo de gallina contienen glicosaminoglicanos (GAG), tales como sulfato de dermatán y sulfato de condroitina, hexosaminas, como la glucosamina, hexosas y fucosa, ácido hialurónico y otros componentes identificados como el ácido siálico, desmosina e isodesmosina, ovotransferina, lisil oxidasa, lisozima,  $\beta$ -N-acetilglucosaminidasa<sup>13</sup>



También se conoce que estas membranas reducen la expresión de diversas citoquinas incluyendo la interleucina I-beta (IL-1 $\beta$ ), factor de necrosis tumoral alfa (TNF- $\alpha$ ) tanto *in vitro* como *in vivo*, así como las NF-K $\kappa$ B intervienen en las respuestas inflamatorias e inmunes, las cuales se han relacionado con el asma, la artritis reumatoide e inflamación intestinal, arteroesclerosis, enfermedad de Alzheimer, esclerosis múltiple, diabetes y diversos tipos de cáncer. <sup>14</sup>

En cuanto a las aplicaciones en las áreas de la salud, diversos estudios han identificado proteínas en las membranas de la cáscara de huevo, las cuales poseen actividad antimicrobiana, tales como lisozima y ovotransferrina. OCX-36 tienen un papel importante en la respuesta inmune, se trata de una molécula que reconoce endotoxinas bacterianas. Las proteínas de las cutículas de diferentes aves han demostrado actividades antimicrobiales para *P. aeruginosa*, *B. subtilis* and *S. aureus*. Las BPI, PLUNCs tienen actividad antimicrobiana y propiedades anti-inflamatorias. Las PLUNC actúan contra patógenos de las vías respiratorias tales como *P. aeruginosa* y la neumonía por *Mycoplasma*. SPLUNC inhibe el crecimiento de *P. aeruginosa*. Las SPLUNC 1 aumenta la permeabilidad celular bacteriana y tiene un efecto quimiotáctico sobre los macrófagos y neutrófilos en el sitio de la infección así como en la actividad antimicrobiana contra la *neumonía por micoplasma*, pero modesta inhibición de *E. coli*. La BPI humana recombinante (rhBPI) interactúa con bacterias Gram negativas. La terminal de N- rhBPI muestran actividad antimicrobiana contra las bacterias Gram-negativas que incluyen *E. coli*, *Salmonella typhimurium*, *Shigella* y *Enterobacter* spp. La proteína rhBPI 21-KDa se ha utilizado para el tratamiento de sepsis meningocócica en niños. La BPIs Recombinante humano y de ratón tiene la capacidad de neutralizar bacterias Gram-negativas. La BPI en altas concentraciones muestran actividad bactericida Gram-positivas, incluyendo *Staphylococcus aureus* y *Streptococcus pyogenes*. La actividad antimicrobiana contra las bacterias Gram-positivas también se ha encontrado en la GL13K, que mostró actividad bactericida contra *Streptococcus gordonii*. La membrana corioalantoidea (CAM), que se desarrolla en estrecha proximidad a las membranas de la cáscara de huevo. La CAM regula la movilización de calcio de cáscara de huevo para el embrión de pollo durante el desarrollo para proporcionar las necesidades metabólicas tales como el crecimiento esquelético y actividades neuromusculares. La B4, LPS, participa contra la exposición bacteriana similar



a BPI o dolor lumbar. La proteína secretora parótida (PSP), la proteína PLUNC muestra propiedad anti-inflamatoria por la LPS estimulada, que inhiben la secreción de factor de necrosis tumoral de macrófagos. En un modelo experimental murino con meningitis, LBP es capaz de reconocer los productos de descomposición peptidoglicano derivados de *S. pneumoniae* y modular la respuesta inflamatoria. Las SNPs en el gen LPB están asociadas con la susceptibilidad a la sepsis y disfunción orgánica múltiple.<sup>15</sup>

## METODOLOGÍA

Este estudio se llevó a cabo en el Laboratorio de Biomateriales Dentales de la División de Estudios de Posgrado e Investigación de la Facultad de Odontología UNAM, con apoyo del Instituto de Investigaciones en Materiales e Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares. Se incluyeron 48 muestras de membranas de huevo de diferentes especies de aves, procedentes de una granja avícola de Xochimilco, D. F., 12 de cada especie: a) gallina, b) guajolota, c) pata, d) paloma y codorniz, las aves estuvieron en condiciones controladas de iluminación, movimiento y con libre acceso a alimento y agua. Una vez obtenidos los huevos se procedió a lavarlos con agua bidestilada, los huevos fueron fracturados para eliminar el contenido interno y así obtener las membranas adheridas a él. Las membranas fueron lavadas con agua bidestilada, se guardaron en recipientes de cristal previamente esterilizados. Se caracterizaron las membranas morfológicamente con un MEB, JEOL JSM 5900 con un voltaje de aceleración de 20 Kv, el análisis químico elemental se realizó por EDS con una sonda Oxford; los grupos funcionales fueron estudiados mediante espectroscopía infrarroja (Thermo Sci Nicolet 6700 con ATR Thermo Sci Smart), para este estudio las muestras se desecaron en un horno convencional a 37°C por tres días.

## RESULTADOS

### 1. Morfoquímica de las membranas internas de cascarones de huevo de diferentes especies.

Las membranas de las diferentes aves se caracterizaron mediante MEB, se observan estructuras multicapas semipermeables. Las membranas externas son más compactas que las internas, pero la porosidad de las membranas es variable dependiendo de la cantidad de capas que presenta cada especie, por lo general se encuentran fibras horizontales muy alargadas por secciones, fibras entrecruzadas con diferentes inclinaciones y no completamente aleatorias como en el caso de la membrana de codorniz, otras fibras presentan pequeñas estructuras acinares adheridas a las fibras como en el caso de la

membrana del huevo de gallina. Las fibras pueden adherirse y fusionarse en algunos puntos formando fibras de mayor diámetro, además poseen nódulos en los entrecruzamientos. Entre más pequeña la especie, las membranas podía seccionarse con mayor facilidad, las membranas de codorniz se encontraban firmemente adherida al cascarón. Las fibras corresponden, como ya se conoce, a la colágena tipos I, V y X. De acuerdo al tamaño de la especie los poros de las membranas internas tienen mayor diámetro. Las fibras miden de 3-5  $\mu\text{m}$  en las membranas de huevo de paloma, de gallina 0.05 -5  $\mu\text{m}$ , guajolota 0.05 -3  $\mu\text{m}$ , mientras que de pata miden 0.05- 5  $\mu\text{m}$ , éstas últimas se encuentran ligeramente aplanadas y se fusionan con más frecuencia que las anteriores, las membranas de paloma y codorniz también presentan aspecto aplanado y mayor fusión entre las fibras como se observan en las siguientes micrografías:

*MORFOLOGÍA DE LAS MEMBRANAS DE CASCARÓN DE HUEVO DE DIFERENTES ESPECIES.*

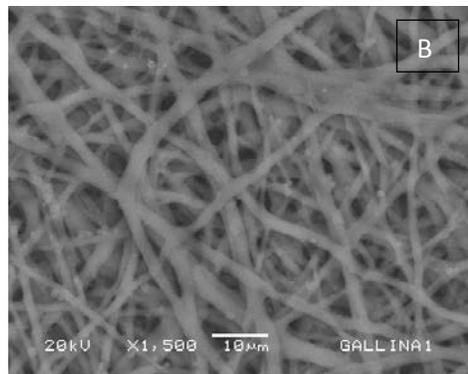
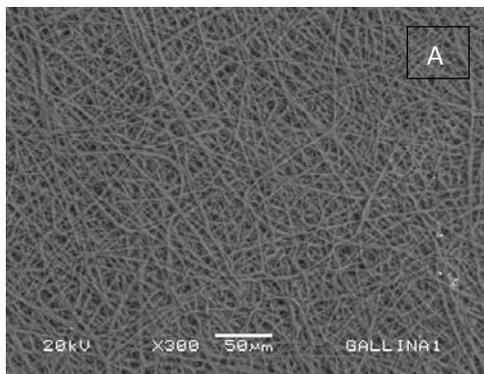


Fig.1 Ay B membrana externa e interna de gallina

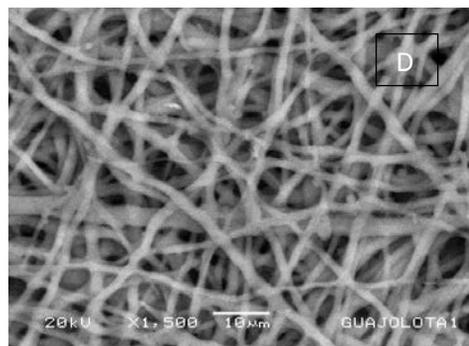
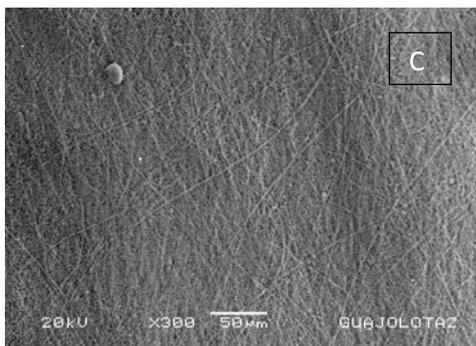


Fig.2 C y D.membrana externa e interna de

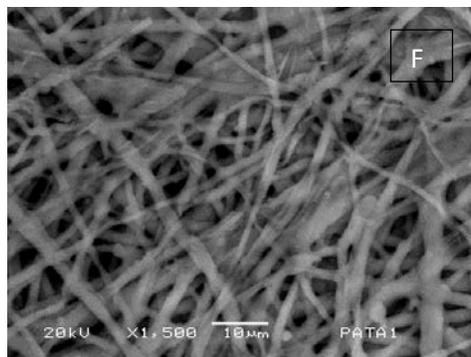
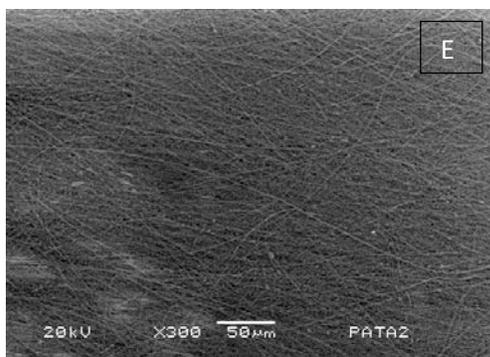


Fig.3 E y F membrana externa e interna de papa

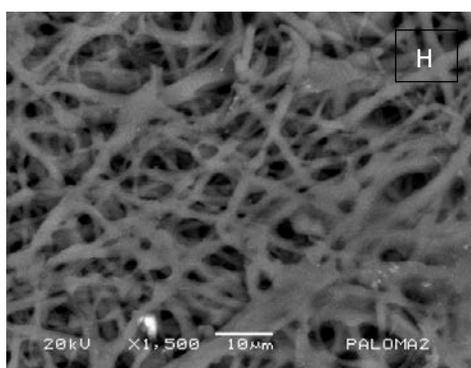
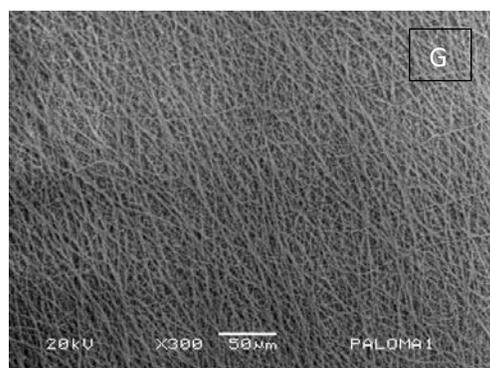


Fig.4 G yH. Membrana externa e interna de

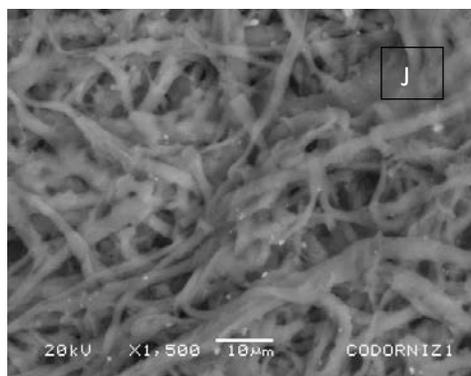
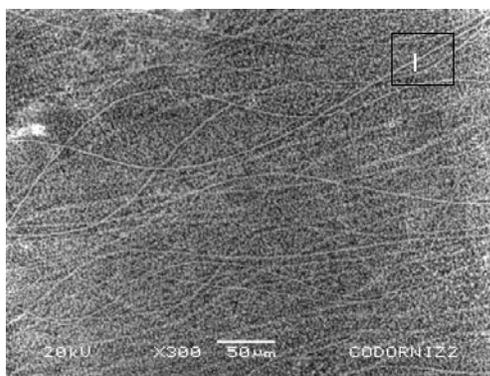


Fig.5 I e J membrana externa e interna de

## 2. Espectroscopía de Dispersión de energía (EDS)

Los porcentajes del peso atómico de los elementos químicos se encuentran en la tabla número 2, donde se observa que todas las membranas contienen C, O, y S.

Potasio en membranas de codorniz, gallina, guajolote, Na en membranas de codorniz, Ca en codorniz y paloma, probablemente perteneciente al cascarón, se encontró también Al en



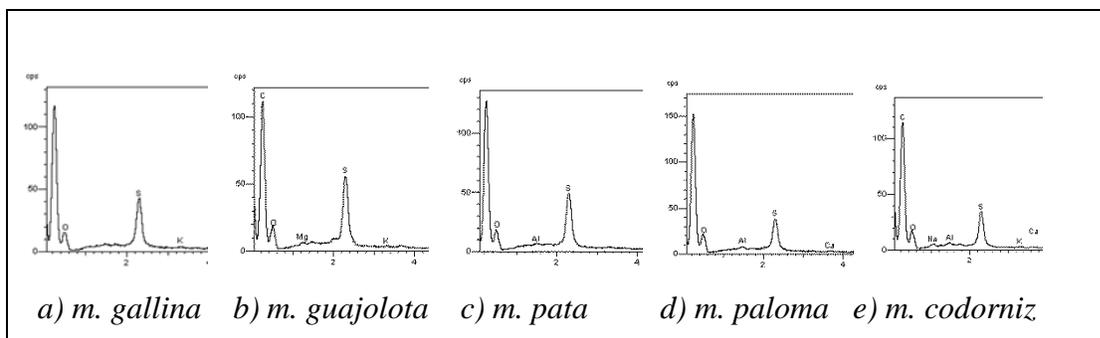
membranas de codorniz, pata y paloma y Mg solo en membranas de guajolota. La membrana con mayor cantidad de elementos químicos fue la de codorniz.

Tabla 2. (EDS). Composición química elemental de las membranas externas e internas de cascarones de huevo de codorniz (C), gallina (G), guajolote (GU), paloma (PAL) y pata (PAT).

ELEM	C ext	C int	G ext	G ext	GU ext	GU int	PAL ext	PAL int	PAT ext	PAT int
	% At	% At	% At	% At	% At	% At				
C	75.45	76.36	77.1	78.36	77.11	77.66	76.75	78.44	77.79	77.49
O	22.46	21.19	20.64	19.47	20.04	19.6	21.45	18.18	19.89	20.19
Na	0.25	0.33								
S	1.65	1.83	2.16	2.115	2.65	2.69	1.59	2.62	2.23472	2.16
K	0.05	0.68	0.09	0.05	0.04	0.04				
Ca	0.12	0.06					0.07	0.19		
Al		0.15					0.12	0.55	0.07	0.13
Mg					0.14					

En los EDS, las diferencias encontradas más notables fueron el magnesio en la membrana de guajolota, el Al en la membrana de pata, paloma y condorniz y el Na en la membrana de codorniz como se observa en la gráfica siguiente:

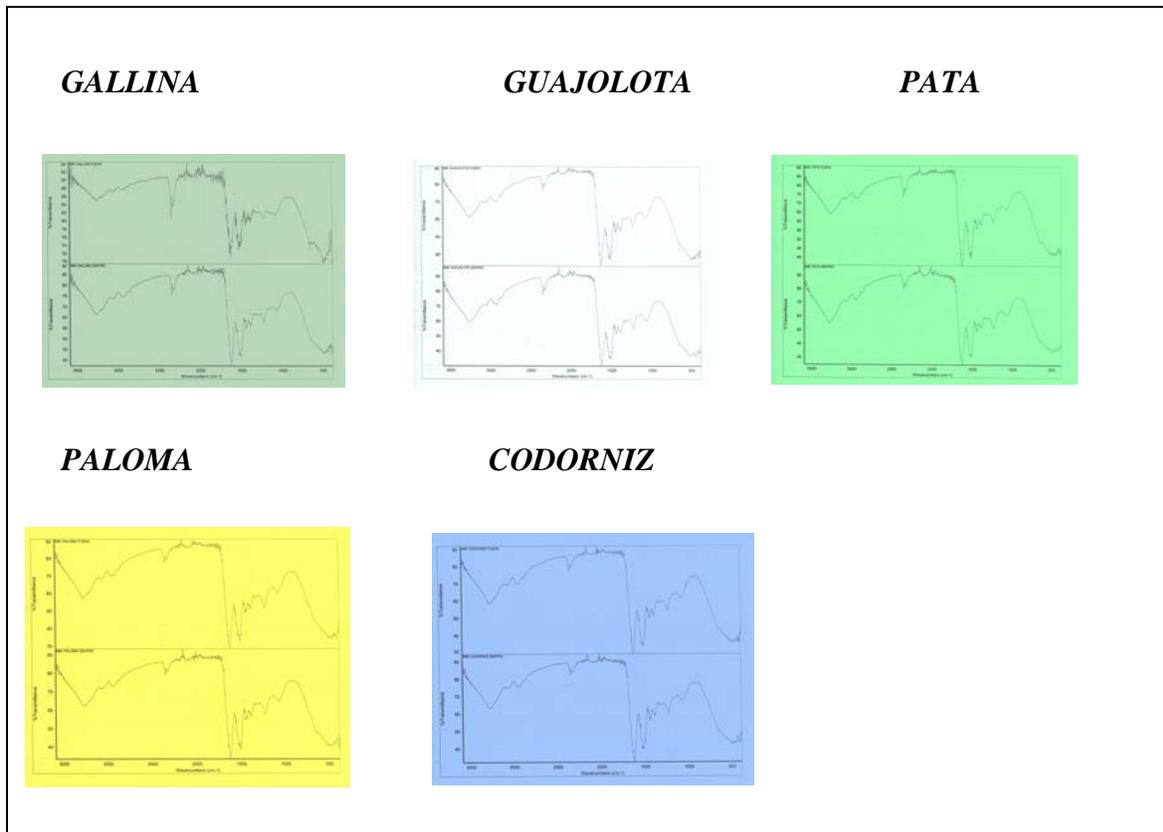
Gráfica 1. Espectroscopía de dispersión de energía de las membranas (m) de diferentes especies.



## Espectroscopía infrarroja (IR)

Las membranas de los huevos de las diferentes especies de aves estudiadas presentaron las mismas bandas en el ATR-FTIR (Gráfica 2). Estas bandas son características de las amidas provenientes de las proteínas y de las aminas en los extremos de estas. A  $3360\text{ cm}^{-1}$  se presenta una banda de tensión debido al grupo N-H. A  $1655\text{ cm}^{-1}$  se presenta una banda debido al carbonilo C=O de amidas I en  $1534\text{ cm}^{-1}$  la banda de amidas II. <sup>16</sup>

*Gráfica 2. Espectroscopía infrarroja de las membranas de huevo de diferentes especies*



## DISCUSIÓN



Es necesario realizar otras pruebas físico-químicas y biológicas antes de experimentar con seres vivos. Experimentos realizados por Gholam Hossein Farjah en 2014, encuentran cualidades de éstas para la regeneración del nervio ciático en ratas.<sup>17</sup> Los resultados obtenidos indican que las membranas estudiadas son potencialmente útiles en otras aplicaciones de la medicina regenerativa, como otros autores han reportado en las extraídas de cascarón de gallina.<sup>18-24</sup> Estas membranas representan una barrera de protección para contener el biomaterial seleccionado, tales como hidroxiapatita y fosfatos de calcio, y que no se dispersen, ya que cuentan con poros cerrados en su parte externa, lo que evita la entrada de microorganismos, pero también cuenta con poros más abiertos internamente lo que facilita la regeneración tisular. Se debe tomar en cuenta los protocolos ya establecidos como los de asepsia y antisepsia de estas membranas antes de ser colocadas *in vivo*. Las membranas estudiadas podrían ser útiles en la regeneración tisular ósea (ROG), con la ventaja de que no se tendría necesidad de una segunda intervención quirúrgica para retirarla y probablemente duraría el tiempo necesario para que la zona afectada se regenere.

Existen otras aplicaciones de las membranas poliméricas en la ingeniería de materiales, como andamios para la síntesis de nanopartículas, adsorbente de metales pesados, compuestos orgánicos, colorantes, sulfonatos y fluoruros; como el componente principal de biosensores; en la medicina; y varias otras aplicaciones.<sup>25</sup> Se espera continuar con el proyecto bajo para demostrar la seguridad y confiabilidad ésta investigación.

## CONCLUSIONES

Las membranas estudiadas de los cascarones de huevo de las diferentes aves representan otra alternativa para la regeneración guiada de tejidos blandos y duros debido a que son biomateriales naturales reabsorbibles útiles potencialmente en medicina regenerativa, es un material de desecho y es barato. Estas membranas representan una barrera de protección para contener el biomaterial seleccionado, tales como hidroxiapatita y fosfatos de calcio, y que no se dispersen. Con base a los resultados mostrados se puede concluir que las membranas estudiadas podrían ser útiles en la regeneración tisular ósea (ROG), con la



ventaja de que requeriría de una sola intervención quirúrgica y podrían durar el tiempo necesario para la regeneración de la zona afectada.

#### REFERENCIAS:

- [1] [http://www.urbeconomica.com/index.php?option=com\\_content&id=3306:mexico-1d-en-consumo-y-6d-en-produccion&Itemid=33](http://www.urbeconomica.com/index.php?option=com_content&id=3306:mexico-1d-en-consumo-y-6d-en-produccion&Itemid=33)
- [2] Cardwell, J. C, The Development of Animal Physiology, Medical Library and Historical Journal. 1904 Oct; 2(4): [225]-242, 243.
- [3]. Cortellini P., Pini Prato G., Tonetti M. Periodontal regeneration of human infrabony defects. Effect of oral hygiene on long-term stability. J Clin Periodontol 1994; 21:606-610.
- [4] Bunyaratavej P, Wang HL. Collagen membranes: a review. J Periodontol. 2001;72:215–29.
- [5]. Hammerle CH, Jung RE. Bone augmentation by means of barrier membranes. Periodontology 2000. 2003;33:36–53.
- [6]. Nyman S., Lindhe J., Karring T., Rylander H. New attachment following surgical treatment of human periodontal disease. J Clin Periodontol 1982; 9: 290-6.
- [7] Malchiodi L, Scarano A, Quaranta Metal. Rigid fixation by means of titanium mesh in edentulous ridge expansion for horizontal ridge augmentation in the maxilla. Int J Oral Maxillofac Implants. 1998;13:701–5.
- [8] Dahlin C, Buser D, Dahlin C, Schenk R, editors. In: Guided bone regeneration in implant dentistry. Chicago. : IL: Quintessence Publ; 1994. Scientific Background of guided bone regeneration.
- [9] Von Arx T, Buser D. Horizontal ridge augmentation using autogenous block grafts and the guided bone regeneration technique with collagen membranes a clinical study with 42 patients. Clin Oral Implants Res. 2006;17:359–66.



- [10] Rothamel D, Schwarz F, Sager Metal. Biodegradation of differently cross-linked collagen membranes an experimental study in the rat. Clin Oral Implants Res. 2005;16:369–78
- [11] T. Nakano, N., I. Ikawa, and L. Ozimek. Chemical Composition of Chicken Eggshell and Shell Membranes. 2003 Poultry Science 82:510–514
- [12] Arias JL, Carrino DA, Fernández MS, Rodríguez JP, Dennis JE, Caplan AI. Partial biochemical and immunochemical characterization of avian eggshell extracellular matrices. Arch Biochem Biophys. 1992 Oct;298(1):293-302.
- [13] J Ruff, Dale P DeVore , Michael D Leu , y Mark A Robinson. Cáscara de Kevin huevo de membrana: Una posible nueva terapéutica natural para los trastornos del tejido conectivo y las articulaciones. Los resultados de dos estudios clínicos abiertos humanos<sup>1</sup> Clin Interv envejecimiento. 2009; 4: 235-240.
- [14] Ruff K. J, Durham Paul L, O'Relly A, and Largo F. Daniell. Hidrolizados de membranas de cascara de huevo activan NF-B *in vitro*: posibles aplicaciones para la eficacia *in vivo*. J. Inflamm Res. 2015; 8:49-57
- [15] Cristianne MM Cordeiro , Hamed Esmaili , George Ansah , y Maxwell T. Hincke. Ovocalyxin-36 Is a Pattern Recognition Protein in Chicken Eggshell Membranes. PLoS One. 2013; 8 (12): e84112.
- [16] W.T. Tsai, J.M. Yang, C.W. Lai, Y.H. Cheng, C.C. Lin, C.W. Yeh. Characterization and adsorption properties of eggshells and eggshell membrane. Bioresource Technology 97 (2006) 488–493.
- [17] Gholam Hossein Farjah, Behnam Heshmatian, Mojtaba Karimipour and Ali Saberi. Using Eggshell Membrane as Nerve Guide Channels in Peripheral Nerve Regeneration. Iran J Basic Med Sci. 2013 Aug; 16(8): 901–905.
- [18] 10. Ruff KJ, Winkler A, Jackson RW, DeVore DP, Ritz BW. Eggshell membrane in the treatment of pain and stiffness from osteoarthritis of the knee: a randomized,



multicenter, double-blind, placebo-controlled clinical study. Clin heumatol. 2009;28:907–914.

[19] Ruff KJ, Winkler A, Jackson RW, DeVore DP, Ritz BW. Eggshell membrane in the treatment of pain and stiffness from osteoarthritis of the knee: a randomized, multicenter, double-blind, placebo-controlled clinical study. Clin Rheumatol. 2009;28:907–91415.

[20] Tavassoli M. Effect of the substratum on the growth of CFU-c in continuous marrow culture. Experientia. 1983;39:411–412.

[21] Maeda K, Sasaki Y. An experience of hen-egg membrane as a biological dressing burns. Incl Therm Inj. 1982;8:313–316.

[22] Yi F, Guo Z, Zhang L, Yu J, Li Q. Soluble eggshell membrane protein: preparation, characterization and biocompatibility. Biomaterials . 2004;25:4591–4599.

[23] . Jia J, Duan YY, Yu J, Lu JW. Preparation and immobilization of soluble eggshell membrane protein on the electrospun nanofibers to enhance cell adhesion and growth. J Biomed Mater Res A . 2008;86:346–373.

[24] Arias JI, Gonzalez A, Fernandez Ms, Gonzalez C, Sez D, Arias IL. Eggshell membrane as a biodegradable bone regeneration inhibitor. J Tissue Regen Med. 2008;2:228–235.

[25] W.T. Tsai, J.M. Yang, C.W. Lai, Y.H. Cheng, C.C. Lin, C.W. Yeh. Characterization and adsorption properties of eggshells and eggshell membrane. Bioresource Technology 97 (2006) 488–493.



## SINTESIS DE FIBRAS DE PLA POR LA TÉCNICA DE HILADO POR PROPULSIÓN DE GAS

O. A. Chanes Cuevas, L.G. Hernández Tapia, E.A Albanes Ojeda, N. Vargas Becerril, M Hipólito-García, O. Alvarez-Fregos, MA. Alavrez-Perez

En el campo de ingeniería de tejidos, se diseñan andamios que proporcionen soporte estructural, para que las células puedan adherirse, proliferar, y diferenciarse hacia un tejido específico. Actualmente la producción de andamios hilados se logra a menudo a través de procesos de múltiples pasos, tales como electrostático, por fusión o húmedo, etc. Una variante de la hilatura para la fabricación de andamios es la basada en propulsión a gas (AJS), la cual presenta un enfoque innovador, dado que facilitaría la producción de andamios para la investigación biomédica. Su fundamento básicamente depende de la velocidad y presión que ejerce un gas sobre una solución polimérica. Sin embargo aún está por controlarse sus parámetros como la distancia de depósito, el tipo de solvente y su volatilidad, el diámetro de la punta la cual dicta el rango de la fibra sintetizada que va desde micrómetros hasta rangos sub-micrométricos. El ácido poli-láctico (PLA) es un polímero absorbible de la familia de los poliésteres alifáticos, el cual es biocompatible, biodegradable, atóxico y que puede emplearse como andamio en ingeniería de tejidos para la regeneración de tejido óseo. El objetivo de este trabajo es determinar los parámetros óptimos de síntesis de una solución de PLA utilizando la técnica de AJS con el fin de estudiar y caracterizar su importancia en relación a la calidad y estructura físicoquímica; de morfología, diámetro de las fibras; para la fabricación de membranas hiladas.

**Metodología.** A partir de soluciones de PLA (6%, 7% y 10%), se sintetizaron andamios hilados por la técnica de AJS usando gas argón de 99.99% de pureza a una presión de 25 PSI; con una punta de 0.25mm con una distancia al colector de 15 cm. Las membranas hiladas se caracterizaron por MEB, RX, FITR, y pruebas mecánicas de tensión.

**Resultados:** Nuestros datos indican que es posible obtener membranas hiladas con diferentes diámetros dependiendo de la concentración de PLA; la cual nos habla que está en función con la velocidad que el solvente es volatilizado durante el depósito. Sin embargo las membranas que mejores resultados tienen son las de la solución al 10% de PLA.

**Conclusiones:** La síntesis de andamios de PLA por AJS demuestra que es posible obtenerlos con diámetros de fibras en rangos submicrométricos y con una morfología aleatoria. **Agradecimientos:** Este trabajo fue apoyado por DGAPA-UNAM: PAPIIT IN213912 y PAPPIT IN210815. Los autores LGHT y OAcHc agradecen el apoyo a la beca CONACYT, con número de becarios: 331090 y 331089, para sus estudios de maestría.



## PREPARACIÓN, CARACTERIZACIÓN Y PROPIEDADES DE PERMEACIÓN DE MEMBRANAS HÍBRIDAS DE POLISULFONA-ZEOLITA CLINOPTILOLITA

Griselda Castruita-de León\*, H. Iván Meléndez-Ortiz, Sandra P. García-Rodríguez, Nidia C. Fuentes-López, Ángel de J. Montes-Luna, Bertha A. Puente-Urbina.

Centro de Investigación en Química Aplicada. Blvd. Enrique Reyna 140 Col. San José de los Cerritos. Saltillo, Coahuila. C.P. 25294

\*e-mail: [griselda.castruita@ciqa.edu.mx](mailto:griselda.castruita@ciqa.edu.mx)

### RESUMEN

*La zeolita clinoptilolita natural y modificada químicamente por intercambio catiónico a partir de una solución acuosa de cloruro de calcio fue incorporada a una matriz polimérica de polisulfona (Psu) para preparar membranas híbridas con potencial aplicación en separación de gases. Las membranas híbridas fueron elaboradas mediante el método de casting variándose el contenido de zeolita y fueron caracterizadas por microscopía electrónica de barrido (SEM). El comportamiento térmico de las membranas fue analizado por calorimetría diferencial de barrido (DSC) y análisis termogravimétrico (TGA). La capacidad de separación de gases de las membranas híbridas fue ensayada para una mezcla de gases que contiene CO<sub>2</sub> y CH<sub>4</sub>. El efecto de la adición de la zeolita y la modificación química sobre las propiedades de transporte de los gases fue estudiado. Los resultados de permeabilidad indicaron que la capacidad de separación del CO<sub>2</sub> del CH<sub>4</sub> se vio favorecida con la adición de la zeolita al sistema polimérico.*

**Palabras clave:** membranas híbridas, zeolita clinoptilolita, separación de gases

### 1. INTRODUCCIÓN

En las últimas décadas, diversos materiales poliméricos e inorgánicos han sido intensamente investigados con la finalidad de aplicarlos en procesos de separación de líquidos y gases de interés industrial. Por su parte, la industria gasífera ha venido requiriendo de tecnologías alternas más eficientes y amigables con el medio ambiente, que brinden la posibilidad de llevar a cabo el proceso de endulzamiento del gas natural. La separación con membranas constituye la tecnología más atractiva y prometedora para remover los gases ácidos tales como dióxido de carbono y ácido sulfhídrico presentes en las corrientes de gas natural. Esta tecnología ofrece amplias ventajas sobre el proceso convencional de absorción con aminas: buena eficiencia en la separación de los gases, reducción en costo de manufactura, en operación y consumo de energía, diseño modular que no requiere de grandes espacios para su implementación, reducción en el impacto ambiental, por mencionar algunas.



Si bien, las membranas que son comercializadas para fines de separación de gases son elaboradas a base de materiales poliméricos como polidimetilsiloxano, poliimida, acetato de celulosa, poliaramida, etc.<sup>1</sup>, las membranas híbridas, conocidas por su nombre en inglés como mixed matrix membranes han emergido como una clase de membranas capaces de mejorar las propiedades y el desempeño en separación de sus homólogas puramente poliméricas<sup>2</sup>. Dichas membranas son preparadas a partir de la incorporación y dispersión de partículas inorgánicas (zeolita, sílice, nanotubos de carbono, etc.) en una matriz polimérica. Es así como se combinan las propiedades intrínsecas y las ventajas de ambos componentes, por una parte la procesabilidad y las propiedades mecánicas del polímero, y por la otra, la estabilidad térmica y la eficiencia de separación del componente inorgánico. Esto bajo la premisa de mejorar la permeación de los gases a través de la membrana pero sin verse afectada la selectividad de la separación<sup>3</sup>. Las zeolitas son consideradas como el primer relleno utilizado para preparar membranas híbridas con enfoque en separación de gases<sup>4</sup>. Estos materiales cristalinos compuestos por aluminosilicatos están conformados por canales y cavidades interconectadas entre sí formando una red. Estos materiales porosos al formar parte de una membrana híbrida juegan el rol de un tamiz molecular que separa los gases en función de su tamaño (diámetro cinético)<sup>5</sup>. Así mismo, la presencia de estas partículas puede favorecer el volumen libre al evitar la interacción entre cadenas poliméricas, lo cual se vería reflejado en un incremento de la difusión del gas a través de la membrana. Es frecuente que el relleno inorgánico sea funcionalizado superficialmente con grupos sustituyentes orgánicos con la finalidad de generar una buena adhesión entre fases<sup>6</sup>. Dicha modificación también puede ser encaminada a alterar la naturaleza química de la partícula y de esta manera propiciar la interacción con las moléculas de gas hacia una separación más selectiva<sup>7</sup>. Koumanova y col.<sup>8</sup> han reportado la modificación química de zeolita natural con cationes metálicos alcalinos y alcalinotérreos, mostrando una separación exitosa de SO<sub>2</sub> comparado con la zeolita sin modificar. Por otra parte, membranas híbridas que contienen zeolita 4A en matrices poliméricas de Pebax 1657 han mejorado considerablemente la permeabilidad CO<sub>2</sub>, siendo membranas promisorias para separación de CO<sub>2</sub>/N<sub>2</sub> y CO<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub>.

En este contexto, en el presente trabajo se presenta la preparación y caracterización de membranas híbridas a base de polisulfona y zeolita clinoptilolita. El efecto de la incorporación de la zeolita a la matriz polimérica y la modificación química con iones Ca<sup>2+</sup> sobre las propiedades de permeabilidad y separación de una mezcla de gases CO<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub> fue analizado.

## 2. METODOLOGÍA

La zeolita clinoptilolita fue previamente sometida a un proceso de molienda y tamizado, empleándose el material con tamaño de partícula inferior a 45 µm. Esta zeolita fue modificada químicamente por intercambio iónico con una solución acuosa de CaCl<sub>2</sub> 3N. Para llevar a cabo la modificación química, se colocaron 5 g de zeolita clinoptilolita en 250 mL de la solución y dejó en agitación vigorosa por 4 h a temperatura ambiente. Luego se



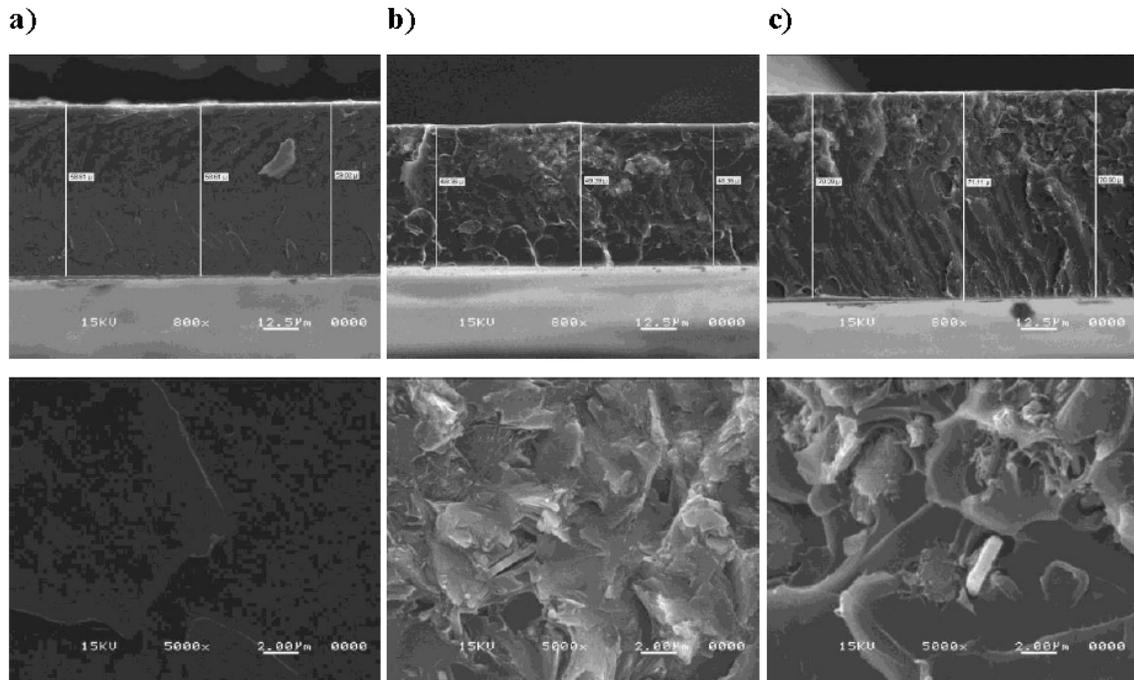
filtró y lavó con agua, para luego secarse a vacío a 100°C por 8 horas. La zeolita clinoptilolita usada como blanco de control (denominada zeolita lavada) solamente fue puesta en agitación en agua durante 4 h y secada bajo el mismo procedimiento.

Para la preparación de las membranas híbridas se emplearon 0.3 g de polisulfona Udel-1700, los cuales se dividieron en dos fracciones de 0.28 y 0.02g que se disolvieron en 1.1 y 1 ml de cloroformo, respectivamente. A la solución que contiene la menor cantidad de polímero se le añadió la cantidad de zeolita correspondiente al 10% en peso con respecto al polímero. El material inorgánico se dispersó en la solución polimérica diluida con un procesador ultrasónico por 5 minutos y luego se colocó en baño de ultrasonido por 10 minutos; este procedimiento se repitió una vez más. Posteriormente, la solución polimérica mayoritaria le fue adicionada para dejarse en agitación magnética por 4 horas. Transcurrido este tiempo, se procedió a la preparación de la membrana mediante casting. La suspensión polisulfona-zeolita se vertió en un molde de vidrio de 5 x 5 cm y se cubrió con un embudo hasta la completa evaporación del disolvente en condiciones ambientales. La membrana fue demoldada y secada a vacío para eliminar trazas de disolvente siguiendo una rampa de calentamiento de 40°C (8 horas), 70°C (16 horas), 100°C (8 horas). Las mediciones de permeabilidad se llevaron a cabo en un dispositivo de acero inoxidable a una temperatura de 35°C y a 50, 150 y 300 psi de presión en la alimentación.

Se empleó una mezcla binaria de CH<sub>4</sub>:CO<sub>2</sub> 95:5 % en peso. La cuantificación de los gases permeados a través de la membrana se llevó a cabo empleando un Micro-GC 490 Agilent Technology.

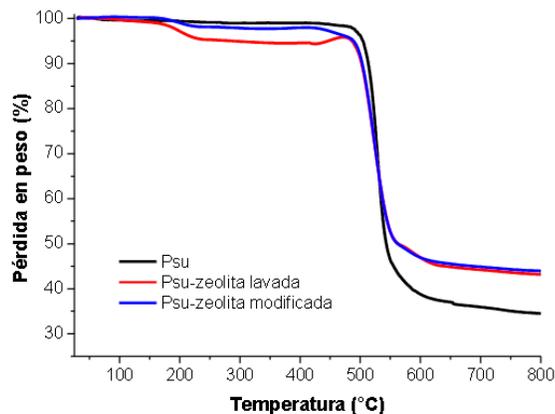
### 3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

En la figura 1 se presentan las micrografías obtenidas por SEM del corte transversal por fractura de membranas híbridas de polisulfona (Psu) y zeolita clinoptilolita, tanto aquella que fue modificada por intercambio iónico con iones Ca<sup>2+</sup> así como la zeolita considerada como control que solamente fue lavada con agua. Además se presentan las micrografías de una membrana preparada únicamente a base de la matriz polimérica. La membrana de polisulfona se aprecia densa libre de huecos con un espesor de 59 µm. Por su parte en las membranas híbridas con 10% de carga inorgánica se aprecia la presencia de cúmulos de partículas irregulares de zeolita clinoptilolita distribuidos en toda la membrana. Cabe destacar la buena adhesión entre la zeolita y la fase polimérica, pues se aprecia que las partículas fueron completamente embebidas por la polisulfona, evitándose así la formación de defectos interfaciales. El espesor calculado para estas membranas fue de 48 y 70 µm, como puede apreciarse en la figura 1b y 1c, respectivamente.



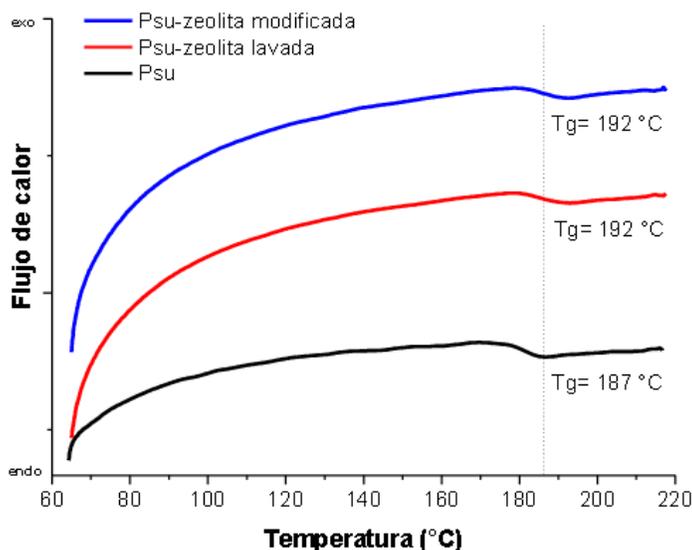
**Figura 1.** Micrografías de SEM de membranas polimérica e híbridas: a) Psu, b) Psu-zeolita clinoptilolita lavada, c) Psu-zeolita clinoptilolita modificada

El comportamiento térmico que presentan las membranas fue estudiado por análisis termogravimétrico y calorimetría diferencial de barrido. Como se puede observar en los termogramas de TGA de la figura 2, todas las membranas presentan una alta temperatura de inicio de degradación cercana a los 500 °C, lo que nos habla de la buena estabilidad térmica de los materiales constituyentes de las membranas. El hecho de que aún a 800°C se aprecie un porcentaje de residuo bastante alto podría estar asociado a las condiciones de atmósfera inerte empleadas durante la medición experimental.



**Figura 2.** Termogramas de TGA de membranas polimérica e híbridas Psu-zeolita clinoptilolita ón experimental.

La figura 3 muestra los termogramas de DSC de las membranas hechas a base de polisulfona obtenidas del segundo ciclo de calentamiento. Se puede apreciar la temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ) de la matriz polimérica la cual se presenta a  $187^\circ\text{C}$  en el caso de la membrana puramente orgánica. La adición de la carga de zeolita clinoptilolita resultó en un desplazamiento de esta transición hacia mayor temperatura, registrándose a  $192^\circ\text{C}$ . Este comportamiento podría indicar una mayor interacción de la zeolita con la fase polimérica que propicia una menor movilidad de las moléculas de polímero y en consecuencia una mayor  $T_g$ . Esta tendencia no se vio influenciada por la modificación química a la que fue sometida la zeolita.



**Figura 3.** Estudios de DSC de membranas polimérica e híbridas Psu-zeolita clinoptilolita

Las pruebas de permeabilidad de gases empleando una mezcla binaria de  $\text{CH}_4/\text{CO}_2$  fueron realizadas para las tres membranas Psu, Psu-zeolita lavada y Psu-zeolita modificada. En la tabla 1 se presentan los coeficientes de permeabilidad máxima calculada para cada uno de los gases de la mezcla a las diferentes presiones de ensayo así como la selectividad respecto al  $\text{CH}_4$ .



**Tabla 1.** Máxima permeabilidad y selectividad en mezcla binaria CH<sub>4</sub>/CO<sub>2</sub> de membranas pura e híbrida de polisulfona-zeolita clinoptilolita

Membrana	Presión en la alimentación (psi)	Permeabilidad Máxima (Barrer)		Selectividad máxima
		CH <sub>4</sub>	CO <sub>2</sub>	CO <sub>2</sub> /CH <sub>4</sub>
Psu	50	0.2	12.7	80.3
	150	0.07	7.8	114.5
	300	0.06	6.3	96.9
Psu-zeolita lavada	50	0.5	37.6	80.1
	150	0.2	19.8	107.2
	300	0.09	15.5	178.2
Psu-zeolita modificada	50	0.2	36.2	177.5
	150	0.1	23.7	242.2
	300	0.01	18.1	1237.1

En general, estas membranas mostraron mayor permeabilidad para el CO<sub>2</sub>, permaneciendo la mayor parte del CH<sub>4</sub> en la corriente retenida no permeada. Como se puede apreciar, la membrana puramente polimérica mostró un máximo de permeabilidad de 12.7 Barrer para el CO<sub>2</sub> a 50psi de presión en la alimentación. Este valor fue disminuyendo en función del incremento de presión. No obstante, la incorporación de la zeolita clinoptilolita a la membrana trajo consigo que la permeabilidad del CO<sub>2</sub> se incrementara en más del doble en todas las presiones de ensayo, permaneciendo muy baja la permeabilidad del CH<sub>4</sub>, lo que a su vez se vio reflejado en el incremento sustancial de la selectividad del CO<sub>2</sub> con respecto al CH<sub>4</sub>. Si bien, la adición de la zeolita clinoptilolita favoreció las propiedades de separación de la membrana con respecto a las obtenidas con la membrana a base únicamente de polímero, es evidente que la modificación de la zeolita clinoptilolita con iones Ca<sup>2+</sup> permitió mejorar en gran medida la selectividad CO<sub>2</sub> /CH<sub>4</sub> de la separación, pasando de 80.1 a 50 psi para la membrana que contiene la zeolita clinoptilolita lavada a 177.5 para la membrana hecha con zeolita clinoptilolita modificada. Fue así como la selectividad de la separación del CO<sub>2</sub> del CH<sub>4</sub> fue incrementándose conforme se incrementó la presión de la alimentación.

#### 4. CONCLUSIONES

Se logró satisfactoriamente la preparación de una serie de membranas híbridas a base de polisulfona y zeolita clinoptilolita previamente modificada por intercambio catiónico con solución de CaCl<sub>2</sub>. Las imágenes de SEM evidenciaron la buena interacción entre fases orgánica-inorgánica lo cual es también apoyado por los análisis de DSC que mostraron un incremento de la T<sub>g</sub> de la polisulfona. La incorporación de la zeolita clinoptilolita en las membranas híbridas trajo una mejora sustancial en la permeabilidad máxima calculada para el CO<sub>2</sub> con respecto al obtenido para la membrana de polisulfona. Por su parte, el empleo



de zeolita clinoptilolita modificada con iones  $\text{Ca}^{2+}$  permitió que se lograra una separación mucho más selectiva.

## 5. AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Centro de Investigación en Química Aplicada (CIQA) por el financiamiento para la realización de este trabajo de investigación a través del Proyecto Interno 6246. Así mismo, se agradece al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología, particularmente a la Dirección de Cátedras-CONACYT por el nombramiento que se le ha otorgado a la Dra. Griselda Castruita de León en el proyecto 1569 “Tecnología de Membranas: Desarrollo de materiales avanzados para la industria gasífera nacional” y por el cual está comisionada al CIQA.

## 6. REFERENCIAS

- 1S. Basu, A. L. Khan, A. Cano-Odena, C. Liu, I. F. J. Vankelecom; Chemical Society Reviews, 39 (2010) 750-768
- 2 M. Rezakazemi, A. E. Amooghin, M. M. Montazer-Rahmati, A. F. Ismail, T. Matsuura; Progress in Polymer Science, 39 (2014) 817-861
- 3Y. Zhang, J. Sunarso, S. liu, R. Wang; International Journal of Greenhouse Gas Control, 12 (2013) 84-107
- 4 D. Bastani, N. Esmaili, M. Asadollahi; Journal of Industrial and Engineering Chemistry, 19 (2013) 375-393
- 5A. L. Khan, A. Cano-Odena, B. Gutiérrez, C. Minguillón, I. F.J. Vankelecom; Journal of Membrane Science 350 (2010) 340-346
- 6 O. G. Nik, X. Y. Chen, S. Kaliaguine; Journal of Membrane Science, 379 (2011) 468-478
- 7 D. P. Bezerra, F. W. M. da Silva, P. A. S. de moura, A. G. S. Sousa, R. S. Vieira, E. Rodriguez-Castillon, D. C.S. Azevedo; Applied Surface Science, 314 (2014) 314-321
- 8 E. Ivanova, B. Koumanova; Journal of Hazardous Materials, 167 (2009) 306-312



## PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE MEMBRANAS HÍBRIDAS A BASE DE POLI(ETER-B-AMIDA)

H. Iván Meléndez-Ortiz<sup>a\*</sup>, Griselda Castruita-de León<sup>a</sup> J. Alfonso Mercado-Silva<sup>a</sup>, Yibrán Perera-Mercado<sup>a</sup>, Sandra García<sup>a</sup>, Bertha Puente<sup>a</sup>, L. Alfonso García-Cerda<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Centro de Investigación en Química Aplicada (CIQA) Blvd. Enrique Reyna Herosillo #140, C.P. 25294; Saltillo, Coahuila, México

\*e-mail: [hector.melendez@ciqa.edu.mx](mailto:hector.melendez@ciqa.edu.mx)

### RESUMEN

*Membranas híbridas basadas en copolímeros de poli(éter-b-amida) (PEBA) y sílice mesoporosa MCM-48 funcionalizada con 3-aminopropiltrimetoxisilano (APS) fueron preparadas por el método de casting. Las membranas híbridas fueron caracterizadas mediante espectroscopia de infrarrojo (FT-IR), análisis termogravimétrico (TGA), calorimetría diferencial de barrido (DSC) y microscopia electrónica de barrido (SEM). La modificación de MCM-48 con el organosilano mejoró la compatibilidad entre la matriz polimérica y las nanopartículas de sílice. Los estudios preliminares de separación de gases puros mostraron que la incorporación del material inorgánico mejora las propiedades de separación de las membranas a base de PEBA.*

**Palabras clave:** Poli(éter-b-amida); sílice mesoporosa; separación de gases; MCM-48

### 1. INTRODUCCIÓN

Recientemente se ha incrementado el interés por desarrollar tecnologías alternativas para llevar a cabo el proceso de endulzamiento del gas natural. Dicho proceso consiste en la separación de dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) y ácido sulfhídrico (H<sub>2</sub>S) del gas metano (CH<sub>4</sub>) el cual es el principal componente del gas natural. Una de las tecnologías más atractivas en la separación de estos gases consiste en el empleo de membranas, ya sean poliméricas, inorgánicas o híbridas. Estas últimas también conocidas en Inglés como “mixed matrix





## 1. METODOLOGÍA

La preparación de MCM-48 se llevó a cabo de acuerdo a la metodología reportada por nuestro grupo de investigación previamente.<sup>3</sup> Brevemente, en un vaso de precipitado se colocan 2.6 g de cetiltrimetilamonio (CTAB), 120 mL de agua desionizada y 50 mL de etanol. Posteriormente, se agregan 12 mL de solución de hidróxido de amonio y 3.5 mL de TEOS bajo agitación vigorosa durante 16 horas. El sólido blanco resultante se filtra y calcina a 540 °C. La funcionalización MCM-48 con APS se llevó a cabo mediante el método de post-injerto.<sup>4</sup> En un matraz bola se coloca una cantidad determinada de APS (0.17 g) y 5 mL de tolueno. A esta solución se agregan 200 mg MCM-48. La solución se mantuvo en reflujo durante 15 h. El producto obtenido se lava con isopropanol y se seca a temperatura ambiente.

La metodología experimental para la preparación de membranas híbridas fue como sigue:

En 2 viales por separado se disolvieron 0.27 g de PEBA en 3 mL de cloroformo y 0.03 g en 1 mL de cloroformo bajo agitación magnética a una temperatura de 35°C durante 16 h. Posteriormente, al vial que contiene la menor cantidad de polímero se le agregó una cantidad determinada de sílice MCM-48-APS (2.5, 5, 7.5, 10% en peso con respecto al PEBA) y se dispersaron durante 5 minutos utilizando un procesador ultrasónico. Dicho vial se colocó en un baño de ultrasonido durante 10 minutos; este proceso se repitió dos veces más. Después, a esta dispersión se le añadió el resto del polímero contenido en el otro vial y se mantuvo en agitación por 4 h, esto con el propósito de favorecer su homogeneización. Consecutivamente, se sonicó en baño de ultrasonido durante 30 minutos más. Finalizado este tiempo, se preparó la membrana mediante casting vertiendo la solución sobre un molde de vidrio hasta cubrir completamente la superficie y se dejó evaporar el disolvente a condiciones ambientales. Una vez secas, se procedió a retirar las membranas del molde de vidrio y con el propósito de eliminar el disolvente residual, se colocaron en una estufa en condiciones de vacío en donde se emplearon 2 diferentes temperaturas: 40 y 60 °C por un período de 6 y 18 horas, respectivamente. Para la preparación de membranas sin partículas inorgánicas se disolvieron 0.3 g de PEBA en 4

mL de cloroformo bajo agitación a una temperatura de 35 °C durante 16 h y posteriormente se realizó el casting y secado como se mencionó anteriormente.

## 1. RESULTADOS Y ANÁLISIS

Los espectros de FT-IR de la membrana de PEBA y de la membrana híbrida APS-MCM-48(10%)/PEBA son mostrados en la figura 2. En el espectro de PEBA se aprecian las señales a 3295 y 1645  $\text{cm}^{-1}$  debidas a las vibraciones de los enlaces N-H y C=O del grupo amida respectivamente. Las bandas en 2935 y 2859  $\text{cm}^{-1}$  son debidas a la vibración del enlace C-H de los grupos metilenos. Por otra parte, a 1733 y 1108  $\text{cm}^{-1}$  se presentan las bandas atribuidas a los enlaces carbonilo del grupo éster O-C=O y éter C-O-C, respectivamente. Para la membrana híbrida adicionalmente se presenta una señal de baja intensidad ubicada en 1160  $\text{cm}^{-1}$  causada por el estiramiento Si-O-Si de la sílice.

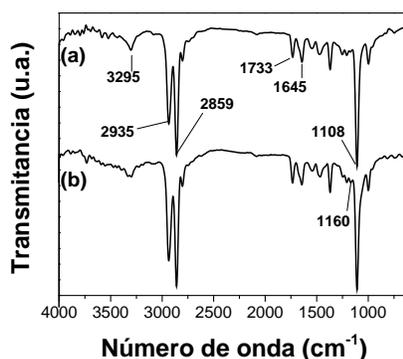


Figura 2. Espectroscopia de FT-IR para las membranas de (a) PEBA y (b) APS-MCM-48 (10%)/PEBA

Las micrografías de SEM obtenidas del corte transversal por fractura para la membrana de PEBA y las membranas híbridas con diferente contenido de APS-MCM-48 se muestran en la figura 3. Para la membrana de PEBA se observa una morfología lisa con cierta rugosidad causada probablemente durante el proceso de fractura. Por otro lado, para las membranas híbridas se observa que las nanopartículas esféricas de APS-MCM-48 fueron dispersadas uniformemente en la matriz de PEBA sin la presencia de grandes aglomerados. Para todas las membranas híbridas se observó una compatibilidad entre los componentes orgánico e

inorgánico debido a que las partículas de APS-MCM-48 se encuentran completamente adheridas y libres de cavidades.

El análisis termogravimétrico (TGA) para las membranas mostró que las membranas híbridas presentan un comportamiento similar al del PEBA (Fig. 4a). Sin embargo, se aprecia una disminución de la estabilidad térmica para las membranas híbridas conforme se incrementa el contenido de APS-MCM-48. Esta disminución en la estabilidad térmica puede deberse a una alteración causada por las partículas de APS-MCM-48 en el segmento de poliamida del PEBA. Los termogramas de DSC para la membrana de PEBA y las membranas híbridas muestran únicamente la temperatura de fusión ( $T_m$ ) correspondiente a la parte cristalina del segmento de poliamida del PEBA (Fig. 4b). Esta  $T_m$  disminuyó cuando se incrementó el contenido de APS-MCM-48. Este comportamiento puede estar asociado a un menor empaquetamiento de las cadenas del PEBA causado por la presencia de las partículas inorgánicas como se observó en los resultados de TGA.

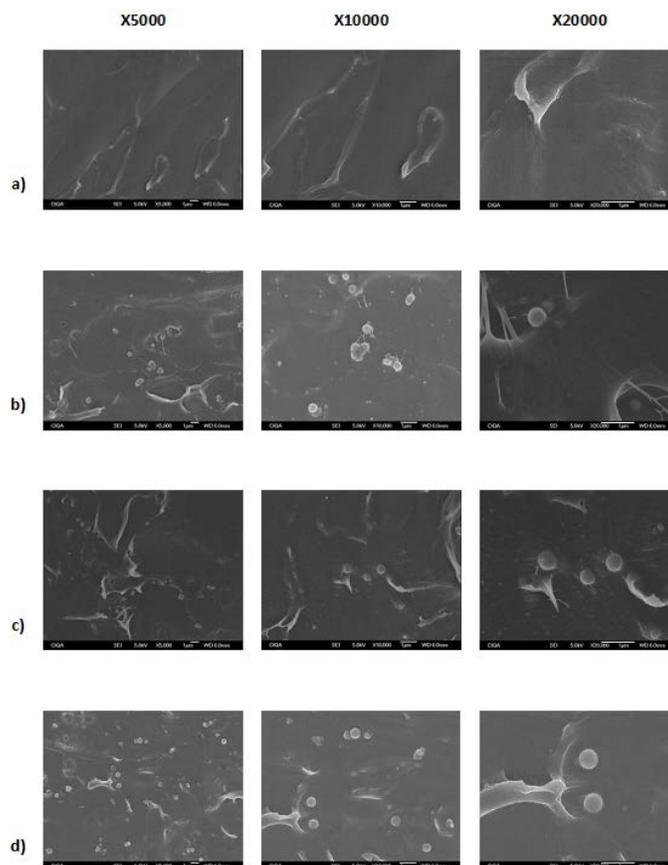




Figura 3. Micrografías de SEM para (a) membrana de PEBA y membranas híbridas con diferente contenido de APS-MCM-48: (b) 2.5%, (c) 5%, (d) 7.5% y (e) 10%.

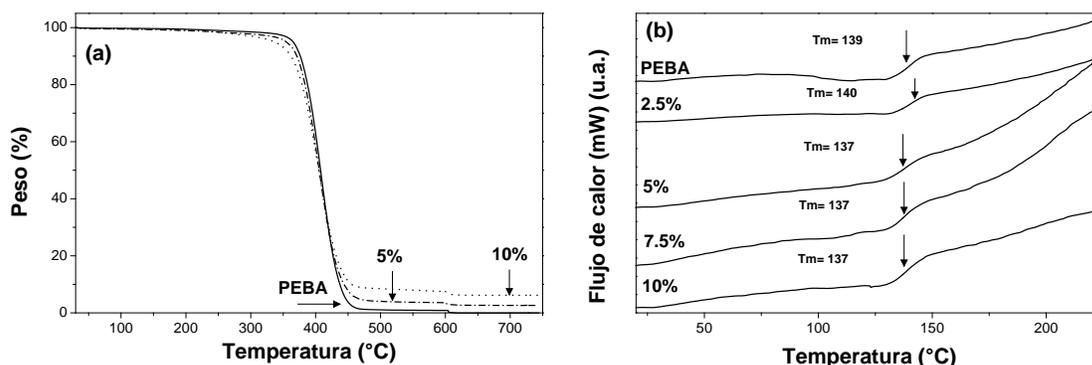


Figura 4. (a) Análisis termogravimétrico y (b) termogramas de DSC para la membrana de PEBA y membranas híbridas con diferente contenido de APS-MCM-48.

En la Tabla 1 se presentan los valores de permeabilidad a gases puros de las membranas de PEBA y membranas híbridas con 2.5 y 5 % de APS-MCM-48. Se puede apreciar que conforme se aumentó el contenido de sílice disminuyeron los valores de permeabilidad para el CO<sub>2</sub> mientras que para el CH<sub>4</sub> la permeabilidad varió de 59 a 97 Barrer. La membrana híbrida con 2.5% de APS-MCM-48-APS mostró los mejores factores de separación para los pares de gases CO<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub> y CO<sub>2</sub>/N<sub>2</sub> con valores de 6.14 y 18.67 respectivamente.

Tabla 1. Valores de permeabilidad y selectividad para gases puros de las membranas híbridas de PEBA con APS-MCM-48. Condiciones: 2 atm y 35 °C.

Membrana	Permeabilidad (Barrer)			Selectividad	
	CO <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	N <sub>2</sub>	CO <sub>2</sub> /CH <sub>4</sub>	CO <sub>2</sub> /N <sub>2</sub>
PEBA	470.82	97.51	31.80	4.82	14.80
MCM-48-APS (2.5%)/PEBA	364.90	59.39	19.54	6.14	18.67
MCM-48-APS (5%)/PEBA	347.87	81.78	28.37	4.25	12.26



## 8. CONCLUSIONES

Se prepararon membranas híbridas a base de copolímero PEBA y sílice mesoporosa MCM-48 funcionalizada con APS. La modificación de MCM-48 con APS aumentó la compatibilidad entre el componente inorgánico con la matriz de PEBA dando como resultado membranas sin defectos. La membrana híbrida con bajo contenido de sílice (2.5%) mostró mejor permselectividad que la membrana de PEBA sin modificar.

## 9. REFERENCIAS

- <sup>1</sup>P.S Goh, A.F. Ismail, S.M. Sanip, B.C. Ng, M. Aziz, Sep. Purif. Technol. 81 (2011) 243–264.
- <sup>2</sup>M. Peyravi, A.A. Babaluo, M.A. Ardestani, M.K. Razavi Aghjeh, S.R. Pishghadam, P. Hadi, J. Appl. Polym. Sci. 118 (2010) 1211–1218.
- <sup>3</sup>H.I. Meléndez-Ortiz, Y.A. Perera-Mercado, L.A. García-Cerda, J.A. Mercado-Silva, G. Castruita, Ceram. Int. 40 (2014) 4155–4161.
- <sup>4</sup>H. I. Meléndez-Ortiz, Y. Perera-Mercado, J. A. Mercado-Silva, Y. Olivares-Maldonado, G. Castruita, L. A. García-Cerda, Ceram. Int. 40 (2014) 9701–9707.



## SÍNTESIS, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DE MEMBRANAS POLIMÉRICAS, OBTENIDAS POR ELECTROSPINNING, CON BASE EN POLISULFONA Y ÓXIDO DE GRAFENO PARA PURIFICACIÓN DE AGUA

Yareni Aguilar Costumbrea\*, Juliette A. Lambertb, Miguel A. Meléndez Lirac, Vladimir A. Escobar Barriosa

<sup>a</sup>Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica, Camino a la Presa de San José 2005, Lomas 4 sección, San Luís Potosí, SLP 78216.

<sup>b</sup>CIATEC, A.C., Calle Omega 201, Fracc. Industrial Delta, León, Gto 37545.

<sup>c</sup>CINVESTAV-IPN, Av. Instituto Politécnico Nacional 2508, Col. San Pedro Zacatenco, Delegación Gustavo A. Madero, Ciudad de México, D.F. 07360.

\*e-mail: [yareni.aguilar@ipicyt.edu.mx](mailto:yareni.aguilar@ipicyt.edu.mx)

### RESUMEN

*Este trabajo presenta la síntesis, caracterización y evaluación de membranas de nanofibras de polisulfona y óxido de grafeno (PSU-OG) obtenidas mediante electrospinning para la purificación de soluciones acuosas. En electrospinning, se exploraron parámetros característicos del método como el flujo, la distancia colector-aguja, la velocidad de rotación del colector y el voltaje, con el objetivo de dilucidar sobre la porosidad de la membrana y la morfología de las fibras obtenidas, para su posterior caracterización físico-química así como la evaluación de su desempeño en procesos de filtración.*

**Palabras clave:** polisulfona, electrospinning, purificación.

### 1. INTRODUCCIÓN

En la actualidad, más de 700 millones de personas carecen del acceso a fuentes de agua potable según informes de la OMS en 2014, previendo que este año habría todavía 605 millones de personas sin acceso<sup>1</sup>. El agua disponible para el ser humano es el 2.5% del agua dulce que se encuentra en el planeta, sin embargo la gran mayoría se encuentra en casquetes polares y glaciares, y una pequeña porción se encuentra en la superficie<sup>2</sup>. El mecanismo global de transporte del agua en el planeta es el ciclo hidrológico, y por ello la disponibilidad de los recursos hídricos va cambiando constantemente. También hay que considerar que tanto las condiciones naturales como las acciones humanas complican el desarrollo sustentable de los recursos hídricos. Como solución a esta problemática, existen diversas tecnologías para la purificación del agua, desde tratamientos convencionales como la desinfección de agua para eliminación de patógenos tradicionales, y emergentes, así como la reutilización y recuperación de aguas extraídas de ríos, lagos y acuíferos, además del



tratamiento de aguas residuales y la desalinización<sup>3</sup>. En particular, para el proceso de desalinización se han desarrollado diversas tecnologías como destilación térmica, separación por membranas, congelación, electrodiálisis, etc. Comercialmente son tres procesos dominantes, destilación flash de múltiple efecto (MSF), ósmosis inversa (RO) y destilación múltiple efecto (MED)<sup>4</sup>. La destilación por membranas, proceso relativamente nuevo, está siendo ampliamente investigado por sus ventajas respecto a otras tecnologías, como por ejemplo: menores temperaturas de operación respecto a la destilación convencional, bajas presiones de operación, reducción en la interacción química entre la membrana y la solución de alimentación teniendo un rechazo teórico del 100%, propiedades mecánicas bajas que reduce la energía requerida para la presión de los flujos y comparado con los procesos convencionales reduce los espacios de vapor<sup>(5)</sup>. La destilación por membranas es un proceso de transporte de vapor conducido térmicamente a través de membranas porosas hidrofóbicas, en el cual la fuerza motriz es la diferencia de presión de vapor parcial entre ambos lados de la membrana. Dado que la membrana es el componente principal en esta tecnología, se estudian actualmente las nanofibras para dicha aplicación. En este sentido, el presente proyecto aborda la síntesis y caracterización de membranas de nanofibras con base en polisulfona (PSU) y óxido de grafeno (OG).

## 2. METODOLOGÍA

### 2.1 Materiales y Reactivos

Se emplearon como reactivos Polisulfona (PSU,  $M_n=3,500$  g/mol) UDEL-P3500@ proporcionada por Solvay Specialty Polymers, N-metil-pirrolidona (NMP) por Fisher Scientific (grado ACS), N,N-dimetil-formamida (DMF) por Fermont (grado ACS) y óxido de grafeno por Supermarket (diámetro de 90 nm y espesor 1nm).

### 2.2 Electrospinning

Las membranas de PSU de fibras ultrafinas se obtuvieron a partir del método de electrospinning. Las soluciones de PSU (20% m/m) se obtuvieron disolviendo PSU comercial en solvente con agitación continua por 24 h a una temperatura de 60 °C. La relación de disolventes utilizada fue 70% NMP/30% DMF. Posteriormente, se adicionó 0.15% en peso de OG y se agitó mecánicamente durante 15 minutos. El equipo de electrospinning es de diseño propio (CINVESTAV), y cuenta con una bomba de flujo y un colector rotatorio que son controlados por fuentes de poder análogos. El electrospinning permitió la formación de fibras a través de una carga eléctrica a la solución polimérica de PSU. La solución se introdujo en una jeringa de 5ml con una aguja metálica (diámetro interno de 0.21 mm). Los flujos de la solución corresponden a los voltajes a 3.5 V y 5 V de la fuente de poder que controla a la bomba de flujo. Un voltaje de 20 kV y 25 kV se aplicó a la aguja. Como consecuencia de su polarización electrostática se forma una gota cónica llamada cono de Taylor. La carga sobrepasa la tensión superficial de la solución y emite un hilado que viaja directamente a la región de bajo potencial, en este caso el colector metálico

conectado a tierra. (Figura 1) El colector cilíndrico (17x21 cm) se cubrió de aluminio y se mantuvo a una distancia de 15 cm y 10 cm. La velocidad del colector mantuvo un movimiento rotatorio constante a 5 V y 10 V de la fuente de poder que lo controla. La membrana se dejó secando en una campana de extracción por 24 h a temperatura ambiente para eliminar residuos de solvente.

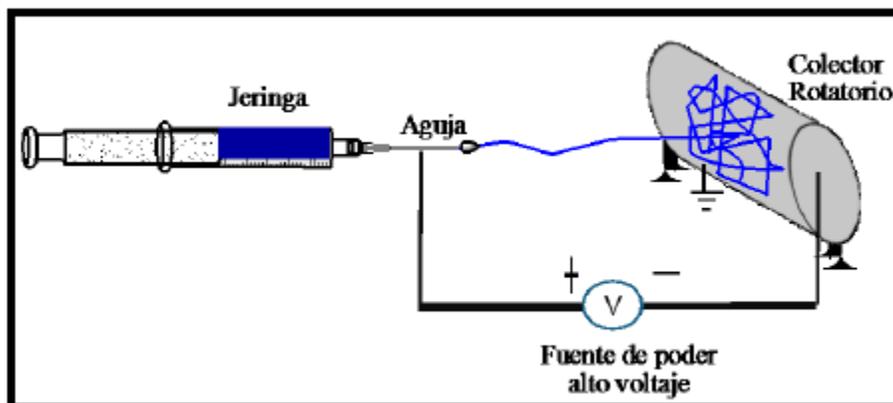


Figura 1. Esquema de electrospinning.

La morfología de la superficie de la membrana se estudió por microscopía electrónica de barrido (SEM, QUANTA 200, ESEM FEI Co.), en condiciones de bajo vacío y las muestras metalizadas con una capa fina de oro por un tiempo de 25 s con una corriente de 40 mA con el objetivo de aumentar la conductividad de la muestra. La hidrofobicidad de las membranas se determinó midiendo el ángulo de contacto usando un goniómetro (Biolin Scientific, Theta Lite) analizado por el software One Attention. La evaluación de la membrana se realizó con una celda de filtración (Amicon8400 de Millipore,) con un área activa de la membrana de 0.0045 m<sup>2</sup>, la evaluación se realizó a presiones de 10, 20, 30 y 40 psi para obtener la resistencia hidráulica. Este parámetro se obtuvo a partir de la aplicación de la Ley de Darcy a los datos de presión y flujo obtenidos experimentalmente. Esta ley se expresa en la ec. (1) que relaciona el flujo del permeado J como razón entre la diferencia de presiones (presión aplicada  $\Delta P$  y presión osmótica  $\Delta \Pi$ ) y, la viscosidad  $\mu$  y la resistencia hidráulica RH.

$$J = \frac{\Delta P - \Delta \Pi}{\mu RH} \quad (1)$$

En la Tabla 1 se muestran las condiciones en que se obtuvieron las muestras de membranas.

*Tabla 1. Condiciones en que se obtuvieron las muestras evaluadas.*

Muestra	PSU (% m/m)	Distancia colector-aguja (cm)	Voltaje (kV)	Voltaje del colector (V)	Voltaje de bomba de flujo (V)
A	20/0.15	15	20	10	5
B	20/0.15	10	25	5	3.5

### 3.RESULTADOS Y ANÁLISIS

#### 3.1 Morfología

Las nanofibras de las membranas muestran una distribución aleatoria y con una estructura de alta porosidad (Figura 2). Las membranas A y B se diferencian en cada uno de los parámetros de obtención como se mencionó en la tabla 1. A partir de la variación de los parámetros de síntesis se observa que a mayor flujo, mayor distancia y menor voltaje, como lo es la membrana A, se obtiene un mayor diámetro de las fibras, sin embargo se presentan dobleces de las fibras. A diferencia de la membrana B, se observa una mayor distribución en las fibras y presenta diámetros más homogéneos.

El OG aparentemente no muestra diferencia alguna en la obtención de las membranas, probablemente ocurrió una deficiente dispersión del OG en la solución polimérica lo que no permitió que se incorporara eficientemente. Al no haber una buena incorporación de las partículas del OG en el polímero, al cargarse la solución polimérica en lugar de hilarse, caían por la gravedad de su peso ya que la aglomeración del material era grande.

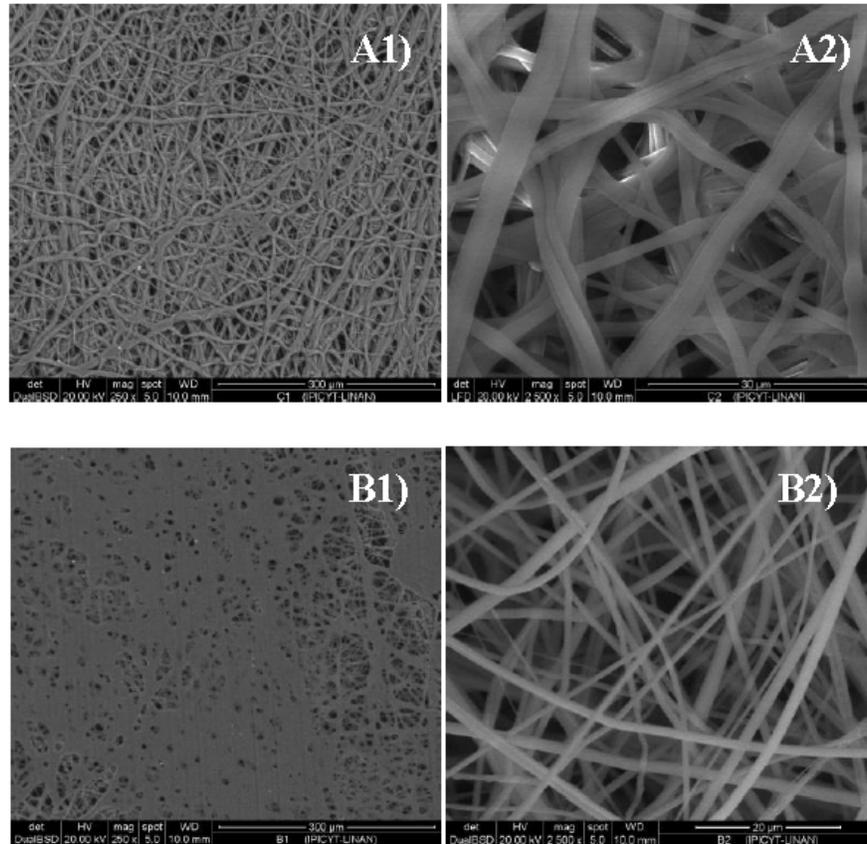


Figura 2. Imágenes de SEM de A1) Superficie lisa de la membrana, A2) Parte fibrosa de la membrana B1) Superficie lisa de la membrana, B2) Parte fibrosa de la membrana.

### 3.2 Hidrofobicidad

La naturaleza hidrófoba de las membranas es función de la superficie química y de la rugosidad. En la figura 3b se observa una ligera diferencia entre la esfericidad de las gotas de agua respecto a la figura 3a, esto se reafirma con los valores de la tabla 2 en el que la membrana A tiene un ángulo de contacto de  $111.05^\circ$  y la membrana B cuenta con  $108.48^\circ$ .

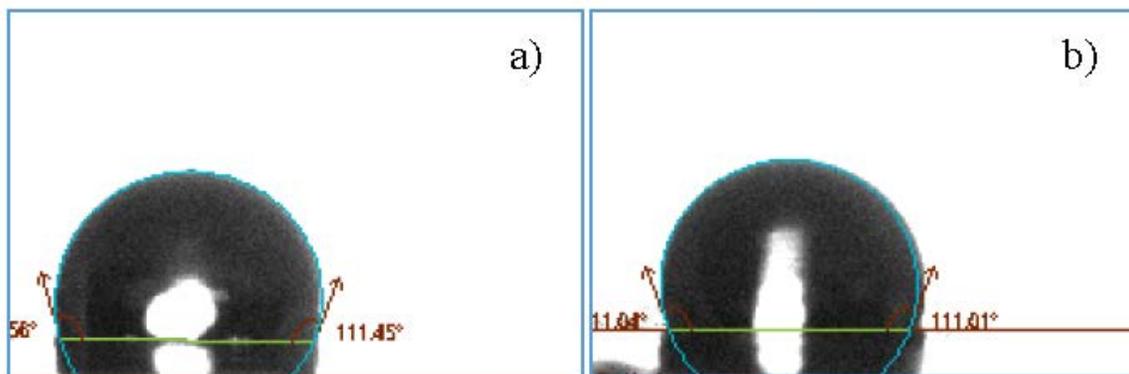


Figura 3. Ángulos de contacto a) membrana B y b) membrana A

Esta diferencia se debe a que la membrana A al tener una mayor área de contacto con los dobletes originados en el proceso de electrospinning y con diámetros mayores de fibras tiene una mayor área de contacto por lo tanto un mayor ángulo de contacto, a diferencia de la membrana B la cual presenta una distribución más aleatoria de las fibras con diámetros más pequeños sin embargo espacios inter fibrales más grandes.

Tabla 2. Mediciones de ángulo de contacto con agua

Replicas	Membrana A	MembranaB
1	115.28	100.03
2	105.66	112.8
3	111.06	110.42
4	108.58	109
5	114.68	110.15
<b>Promedio</b>	<b>111.05</b>	<b>108.48</b>

### 3.3 Pruebas de filtración

Se evaluaron las membranas sintetizadas usando a manera de soporte, membranas comerciales Millipore de celulosa con un peso molecular de corte de 100 kDa y 1 kDa. El soporte se utilizó por la baja resistencia mecánica que tenían las membranas sintetizadas, evitando rupturas y así evaluar su desempeño.

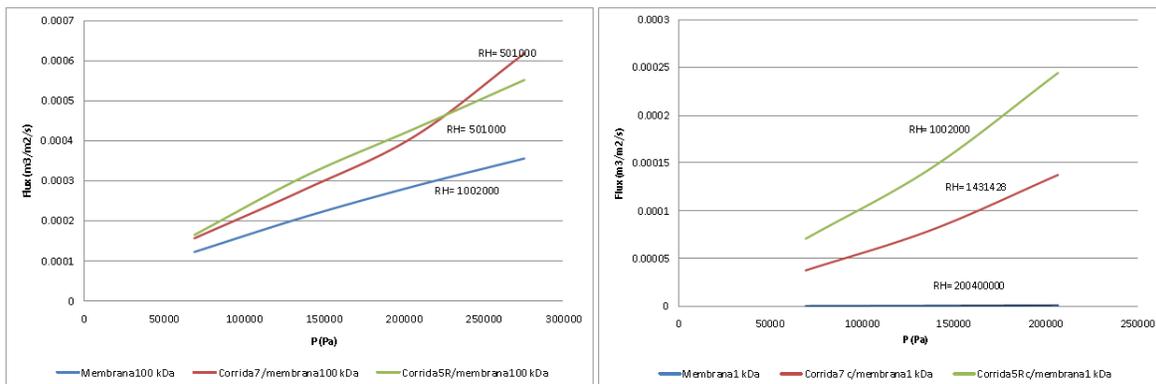


Figura 3. Evaluación de la membrana en cel da de ultrafiltración Amicon 8400 a) membrana con soporte de 100 kDa y b) membrana con soporte de 1 kDa.

En la figura 3-a) se utilizó una membrana de 100 kDa como soporte, en la cual se aprecia que tanto la membrana B como la membrana A muestran una tendencia similar sin una



aparente diferencia significativa en la influencia del flujo del permeado respecto a la presión, por lo tanto su resistencia hidráulica es muy similar. Sin embargo en la figura 3-b) se observa que la membrana B muestra una resistencia hidráulica de  $14.3 \cdot 10^5 \text{ m}^{-1}$ , lo cual es poco más del 43% mayor que el valor de la membrana A con  $10.2 \cdot 10^5 \text{ m}^{-1}$ . La diferencia que presentan ambas membranas entre sí, no se puede atribuir totalmente a la porosidad debido a que están soportadas, sin embargo podría considerarse como una variable que influye para esta propiedad.

#### 4. CONCLUSIONES

Las membranas hidrofóbicas obtenidas por electrospinning mostraron diferentes resistencias hidráulicas.

Los parámetros de síntesis influyen directamente en las características de las membranas, de tal manera que mayor flujo, menor distancia y mayor voltaje dan lugar a diámetros más homogéneos de fibras y mayor distribución en la membrana. Las membranas mantuvieron el carácter hidrofóbico por la polisulfona, y posiblemente el óxido de grafeno no se dispersó adecuadamente en las membranas, con posibles aglomeraciones que no eran visibles en la zona estudiada.

Las membranas obtenidas parecen viables a ser utilizadas en la destilación por membrana.

#### 5. REFERENCIAS

1. *Progress on Drinking Water and Sanitation – 2014 update*. WHO-UNICEF. 2014, WHO Library Cataloguing-in-Publication Data, pág. 6.
2. UNESCO, WMO, IAEA. *The state of Resource. Water, a share responsibility*. Paris, France : World Water Assessment Programme, 2006, 4.
3. *Science and technology for water purification in the coming decades*. Mark A. Shannon, Paul W. Bohn, Menachem Elimelech, et al. s.l. : Nature Publishing Group, 2008, Vol. 452.
4. *Advances in seawater desalination technologies*. Akili D. Khawajia, Ibrahim K. Kutubkhanah, Jong-Mihn Wie. Saudi Arabia : Elsevier, 2008, Desalination, Vol. 221, págs. 47-69.
5. *Membrane desalination*. Kevin W. Lawson, Douglas R. Loyd. s.l. : Elsevier, 1997, Journal of Membrane of science, Vol. 124, págs. 1-25.



## MODELAMIENTO Y SIMULACIÓN TRIDIMENSIONAL DE MÓDULOS DE MEMBRANA EN ESPIRAL CON ESPACIADORES MULTICAPA

Luis Mario González Rodríguez<sup>a,b\*</sup>, Fernando Tiscareño Lechugaa

<sup>a</sup>Departamento de Ingeniería, Instituto Tecnológico de Celaya, Av. Tecnológico y Antonio García Cubas s/n, Celaya, Guanajuato, 38010, MÉXICO.

<sup>b</sup>Unidad Profesional Interdisciplinaria Campus Zacatecas, Instituto Politécnico Nacional, Blvd. del Bote S/N Cerro del Gato Ejido La Escondida, Col. Ciudad Administrativa, Zacatecas, Zacatecas, 98160, MÉXICO.

[\\*lmgr49@gmail.com](mailto:lmgr49@gmail.com)

### RESUMEN

*En este trabajo se estudian configuraciones de espaciadores de tres capas para canales de alimentación de módulos de membrana en espiral mediante un modelo tridimensional. Los resultados de las simulaciones indican que las complejas estructuras de flujo generadas por la presencia de los espaciadores favorecen la transferencia de masa en las cercanías de las hojas de membrana. Al hacer un comparativo contra configuraciones convencionales de dos capas, se encontró que arreglos de tres capas con grados de inmersión de los espaciadores circulares de 0.5, 0.6 y 0.7 presentan coeficientes de transferencia de masa promedio superiores, lo que sugiere una factible implementación de este tipo de configuraciones en módulos de membrana a escala real.*

**Palabras clave:** Módulo de membrana en espiral, espaciadores multicapa, simulación tridimensional.

### 1. INTRODUCCIÓN

Una limitación inherente en el uso de procesos de membrana, para el tratamiento de agua o aguas residuales (entre otros), es la polarización de la concentración o acumulación de solutos sobre la superficie de la membrana. La polarización de la concentración (PC) puede agudizar otras formas de taponamiento de la membrana como la formación de incrustaciones por sales minerales poco solubles y la formación de torta por material orgánico, coloidal y por bacterias<sup>1</sup> (Subramani, 2006). Las mallas de espaciadores en los módulos de membrana en espiral (MME) tienen la función de brindar estabilidad mecánica al módulo separando las hojas de membrana, así como alterar la hidrodinámica del sistema dentro del canal con la finalidad de reducir la PC. Surge entonces la optimización de los parámetros geométricos de los espaciadores que conforman los canales de los módulos como una alternativa para inhibir el taponamiento de las membranas.

Existen trabajos que proponen configuraciones de espaciadores multicapa con base en modelos bidimensionales<sup>2,3,4</sup> con arreglos de espaciadores tipo escalera (ladder type spacers). Sin embargo, en equipos industriales se utilizan arreglos tipo diamante (diamond type spacers) en los que los filamentos se disponen de tal manera que se forman mallas de espaciadores, las cuales pueden ser tejidas (woven) o superpuestas (non woven). Con el fin de obtener mejores estimados sobre la factibilidad de implementar este tipo de configuraciones, en el presente trabajo se analizan arreglos tipo diamante de tres capas de espaciadores mediante un modelo tridimensional y se realiza un comparativo con arreglos convencionales de espaciadores de dos capas en forma de malla tejida y superpuesta.

## 2. METODOLOGÍA

La Figura 1 presenta la geometría base para los arreglos de espaciadores de tres capas utilizada en este estudio, la cual se basa en el concepto de celda unitaria, compuesta por dos capas de espaciadores circulares y una capa intermedia de filamentos elípticos. Las capas de filamentos circulares forman un arreglo tipo diamante con un ángulo de separación de  $90^\circ$ . El ángulo de ataque de flujo es de  $45^\circ$ . La capa intermedia se sitúa de manera transversal a la dirección principal del flujo. La longitud de separación entre espaciadores es de 4 mm para los filamentos elípticos y de 8 mm para los filamentos circulares. Las dimensiones de la celda son de 8x8 mm y la altura del canal igual a 1mm. Los parámetros geométricos manipulados son el grado de inmersión $\psi$ , y el diámetro de los filamentos circulares. La relación de tamaño de ejes de los filamentos elípticos es igual a 5. En la Figura 2 se presentan las configuraciones convencionales de dos capas de espaciadores utilizadas para efectos comparativos. Los parámetros geométricos se resumen en la Tabla 1.

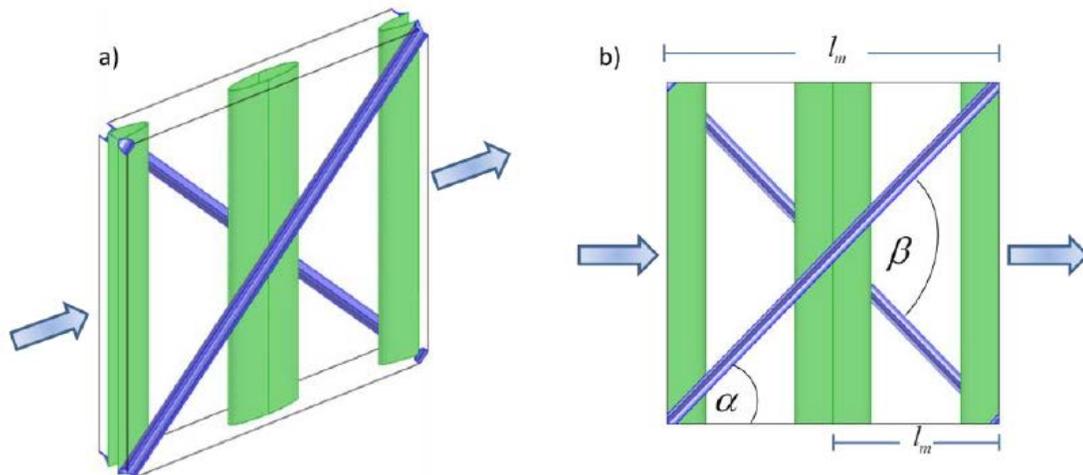


Figura 1. Celda unitaria con espaciadores multicapa. a) vista 3D; b) vista superior.

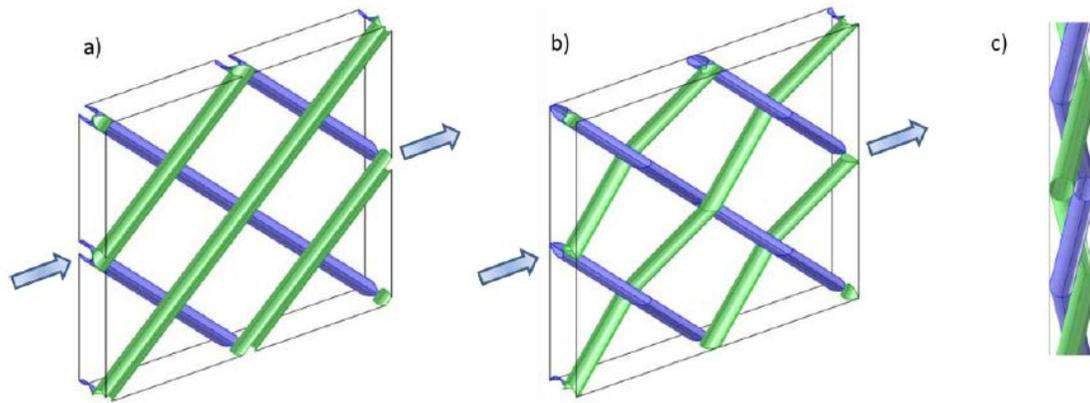


Figura 2. Celda unitaria con espaciadores convencionales de dos capas. a) Malla superpuesta; b) Malla tejida; c) Vista lateral malla tejida

Tabla 1. Parámetros geométricos de las celdas unitarias con tres capas de espaciadores.

Longitud de la celda, $L_{cell}$	8 mm
Ancho de la celda, $W_{cell}$	8 mm
Altura de la celda $h_{cell}$	1 mm
Separación entre espaciadores elípticos, $l_m$	4 mm
Separación entre espaciadores circulares, $l_m$	8 mm
Diámetro de filamentos circulares, $d_f$	(0.45, 0.42, 0.39) mm
Grado de inmersión de filamentos circulares, $\psi$	(0.9, 0.8, 0.7, 0.6, 0.5)
Relación de tamaño de ejes de filamentos elípticos, $a_E/a_e$	5
Ángulo de ataque de flujo, $\alpha$	45°
Ángulo de separación entre filamentos circulares, $\beta$	90°

Los perfiles de velocidad y de masa se obtienen a partir de las ecuaciones de Navier-Stokes, de continuidad y de convección-difusión en 3 dimensiones y en estado estacionario.

$$\rho(\mathbf{u} \cdot \nabla \mathbf{u}) - \nabla \cdot (\eta \nabla \mathbf{u}) = -\nabla P_R \tag{1}$$

$$\nabla \cdot \mathbf{u} = 0 \tag{2}$$

$$\mathbf{u} \cdot \nabla C_R - \nabla \cdot (D \nabla C_R) = 0 \tag{3}$$

Para describir las condiciones de frontera utilizadas se hace uso de la Figura 3. Para el balance de momentum se identifican dos condiciones periódicas. La primera condición de periodicidad es en la dirección principal de flujo representada por las fronteras A y B, fronteras que corresponden a la entrada y salida de la celda respectivamente. La segunda condición de periodicidad aparece en las caras laterales de la celda, fronteras C y D. Las condiciones de periodicidad se expresan mediante diferencias de presión entre las fronteras fuente y las fronteras destino. Las condiciones en las paredes de los espaciadores (Frontera E) son de no deslizamiento. Finalmente, en la Frontera F que corresponde a las hojas de

membrana, se consideran como paredes impermeables, por lo tanto la condición de frontera es de no deslizamiento y no de una velocidad de salida de solvente. La consideración anterior se basa en el fundamento teórico para poder aplicar las condiciones de periodicidad, el cual establece que es necesario no existan entradas o salidas de materia, es decir, el flujo de entrada sea el mismo al flujo de salida. En el caso del balance de masa, a diferencia del balance momentum, sólo existe condición de periodicidad en las caras laterales de la celda (fronteras C y D), mientras que en la dirección principal del flujo (fronteras A y B) no existe periodicidad debido a la transferencia de masa entre las zonas de alta concentración en la superficie de las hojas de membrana y la concentración de alimentación. De esta forma se establece una concentración de entrada en la Frontera A, una condición de flux convectivo de salida en la Frontera B. En las paredes de los espaciadores (Frontera E), las condiciones son de simetría. Para las hojas de membrana es necesario imponer una concentración en la superficie,  $w_C$  (dissolving wall boundary condition) en lugar de una condición de flux de salida. Dicha consideración se debe a que en el balance de momentum no existe una condición de flux o velocidad de salida de solvente y por lo tanto la concentración en la superficie no puede calcularse directamente. Para este caso se supone que la concentración en la superficie es 2 veces la concentración de alimentación.

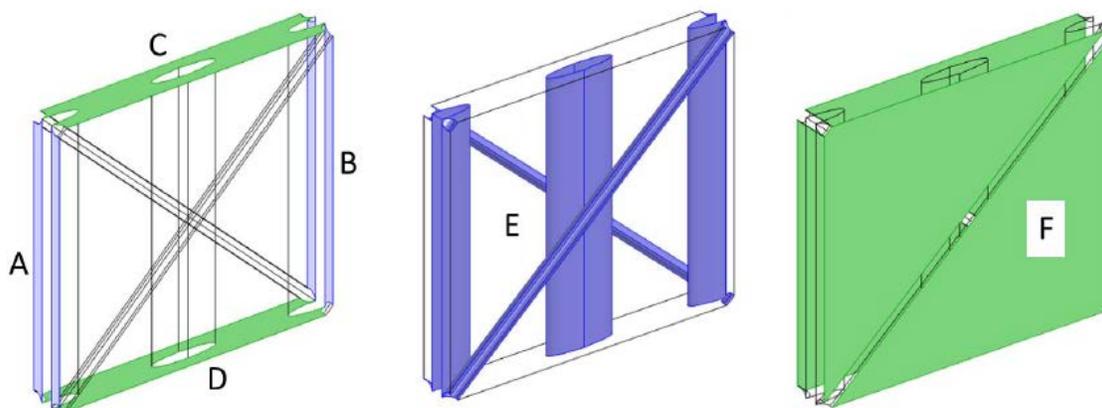


Figura 3. Condiciones de frontera empleadas en las celdas unitarias.

El caso de estudio es la separación de una solución de agua y cloruro de sodio mediante ósmosis inversa. El modelo fue resuelto con la versión 4.0a del software Comsol Multiphysics® mediante elemento finito. Se utilizó una técnica de malleo conocida como boundary layer mesh, con la cual se logra un refinamiento de la malla en las proximidades de las hojas de membrana. El número total de elementos de las mallas generadas oscila entre los 800,000 y 1,000,000 aproximadamente.

### 3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

Para realizar el análisis sobre las estructuras de flujo y transferencia de masa se toma como ejemplo la configuración de tres capas de espaciadores con grado de inmersión de 0.7, diámetro de filamentos circulares de 0.45mm, relación de tamaño de ejes de filamentos elípticos de 5 y número de Reynolds hidráulico de 200.

En la Figura 4 se presentan los perfiles de velocidad de la celda ejemplo de estudio. Para facilitar la comprensión de las estructuras de flujo se presentan cortes en dirección  $x$  y en dirección  $z$ . El recuadro I de la Figura 4 a) muestra un perfil de velocidad en dirección axial en donde la presencia del filamento intermedio (elíptico) divide el flujo principal en dos partes y lo redirecciona hacia las paredes donde se alcanzan las velocidades máximas dentro de la celda. Una vez que el fluido supera el espaciador intermedio, las corrientes separadas se unen nuevamente y pasan sobre el espaciador circular donde se aprecia otro aumento considerable en la velocidad. Este perfil se presenta únicamente en la zona más alejada del cruce entre los espaciadores elípticos y los espaciadores circulares. Con el recuadro II y III de la Figura 4 a) y b), se aprecian los perfiles de velocidad aguas arriba y aguas abajo del cruce de los espaciadores circulares con el espaciador elíptico respectivamente. Aguas arriba del cruce de espaciadores, la corriente dividida proveniente del espaciador elíptico anterior se reencuentra, sin embargo, producto de la completa obstrucción del cruce de los tres espaciadores, el flujo se redirige hacia lo ancho del canal lo que provoca la formación de una amplia zona de estancamiento o recirculación de baja velocidad.

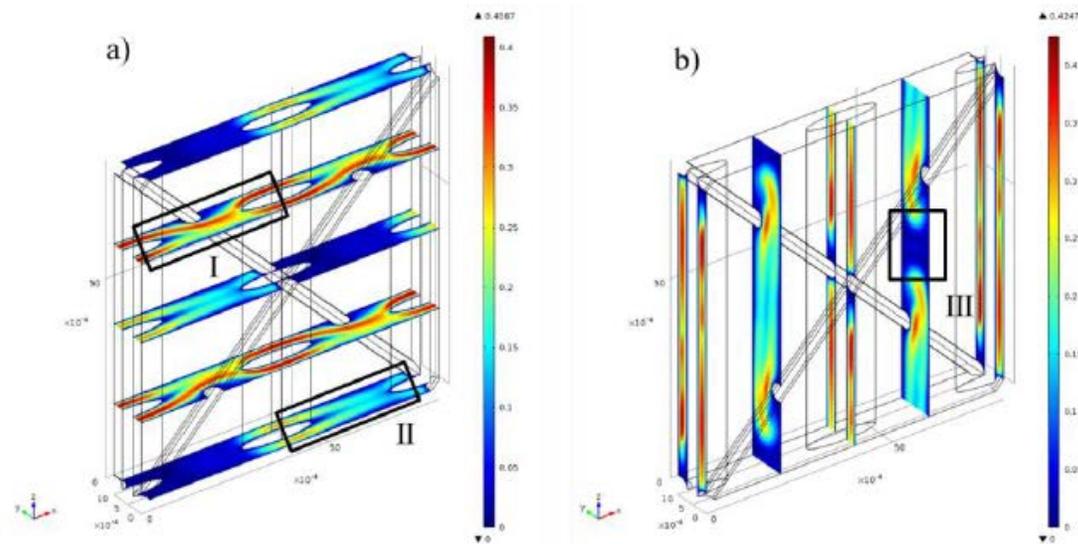


Figura 4. Perfiles de velocidad (m/s) para una configuración de espaciadores de tres capas. a) Cortes en dirección  $z$ ; b) cortes en dirección  $x$ .

Mediante la Figura 5 es posible apreciar como las líneas de corriente se desplazan en la dirección principal del flujo y, producto del arreglo tipo diamante de los espaciadores circulares cambian de dirección a lo ancho y también respecto a la altura de la celda; la presencia de los espaciadores elípticos redirecciona el flujo hacia las paredes de la celda. Esta compleja estructura de flujo favorece el incremento de la velocidad en ciertas zonas, sin embargo, se detectaron zonas de estancamiento aguas abajo de los puntos de intersección entre los filamentos elípticos y circulares. Las zonas de alta velocidad favorecen el incremento del corte en la superficie de las hojas de membrana y por lo tanto un aumento en el coeficiente de transferencia de masa, mientras que, las zonas de estancamiento contribuyen a un decremento tanto del esfuerzo de corte así como del coeficiente de transferencia de masa como se muestra en la Figura 6.

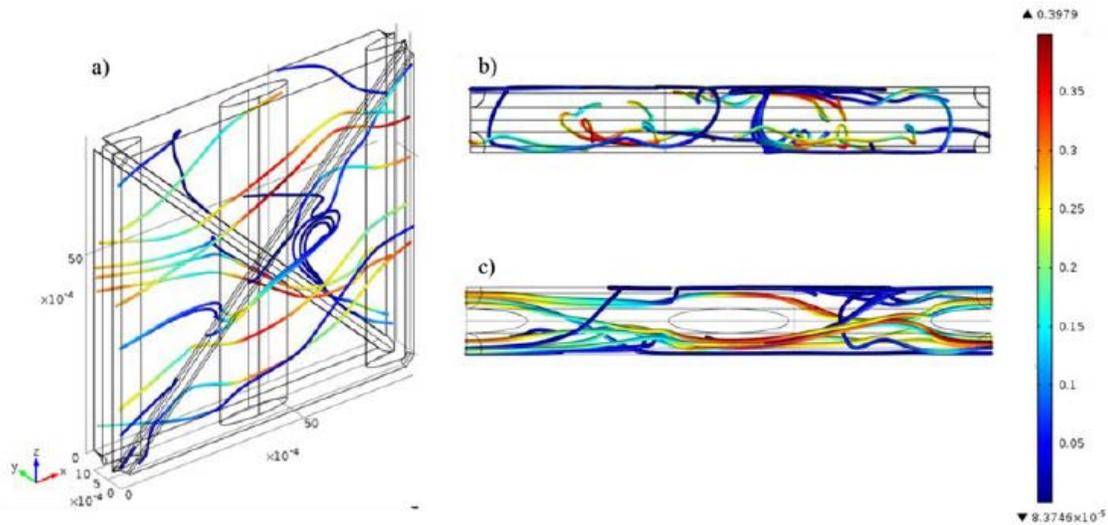


Figura 5. Líneas de corriente (m/s) para una configuración de espaciadores de tres capas. a) Vista tridimensional; b) vista frontal plano  $y - z$ ; c) vista lateral plano  $x - y$ .

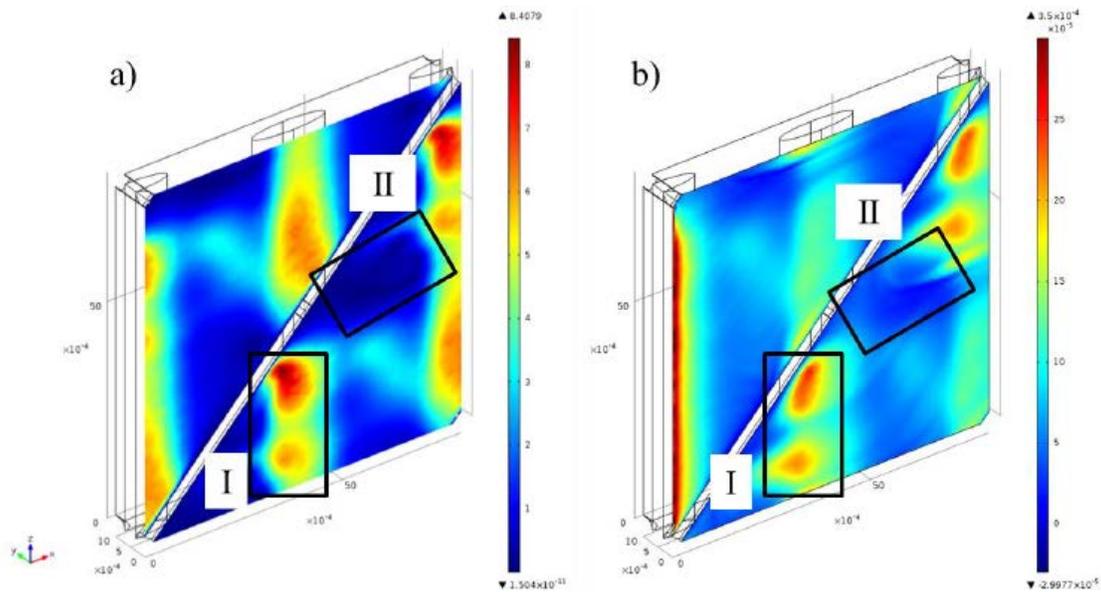


Figura 6. Perfiles sobre la superficie de las hojas de membrana a) Esfuerzo de corte (Pa); b) coeficiente de transferencia de masa (m/s).

La Figura 7 compara los coeficientes de transferencia de masa promedio entre configuraciones de espaciadores de tres capas con diferentes grados de inmersión,  $\psi$ , contra las configuraciones convencionales de dos capas de espaciadores circulares (superpuesta y tejida). El gráfico revela que la malla tejida exhibe los coeficientes de

transferencia de masa promedio menores. Las configuraciones de tres capas con grados de inmersión de 0.9, 0.8 y 0.7 presentan coeficientes de transferencia de masa muy similares a los de la configuración de dos capas de filamentos circulares superpuestos. La configuración de tres capas con grado de inmersión de 0.6 presenta valores ligeramente superiores a los de la configuración de dos capas, la diferencia entre la magnitud del coeficiente se incrementa con el  $Re_h$ . Finalmente, la configuración de tres capas con grado de inmersión de 0.5 exhibe coeficientes de transferencia de masa promedio de hasta 2.3 veces los mostrados por las configuraciones convencionales de dos capas.

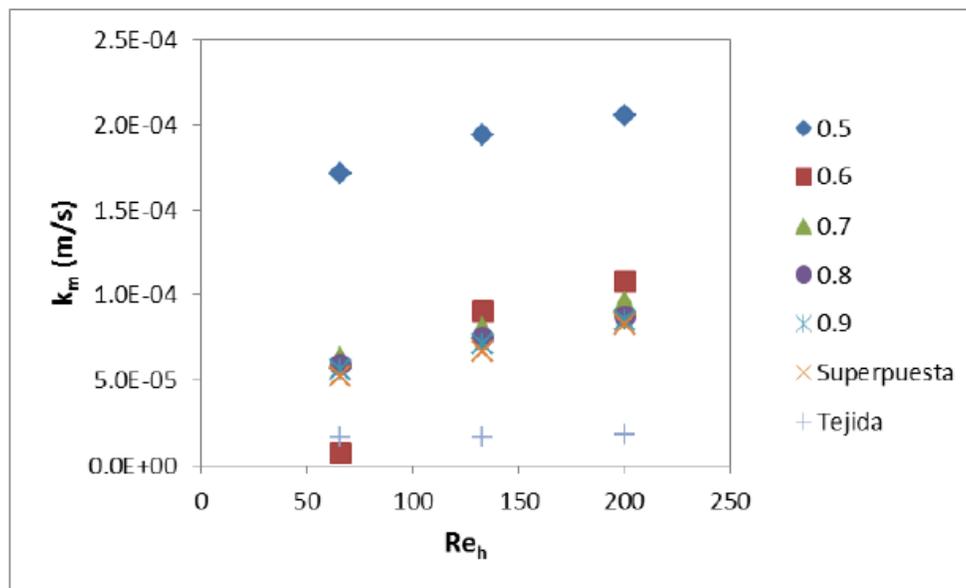


Figura 7. Coeficientes de transferencia de masa promedio (m/s) para configuraciones de tres capas de espaciadores con grados de inmersión,  $\psi = 0.5 - 0.9$ , y configuraciones convencionales de dos capas (superpuesta y tejida).

Los elevados coeficientes de transferencia de masa promedio que presentaron las configuraciones de tres capas de espaciadores se atribuyen a que el tamaño de las zonas de alta transferencia de masa (sobre los espaciadores elípticos) sobrepasa a las zonas de baja transferencia de masa aguas abajo del cruce de los espaciadores elípticos y circulares. También se puede atribuir a que, al disminuir el grado de inmersión de los espaciadores circulares, se reduce el tamaño de las zonas de estancamiento y de los picos de concentración aguas abajo de los espaciadores circulares<sup>4</sup>.

#### 4. CONCLUSIONES

En el presente trabajo se estudiaron configuraciones de tres capas espaciadores para canales de alimentación de módulos de membrana en espiral mediante un modelo tridimensional basado en el concepto de celda unitaria. Las celdas se conformaron por dos capas de filamentos circulares (tipo diamante) y un filamento elíptico intermedio y transversal a la dirección principal del flujo.



Las simulaciones realizadas muestran que arreglos de espaciadores de tres capas incrementan la velocidad de corte en ciertas zonas de la superficie de las hojas de membrana lo que favorece la transferencia de masa en los canales. Los resultados también exhibieron la formación de áreas de estancamiento o recirculación que disminuyen el esfuerzo de corte y por ende la transferencia de masa en la cercanía de las paredes de los canales o celdas.

Se encontró que configuraciones de tres capas de espaciadores con grados de inmersión de 0.5, 0.6 y 0.7 presentan coeficientes de transferencia de masa promedio superiores a las configuraciones convencionales de dos capas de espaciadores circulares lo que reduce el fenómeno de polarización de la concentración y tendencia al taponamiento de los módulos de membrana en espiral. Lo anterior sugiere que los arreglos multicapa tienen potencial para una factible implementación en MME en escala real.

## 10. REFERENCIAS

- 1 Subramani, A., Kim, S., & Hoek, E. (2006). Pressure, flow and concentration profiles in open and spacer filled membrane channels. *Journal of Membrane Science*, 277, 7-17.
- 2 Schwinge, J., Wiley, D.E., Fane, A.G. “Novel spacer design improves observed flux”, *Journal of Membrane Science*, 229, p. 53-61, 2004.. van der Geer, J.A.J. Hanraads, R.A. Lupton, J. *Sci. Commun.* 163 (2010) 51–59.
- 3 Fimbres-Weihs, Wiley, D.E. “Numerical study of two-dimensional multi-layer spacer designs for minimum drag and maximum mass transfer”, *Journal of Membrane Science*, 325, p. 809-822, 2008.
- 4 González-Rodríguez L.M., Tiscareño-Lechuga F. “Optimización geométrica de espaciadores multicapa en canales de alimentación de módulos de membrana”. En el XXXII Encuentro Nacional y 1er Congreso Internacional de la Asociación Mexicana de Investigación y Docencia en Ingeniería Química.

