



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

ISSN: 2395-8650



**CONACYT**  
Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología

## DIRECTORIO

Dr. Enrique Luis Graue Wiechers

*Rector*

Dr. Leonardo Lomelí Vanegas

*Secretario General*

Dr. William Henry Lee Alardín

*Coordinador de la Investigación Científica*

Dr. José Israel Betancourt Reyes

*Director del Instituto de Investigaciones en Materiales*

### **Editores Responsables**

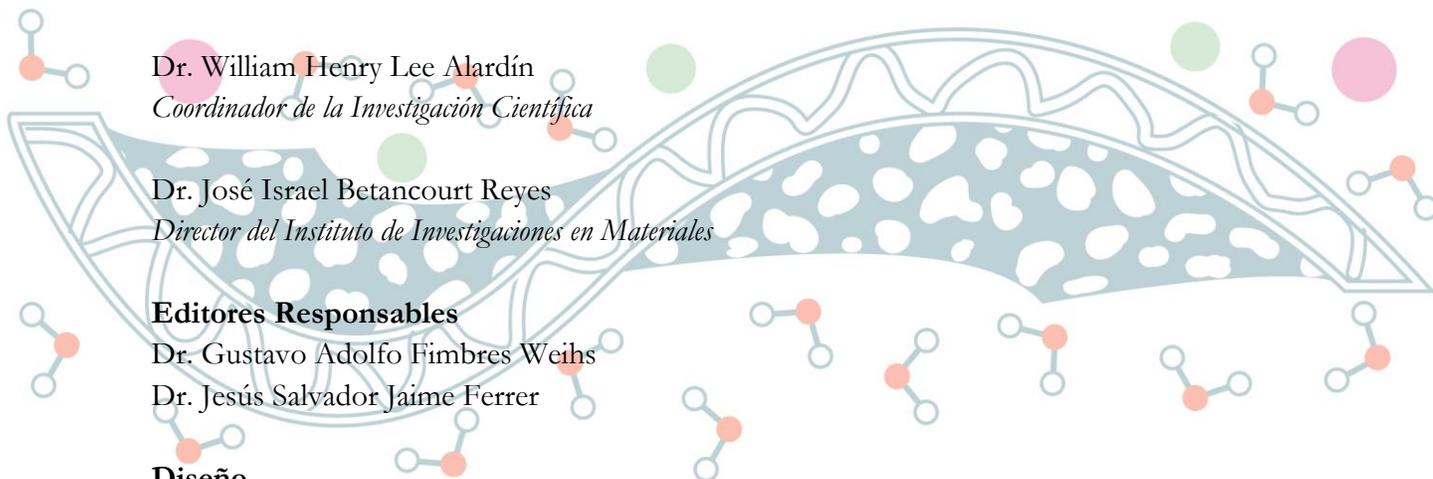
Dr. Gustavo Adolfo Fimbres Weihs

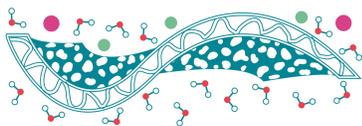
Dr. Jesús Salvador Jaime Ferrer

### **Diseño**

Dr. Gustavo Adolfo Fimbres Weihs

Dr. Walter Noé Velázquez Arjona





### Comité Directivo

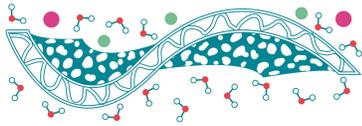
- Dr. Jesús Salvador Jaime Ferrer (CIATEC), *Presidente*
- Dra. Beatriz Torrestiana Sánchez (ITV), *Vicepresidenta*
- Dra. Jennifer Alexis Bañuelos Díaz (IMTA), *Tesorera*
- Dra. Mayra Polett Gurrola (CONACYT – IT Chetumal), *Secretaria de Eventos*
- Dr. Gustavo Adolfo Fimbres Weihs (The University of Sydney), *Secretario de Difusión*

### Comité Organizador

- Dr. Walter Noé Velázquez Arjona (CIDETEQ), *Presidente*
- Dra. Minerva Guerra Balcázar (UAQ), *Vicepresidenta*
- Dra. Alejandra Álvarez López (UAQ), *Secretaria General*
- Dr. Luis Gerardo Arriaga (CIDETEQ), *Coordinador de Conferencias Plenarias*
- Dra. Janet Ledesma García (UAQ), *Coordinadora del Comité Científico y Temáticas Científicas*
- Dra. Mayra Polett Gurrola (IT Chetumal), *Coordinadora de Protocolo*
- Dra. Sandra Rivas Gándara (UAQ), *Coordinadora Financiera*
- Dr. Eduardo Arturo Elizalde Peña (UAQ), *Coordinador de Actos Sociales*

### Comité Científico

- Dra. Rosa María Gómez Espinosa (Centro Conjunto de Investigación en Química Sustentable UAEM-UNAM)
  - Dr. Sergio Miguel Durón Torres (Universidad Autónoma de Zacatecas)
  - Dra. Jennifer Alexis Bañuelos Díaz (IMTA)
  - Dr. Marco Antonio Chávez Rojo (Universidad Autónoma de Chihuahua)
  - Dr. Juan José Quiroz Ramírez (CIATEC)
  - Dr. Ricardo Antonio Escalona Villalpando (UAQ)
  - Dra. Lilian Irais Olvera Garza (Instituto de Materiales de la Universidad Autónoma de México)
  - Dra. Alejandra Martín Domínguez (IMTA)
  - Dra. Liliana Villafaña López (CIATEC)
  - Dra. Mayra Polett Gurrola (IT Chetumal)
-



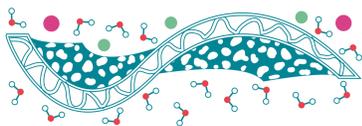
## AGRADECIMIENTOS

El comité organizador del IX Congreso Anual de la Sociedad Mexicana de Ciencia y Tecnología de Membranas A.C., agradece al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) a través de la convocatoria **Apoyo a Congresos DADC 2020** por apoyar la realización de este evento bajo el proyecto número **310926** “*Apoyo para el fortalecimiento y crecimiento del IX Congreso Anual de la Sociedad Mexicana de Ciencia y Tecnología de Membranas*”.



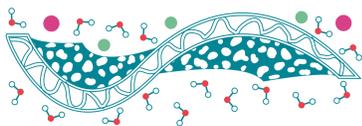
El IX Congreso Nacional de la Sociedad Mexicana de Ciencia y Tecnología de Membranas fue auspiciado por las siguientes Instituciones:



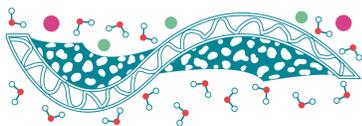


## ÍNDICE

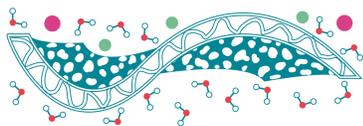
Presentación	7
<b>Removal of tetracycline in water by ceramic membranes impregnated with gelatin</b>	9
<i>V. Pérez-Moreno, M.P. Belleville, J. Sánchez-Marcano, J.A. Rodríguez-Morales, M.A. Rico-Rodríguez, M.A. Ramos-López</i>	
<b>Síntesis de membranas de intercambio aniónico de poliepiclorhidrina y poliacrilonitrilo por electrohilado para electrodiálisis inversa</b>	11
<i>E.C. Rentería Martínez, J.A. Reyes-Aguilera, J.S. Jaime Ferrer, L. Villafaña López</i>	
<b>Membranas catalíticas de PAMPS-<i>b</i>-PHEMA entrecruzadas para la producción de biodiesel</b>	14
<i>M.S. Correa Durán, M.J. Aguilar Vega, M.O. González Díaz</i>	
<b>Biocompatibilidad de membranas de mezclas de PVA/PAMPS de superficie microporosa</b>	17
<i>A.P. Varguez Catzím, N. Rodríguez Fuentes, M. Aguilar Vega, M.O. González Díaz</i>	
<b>Limpieza de membranas de osmosis inversa utilizadas en la purificación de agua potable</b>	20
<i>C.L. Martínez Díaz, D. Soto González, J.S. Jaime Ferrer, L. Villafaña López</i>	
<b>Preparación de membranas a partir de mezclas de PFS:PFSS para producción de biodiesel</b>	23
<i>E. Gómez-Trejo López, M.J. Aguilar Vega, M.O. González Díaz</i>	
<b>Efecto de la inclusión de puntos cuánticos de carbono provenientes de alimentos en quitosano para la formación de membranas</b>	25
<i>J.H. Vargas Méndez, R.M. Gómez Espinosa, D. Arizmendi Cotero</i>	
<b>Modelamiento y simulación en CFD de un sistema de destilación por membranas de contacto directo para desalinización</b>	28
<i>J.S. Buitrago Ortiz, J.C. Martínez Alvarado, R.J. Rodríguez de la Vega</i>	
<b>Efecto del injerto de 1-hexeno en membranas de polipropileno sobre la transferencia de masa y energía durante el proceso de destilación por membranas</b>	30
<i>I.D. Luna Santander, R.M. Gómez Espinosa, B. Torrestiana Sanchez</i>	



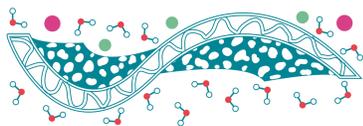
<b>Desarrollo de membranas de polietilenimina y Fumion® para celdas de combustible alcalinas</b>	32
<i>L.J. Salazar-Gastélum, B.Y. García-Limón, S.W. Lin, R.M. Félix-Navarro, M.I. Salazar-Gastélum, T. Romero-Castañón, S. Pérez-Sicairos</i>	
<b>Membrana nanocompuesta para contención de dimetil disulfuro (DMDS) usado como fumigante de suelo</b>	35
<i>M. Ibarra-Palomares, E.A. Rivera Paz, R. Flores-Rámirez, G. Terán-Escobar, Z.V. Quiñones-Jurado</i>	
<b>Síntesis de polímeros y fabricación de membranas suspendidas para el desarrollo de biosensores optomicrofluídicos</b>	37
<i>H.G. Cortes-Cano, J. Herrera-Celis, L.I. Olvera, N. Arjona</i>	
<b>Síntesis y modificación química del polibenzimidazol PBI-6F para su uso como membranas de separación de gases</b>	39
<i>M. Rojas-Rodríguez, C. Aguilar-Lugo, A.E. Lozano, L. Alexandrova</i>	
<b>Nueva síntesis de PBIs conteniendo derivados de 4,4'-tetraaminotriifenilmetano</b>	42
<i>M. García Vargas, C. Aguilar Lugo, M. Rojas Rodríguez, L. Alexandrova, J. Palacios Alquisira</i>	
<b>Degradación de diclofenaco mediante un reactor fotocatalítico heterogéneo utilizando nanopartículas de ZnO soportadas en membranas de policaprolactona como agente activo</b>	45
<i>M.A. Juárez Sánchez, M. Meléndez Lira, C.O. Rodríguez Nava</i>	
<b>Caracterización de membranas de intercambio aniónico modificadas electroquímicamente con PANi a diferentes temperaturas</b>	47
<i>L.M. Álvarez Cerda, A. Montes Rojas, L.M. Torres Rodríguez</i>	
<b>Evaluación del método de preparación de membranas de PVDF/ (SPEES/PES) / Nafion NR50® para potencial uso en dispositivos de conversión de energía</b>	49
<i>B.Y. García-Limón, L.J. Salazar-Gastélum, S. Pérez-Sicairos, M.I. Salazar-Gastélum, S.W. Lin</i>	
<b>Separación de gases mediante membranas de matriz mixta a base de fluoropolímeros</b>	51
<i>H. Hernández-Martínez, F. Espejel-Ayala, E.J. Coutiño-González, L.I. Olvera, F.A. Ruiz Treviño, A.L. Garcia-Riego</i>	



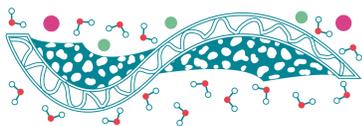
<b>Síntesis de una membrana nanoestructurada de alginato de calcio y polivinilo alcohol mediante electrohilado con posible aplicación ingeniería de tejidos</b>	54
<i>T. Pérez Moreno, E.A. Elizalde Peña, I. Santos Saucedo, R. Ramírez Bon</i>	
<b>Polibencimidazoles N-substituidos obtenidos por reordenamiento térmico y su aplicación como membranas de separación de gases</b>	56
<i>C. Aguilar-Lugo, M. Rojas-Rodríguez, E. Aguilar-Martínez, A.E. Lozano, L. Alexandrova</i>	
<b>Cinética de remoción de arsénico (V) por membranas de PP-Q</b>	58
<i>J.J. García-García, R.M. Gómez-Espinosa, R. Natividad Rangel, R. Romero Romero, G. Roa Morales</i>	
<b>Nanoingeniería aplicada en la interfase anódica para el desarrollo de baterías Zinc-aire de alta durabilidad</b>	61
<i>A.L. Díaz-Patiño, J. Béjar, G. Trejo, L.G. Arriaga, M. Guerra-Balcázar, L. Álvarez-Contreras, N. Arjona</i>	
<b>Caracterización de superficie de membranas comerciales de OI recubiertas con FeNPs</b>	63
<i>D.L. Sánchez Rosas, J. Álvarez Sánchez, M.M. Armendáriz Ontiveros</i>	
<b>Síntesis de copolímeros sulfonados de estructura controlada y su aplicación como membranas catalíticas</b>	66
<i>V. Rosiles González, M.I. Loria Bastarrachea, R. Le Lagadec, M.O. González Díaz</i>	
<b>Mecanismo para la adición de pirrol a una membrana de Quitosano tratada con plasma de descarga luminiscente</b>	68
<i>K. Barbina Ruiz, I.M. Abundez Barrera, C. Hernández Tenorio, M. Villanueva Castañeda</i>	
<b>Evaluación de membranas de intercambio aniónico para su aplicación en la tecnología de celdas de combustible de membrana alcalina</b>	75
<i>M.C. Medrano Vaca, E.M. Palacios Lozano, J.C. Hernández Reta, J.R. Flores Hernández, T. Romero Castañón</i>	
<b>Sorción de níquel en perlas de gel de quitosano</b>	76
<i>O. Almeida Escalante, R. Conejo Flores, J.M. García González, J. Guzmán Pantoja</i>	
<b>Preparación de membranas a base de zeolita SAPO-34 para la purificación de biogás</b>	78
<i>A. Hernández-Palomares, M.Y. Reyes-Vidal, F. Espejel-Ayala</i>	



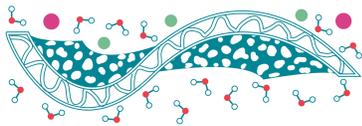
<b>Desarrollo de Membranas Estirénicas Flexibles al Azar con Alto Potencial como Electrolito en Celdas de Combustible</b>	81
<i>L.G. Delgado Interrial, R. Benavides Cantú, L. Da Silva, L. Francisco Vieira, D. Morales Acosta</i>	
<b>Efecto de la sulfonación sobre las propiedades térmicas del poliéter éter cetona para el desarrollo de membranas de intercambio protónico</b>	83
<i>A. Saldívar-Martínez, P.C. Flores-Escareño, R. Benavides, L. Da Silva, D. Morales-Acosta</i>	
<b>Efecto del añejamiento en las propiedades de transporte de un polímero comercial versus un polímero de nueva generación</b>	86
<i>R. Garfias Meza, J. Ortiz Espinoza, F.A. Ruiz Treviño</i>	
<b>Modificación de membranas de silicona con fragmentos acrílicos mediante radiación gamma para aplicaciones biomédicas</b>	88
<i>M.A. Velazco Medel, L.A. Camacho Cruz, E. Bucio</i>	
<b>Desarrollo de membranas antimicrobianas y reguladoras de pH a través del injerto de N-vinilimidazol mediante radiación gamma</b>	90
<i>L.A. Camacho Cruz, M.A. Velazco Medel, E. Bucio</i>	
<b>Polymeric electrolytic membrane of Trimethylsulfonium Bis (trifluoromethylsulfonyl) imide I Sodium perchlorate I Poly (ethylene oxide) for sodium batteries</b>	92
<i>J. Guzmán Torres, L.L. Garza Tovar, L.C. Torres González, I. González Martínez, E. González Juárez, E.M. Sánchez Cervantes</i>	
<b>Polymeric nanocomposites with SrTiO<sub>3</sub> nanoparticles</b>	94
<i>J.M. Antonio-Cadena, J.G. Luma-Barcenas, E. Prokhorov</i>	
<b>Modificación de membranas de algodón con polímeros pH-sensibles mediante radiación ionizante</b>	97
<i>D.A. Romero Fierro, S.P. Hidalgo, E. Bucio</i>	
<b>Síntesis y caracterización de películas híbridas preparadas a partir de polidimetilsiloxano y trietoxifenilsilano</b>	99
<i>F.J. Xix Novelo, Y. Pérez Padilla</i>	
<b>Biorreactor híbrido para la remoción de fármacos presentes en aguas residuales municipales</b>	101
<i>T. Gutierrez-Macias, P. Mijaylova Nacheva</i>	



<b>Separación y conversión de CO<sub>2</sub> y O<sub>2</sub> a altas temperaturas mediante el uso de reactores de membrana metal/cerámico-carbonato</b>	104
<i>J.A. Fabián Anguiano, B. Zeifert, J. Ortiz Landeros</i>	
<b>Synthesis of pH sensitive hydrogels for biomedical applications using gamma rays</b>	108
<i>M.R. Bustamante-Torres, V.H. Pino Ramos, S.P. Hidalgo Bonilla, E. Bucio Carrillo</i>	
<b>Caracterización Calorimétrica de Membranas de Poli(alcohol vinílico) Reticuladas con Anhídrido Maleico</b>	110
<i>D.A. Salgado Chavarría, J. Palacios Alquisira</i>	
<b>Elaboración de membranas de poli (éter sulfona) con incrustación de óxido de grafeno modificado con grupos zwitteriónicos</b>	116
<i>R. Castellanos Espinoza, B.L. España Sánchez, L.V. González Gutiérrez, J.J. Pérez Bueno, S. Fernández-Tavizón, U.A. Sierra Gómez</i>	
<b>Evaluación de SPEEK   Quitosano como Membrana de Intercambio de Protones en Bombeo Electroquímico de Hidrógeno</b>	119
<i>A. Martínez-Lazaro, A. Rico-Zavala, I. Murillo-Borbonio, F.I. Espinosa, J. Ledesma-García, M.P. Gurrola, L.G. Arriaga</i>	
<b>Metátesis de derivados sililados de norborneno: Estudio experimental y computacional</b>	121
<i>D. Zárate-Saldaña, B. Landeros-Rivera, J.A. Cruz-Morales, S. Gutiérrez</i>	
<b>Membranas de Nafion modificadas con SBA-15/Óxido de titanio con alta conductividad protónica a bajas humedades relativas</b>	123
<i>A. Rico Zavala, L.G. Arriaga, J. Ledesma-García, A. Álvarez Lopez</i>	
<b>Síntesis de membranas de Polibenzimidazol (PBI) modificadas con nanotubos de haloisita recubiertos de poli dopamina</b>	128
<i>J.M. Wrzosek-Cabrera, A. Rico Zavala, L.G. Arriaga, J. Ledesma-García, A. Álvarez Lopez</i>	
<b>Remoción de ion Cr<sup>6+</sup> en efluentes acuosos por medio de un sistema de membranas Quitosano/magnetita/fullerenos</b>	131
<i>A.F. García Morales, I. Olvera-Rodríguez, E.A. Elizalde Peña, R. Nava Mendoza, J. Ledesma García, J.A. Rodríguez Morales</i>	
<b>Análisis de infrarrojo de una membrana de Q-Ag<sup>+</sup> y Q-NpAg</b>	135
<i>A.I. Millán-Sánchez, R.M. Gómez-Espinosa, R. Natividad-Rangel, R. Romero-Romero</i>	



<b>Preparación de membranas porosas de quitosano/sulfato de condroitina (CTS/CS) utilizando el DES ChCl:U como agente porógeno</b>	138
<i>L.H. Delgado-Rangel, R.L. Ponce-Hernández, J.D. Mota-Morales, J.A. Aviña-Verduzco, J.B. González-Campos</i>	
<b>Obtención y caracterización de un cátodo soportado en una membrana de PPy con paladio depositado por reducción autocatalítica para la posible aplicación a una PEM</b>	141
<i>E. Mondragón Zarza, C. Hernández Tenorio</i>	
<b>Preparación de materiales compuestos a partir de PANi/Pluma de pollo a distintas concentraciones de ácido sulfúrico</b>	148
<i>J.L. Chong-González, C.M. De León Almazán, J.L. Rivera-Armenta</i>	
<b>Synthesis and characterization of a novel functionalized crosslinked polysiloxane for proton exchange membrane fuel cell</b>	151
<i>G.M. González Guerra, M.A. Alatorre Ordaz, G. González García, J.S. Jaime Ferrer</i>	
<b>Funcionalización post-electrohilado de membranas de CTS con colágeno</b>	153
<i>A. Pérez Nava, J.D. Mota Morales, J.B. González Campos</i>	
Índice de autores	155



## PRESENTACIÓN

El 2020 se ha caracterizado por ser un año de cambios. A través de los meses hemos modificado la forma en que percibimos las cosas, las formas en que llevamos el día a día, la forma en que interactuamos con nuestros semejantes y la forma en que realizamos investigación científica y tecnológica. Este 2020 ha sido un año de retos para la investigación y la forma en que la hacemos. Particularmente, la cuarentena y la estrategia “quédate en casa” nos ha impulsado a diseñar nuevas estrategias para continuar con el quehacer científico.

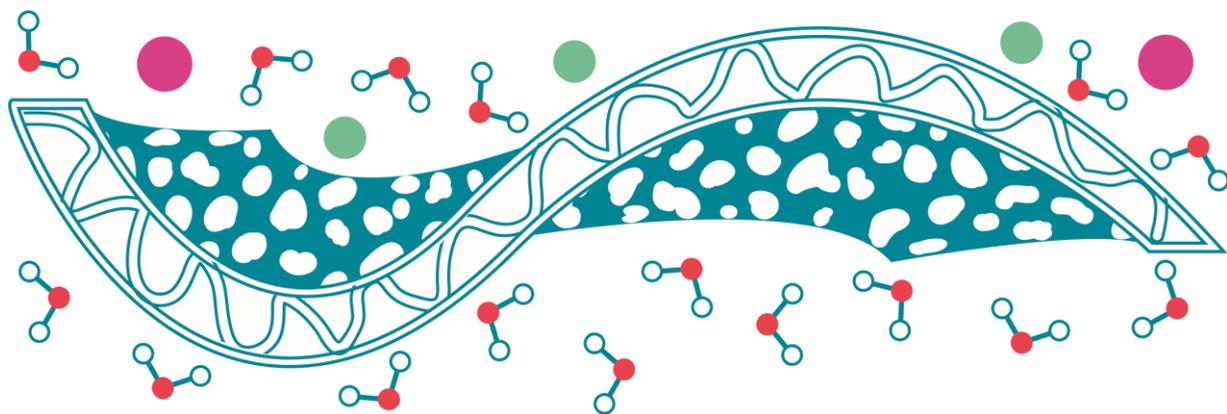
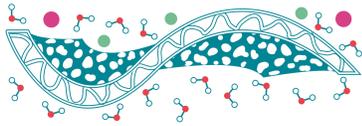
En este sentido, el IX Congreso Anual de la Sociedad Mexicana de Ciencia y Tecnología de Membranas ha sido adaptado para converger con la nueva normalidad. En esta ocasión, el congreso se llevará a cabo los días 22 y 23 de octubre de 2020 en la ciudad de Querétaro se desarrollará en dos modalidades, una presencial y una virtual. El objetivo de esto es para motivar a la comunidad científica que realiza investigación sobre temáticas en membranas, a continuar con la labor tan importante de difundir los resultados obtenidos. Asimismo, abrir un foro al dialogo y desarrollar nuevas estrategias para el desarrollo de la ciencia y tecnología de membranas bajo el esquema de la “nueva normalidad”.

Personalmente agradezco a toda la comunidad científica que está participado en esta IX edición del Congreso Anual de la SMCyTM, debido a que sus aportaciones en el envío de trabajos logrará darle continuidad a la importante labor que tenemos de desarrollar nuevos conocimientos y tecnologías para satisfacer las necesidades de las y los mexicanos en áreas cómo tratamiento de agua, potabilización, calidad del aire y energía.

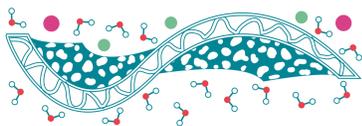
Sean todas y todos bienvenidos a este IX Congreso Anual de la Sociedad Mexicana de Ciencia y Tecnología de Membranas.

Dr. Walter Noé Velázquez Arjona

*Presidente del Comité organizador*



Sociedad Mexicana de Ciencia y Tecnología de Membranas



## Removal of tetracycline in water by ceramic membranes impregnated with gelatin

V. Pérez-Moreno<sup>1,2,\*</sup>, M.P. Belleville<sup>1</sup>, J. Sanchez-Marcano<sup>1</sup>, J.A. Rodriguez-Morales<sup>3</sup>,  
M.A. Rico-Rodriguez<sup>2</sup>, M.A. Ramos-López<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Institut Européen des Membranes (IEM), UMR 5635 (CNRS-ENSCM-UM2), Université de Montpellier II,  
Place Eugène Bataillon, 34095 Montpellier, France

<sup>2</sup> Facultad de Química, <sup>3</sup> Facultad de Ingeniería, Universidad Autónoma de Querétaro, Cerro de las Campanas s/n,  
Querétaro, Qro., C.P. 76010 México.

\* Corresponding author: victorperezmoreno@yahoo.com.mx

**Keywords:** ceramic membranes; gelatin; nanofiltration; micropollutants; tetracycline

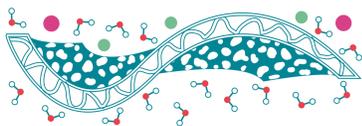
### Introduction

One of the main challenges facing the world is to clean up water and recycle it. Apart from conventional pollutants (dissolved organic matter, bacteria, etc.), wastewater contains many pharmaceutical compounds, which are refractory to conventional depollution treatments. Wastewater from urban areas is a major source of these pollutants, which can then reach surface and groundwater in the long term, currently used for human consumption.

This work presents the preparation of ceramic membranes impregnated with gelatin for elimination of tetracycline in water, tetracycline (antibiotic widely used and frequently found in treated water) by membrane filtration. To do this, ceramic tubular membranes impregnated with gelatin were prepared and used for removal of a tetracycline solution in a pilot in tangential configuration. These membranes have the advantage of the robustness of an inorganic support with a selective layer of biopolymer which can be easily removed from the support and redeposited in order to obtain a new nanofiltration membrane.

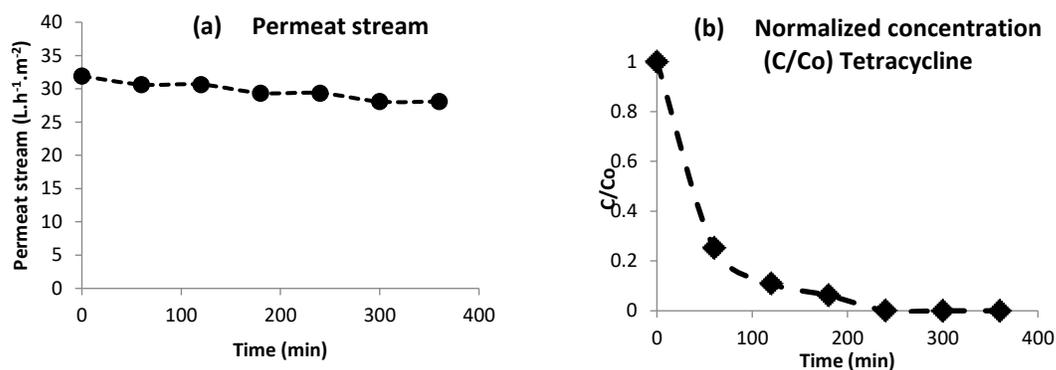
### Materials and methods

Ceramic supports (Tami industries, ZrO<sub>2</sub> / TiO<sub>2</sub>, 250 mm long, 6 mm Ø internal, 10 mm Ø external, surface of 0.0047 m<sup>2</sup> and 0.4 µm pore diameter), were prepared according to the detailed procedure in work previously carried out at the European Membrane Institute (de Cazes *et al.*, 2015). The composite membranes thus prepared were analyzed by scanning electron microscopy (SEM) to determine their morphology. Nanofiltration experiments were carried out with a tetracycline solution (20 ppm) prepared in osmosis water (6 h of filtration at ΔP = 2 bar, u = 0.5 m s<sup>-1</sup>, 25 °C). Two configurations were used, in closed loop (with recycling of the permeate and retentate) and in concentration mode (recycling of the retentate without recycling of the permeate). Permeate and retentate samples were regularly analyzed by UV-vis spectroscopy (Zhang *et al.*, 2009).



## Results and discussion

The nanofiltration results obtained with the two configurations used (closed loop, and concentration mode) are identical. Figure 1 shows the results obtained in concentration mode. Figure 1a shows a slight decrease in the permeate flow over time (12%). The evolution of the tetracycline concentration in the permeate (Figure 1b) shows that after 230 min of experience, 100% of the tetracycline is retained and this for the following 6 hours. It is important to note that the blank produced with a membrane without gelatin deposit does not allow the separation of the tetracycline ( $M_w 444 \text{ g mol}^{-1}$ ).



**Figure 1.** Evolution of the permeate flow (a) and the normalized concentration ( $C / C_0$ ) of tetracycline in the permeate (b) - Tangential filtration in concentration mode.

## Conclusions

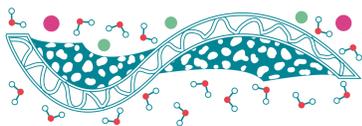
Ceramic membranes impregnated with gelatin have been shown to be effective in the total elimination of tetracycline from model solutions within 3 hours.

## Acknowledgements

We would like to thank Universidad Autónoma de Querétaro, CONACYT and Institut Européen des Membranes. We would also like for FOFI-UAQ (FCQ-2018-21).

## References

- de Cazes M.D., Belleville M.P., Mougél M., Kellner H., Sanchez-Marcano J. (2015). *Characterization of laccase-grafted ceramic membranes for pharmaceuticals degradation*, *Journal of Membrane Science* **476**, 384-393.
- Zhang H., Liu F., Wu X., Zhang J., Zhang D. (2009). *Degradation of tetracycline in aqueous medium by electrochemical method*. *Asia-Pacific Journal of Chemical Engineering* **4**(5), 568-573.



## Síntesis de membranas de intercambio aniónico de poliepiclorhidrina y poliacrilonitrilo por electrohilado para electrodiálisis inversa

E.C. Rentería Martínez<sup>1</sup>, J.A. Reyes-Aguilera<sup>1</sup>, J.S. Jaime Ferrer<sup>2</sup>, L. Villafaña López<sup>2,\*</sup>

<sup>1</sup> División de Ciencias e Ingenierías, Universidad de Guanajuato, Loma del bosque 103, León, Gto., 37150, México.

<sup>2</sup> Dirección de Investigación y Soluciones Tecnológicas, CIATEC A.C, Omega 201 León, Gto., 37545, México.

\* Autor de correspondencia: lvillafana@ciatec.mx

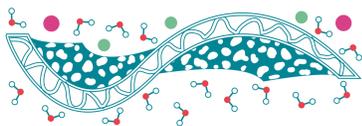
**Palabras clave:** Energía azul; Electrodiálisis Inversa; Membranas de Intercambio Aniónico; Electrohilado.

### Introducción

El presente trabajo aborda la síntesis de membranas de intercambio aniónico para su potencial uso en la generación de energía eléctrica renovable (energía azul) mediante el intercambio iónico al mezclar agua de mar y de río a través de un sistema de electrodiálisis inversa (EDI). El método de preparación de membranas de intercambio iónico más empleado es el de precipitación por evaporación de solvente (Strathmann *et al.*, 2004). Sin embargo, la técnica de electrohilado puede conferir mejores propiedades fisicoquímicas y de rendimiento; ya que controlando el tamaño, composición y morfología de las fibras se pueden mejorar el área superficial, la capacidad de intercambio, la humectabilidad, entre otras características. Este trabajo se enfoca en generar membranas de intercambio aniónico (MIA) por electrohilado, dando dos diferentes tratamientos térmicos y realizando la caracterización de éstas.

### Materiales y Métodos

Se prepararon diferentes relaciones de soluciones de polímero:solvente (w:w) utilizando como base al polímero inerte poliacrilonitrilo (PAN  $M_w \sim 150,000$ , Sigma Aldrich), al polímero activo la poliepiclorhidrina (PECH,  $M_w \sim 700,000$ , Sigma Aldrich), y al polímero funcionalizado trietilendiamina (DABCO® 33-LV, Sigma Aldrich). Como solventes se utilizó la dimetilformamida (DMF, Karal) y Dimetilsulfóxido (DMSO, al 99%, Sigma-Aldrich). La solución preparada (PECH+PAN+DABCO+solvente) se mantuvo a reflujo a 80°C y agitación constante por 30 minutos; posteriormente se dejó enfriar a temperatura ambiente por 24 hrs y se introdujo en el equipo de electrohilado (Single Nozzle Electrospinning Unit modelo NE100, Inovenso). Para cada membrana se ajustaron las condiciones de voltaje, flujo y volumen de mezcla polimérica para obtener nanofibras adecuadas, las cuales fueron colectadas en un cilindro giratorio a una distancia de 17 cm entre la boquilla y el colector. Las membranas obtenidas se sometieron a dos diferentes tratamientos térmicos, (T1) es la membrana a temperatura ambiente y (T2) es usando un horno de convección mecánica a 110°C por 2 hrs, seguido de 130°C por 0.5 hrs. Para realizar las caracterizaciones de ambas membranas se realizó un proceso de secado usando el mismo horno de convección mecánica a 35°C por 48 hrs seguido de 24 hrs en el desecador.



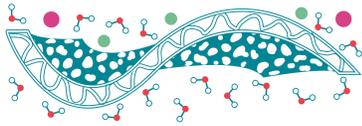
## Resultados y Discusiones

Se sintetizaron membranas denominadas MIA 1, 2 y 3 con la relación de polímeros (PECH+PAN+DABCO) de 2:1:2, 2:1:2 y 1:2:0.83, respectivamente; en MIA 1 el solvente empleado fue DMSO, y en MIA 2 y 3 fue DMF. Las fibras obtenidas al emplear DMSO presentan defectos (beads) debido a la evaporación deficiente del solvente; mientras que en la MIA 2, la rápida evaporación del DMF hace que las fibras sean homogéneas y muy delgadas, llegando a colapsar en una película. Finalmente, MIA 3, en la cual se ajustó la cantidad de DMF, presenta fibras circulares, homogéneas y sin enredos entre ellas. El espesor para la MIA 1, 2 y 3 es de 107, 101 y 130  $\mu\text{m}$  respectivamente, presentando valores dentro del rango de membranas comerciales (33-294  $\mu\text{m}$ ) y estando al mismo tiempo por debajo de media comercial (163.5  $\mu\text{m}$ ), esto es favorable ya que al disminuir el espesor disminuye la resistencia eléctrica y optimiza el flujo de aniones en el proceso RED (Hong *et al.*, 2015). Los diámetros de fibra de MIA 1 y 3 son similares ( $\approx 1400$  nm) e independientes del tratamiento térmico, el diámetro de las fibras de MIA 2 no fue posible de medir debido a que se colapsaron. Los grados de hinchamiento (SD) medidos al equilibrio fueron de 5.3, 2.1 y 8.5% para MIA 1, 2 y 3, respectivamente.

MIA 3 presenta una alta capacidad de intercambio iónico (IEC) (5.3 y 5.8 meq/g para T1 y T2, respectivamente) comparado con los valores reportados para las membranas comerciales, 1-3 meq/g (Alabi *et al.*, 2018). Este valor se atribuye a que las fibras presentan una alta área de contacto asociada a una alta cantidad de grupos fijos, lo cual incrementa el intercambio de aniones. La relación entre el IEC y el SD dan como resultado la densidad de carga fijas ( $CD_{\text{fix}}$ ), MIA 3 presentó valores de  $62.2 \pm 4.2$  meq/g y  $70.0 \pm 8.3$  meq/g para T1 y T2. Estos valores son muy altos comparados con los comerciales, 3.42-6.52 meq/g, lo cual sugiere una elevada permselectividad de la membrana siendo muy favorable para RED. Todas las membranas presentaron un comportamiento hidrofóbico, mientras que la energía libre superficial total ( $\gamma^{\text{Tot}}$ ) de MIA 3 (T2) es de 45.6 mJ/m<sup>2</sup>, el cual es cercano al reportado para polímeros con baja humectabilidad. Finalmente, las topografías de las muestras MIA 3 secas poseen una rugosidad media cuadrática de 1.83  $\mu\text{m}$  y 2,07  $\mu\text{m}$  para T1 y T2; respectivamente. Mientras que para las muestras semihúmedas, que emulan condiciones de operación, la rugosidad incrementa un 4% lo cual es congruente con la densidad de fibras y el SD de las membranas. Ambos tratamientos térmicos de MIA 3 presentan resultados superiores a los obtenidos a nivel laboratorio (Mosqueda, 2019) y a las membranas industriales comerciales de poliamida (Hurwitz *et al.*, 2010).

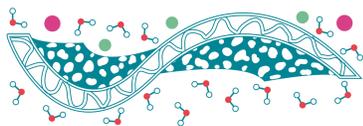
## Conclusiones

Se logró sintetizar fibras por la técnica de electrohilado a escala piloto y sin defectos a partir de la mezcla polimérica constituida por MIA 3. Las membranas de intercambio aniónico obtenidas presentan características hidrofóbicas y de baja humectabilidad. MIA 3 con T2 presentó la mayor densidad de fibras lo cual incrementa su rugosidad, IEC,  $CD_{\text{fix}}$  y  $R_q$ . Las cualidades y dimensiones que presenta MIA 3 permiten utilizarlas en planta piloto de RED para la generación de energía azul (próxima etapa del proyecto).



## Referencias

- Alabi A., AlHajaj A., Cseri L., Szekely G., Budd P., Zou L., (2018). *Review of nanomaterials-assisted ion exchange membranes for electromembrane desalination*, npj Clean Water **1**(1), 1-22.
- Hong J.G., Zhang B., Glabman S., Uzal N., Dou X., Zhang H., Wei X., Chen Y. (2015). *Potential ion Exchange membranes and system performance in reverse electrodialysis for power generation: A review*, Journal of Membrane Science **486**, 71-88.
- Hurwitz G., Guillen G.R., Hoek E.M. (2010). *Probing polyamide membrane Surface charge, zeta potential, wettability, and hydrophilicity with contact angle measurements*, Journal of Membrane Science **349**(1-2), 349-357.
- Mosqueda M. (2019). Membranas de intercambio iónico sintetizadas por electrodiálisis para la generación de energía azul. Tesis de licenciatura, Universidad de Guanajuato, Guanajuato.
- Strathmann H. (2004). *Chapter 3: Preparation and Characterization of ion-exchange membranes*, Membrane Science and Technology **9**, 89-146.



## Membranas catalíticas de PAMPS-*b*-PHEMA entrecruzadas para la producción de biodiesel

M.S. Correa Durán<sup>1</sup>, M.J. Aguilar Vega<sup>1</sup>, M.O. González Díaz<sup>2,\*</sup>

<sup>1</sup> Unidad de Materiales, Centro de Investigación Científica de Yucatán, A.C., Calle 43 No. 130, Chuburná de Hidalgo, C.P. 97205, Mérida Yucatán, México.

<sup>2</sup> CONACYT-Centro de Investigación Científica de Yucatán, A.C., Calle 43 No. 130, Chuburná de Hidalgo, C.P. 97205, Mérida Yucatán, México.

\* Autor de correspondencia: maria.gonzalez@cicy.mx

**Palabras clave:** PAMPS-*b*-PHEMA; membrana catalítica; producción de biodiesel.

### Introducción

El desarrollo de membranas catalíticas como catalizadores heterogéneos provee una oportunidad para la producción de biodiesel de manera eficiente, barata y amigable con el medio ambiente. Las membranas catalíticamente activas se preparan incorporando catalizadores ácidos sólidos en matrices poliméricas como el poliacrilonitrilo (PAN), polietersulfona (PES) y alcohol polivinílico (PVA) (Zhu *et al.*, 2010). El poli (2-acrilamida 2-metilpropano ácido sulfónico) (PAMPS), es un polímero aniónico, portador de grupos sulfónicos ionizable en prácticamente todo el rango de pH, con alta estabilidad química, térmica y mecánica. Debido a su carácter altamente hidrofílico, debe ser utilizado en forma de gel, copolimerizado o entrecruzado (Karlsson, 2002). En este trabajo se reporta la preparación de nuevas membranas catalíticas a partir de copolímeros en bloque de PAMPS-*b*-PHEMA, a diferentes concentraciones de PAMPS y poli (metacrilato de 2-hidroxietilo) (PHEMA), entrecruzadas con ácido sulfosuccínico (SSA). Se presentará la caracterización de la estructura química y las propiedades de las membranas, incluyendo propiedades de hinchamiento (Q), capacidad de intercambio iónico (IEC), así como el efecto de estas propiedades en el desempeño catalítico de las membranas PAMPS-*b*-PHEMA en la producción de biodiesel por transesterificación de aceite de soya en presencia de metanol.

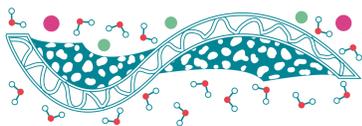
### Materiales y Métodos

#### *Materiales y reactivos*

La síntesis de los copolímeros se llevó a cabo usando la técnica de polimerización radicalica por transferencia de átomos (ATRP) catalizada por complejos de rutenio(II). Todos los reactivos fueron adquiridos por Sigma-Aldrich.

#### *Metodología experimental*

El catalizador  $[\text{Ru}(\text{o-C}_6\text{H}_4\text{-2-py})(\text{phen})(\text{MeCN})_2]\text{PF}_6$  se sintetizó de acuerdo a la literatura (Barbosa, 2015). La síntesis del copolímero se llevó a cabo por la adición secuencial del monómero HEMA al macroiniciador PAMPS-Br, empleando DMF como disolvente. Las membranas se elaboraron por el método de evaporación lenta de disolvente usando una solución polimérica de PAMPS-*b*-PHEMA al



6% (p/v) en agua HPLC con 15% de SSA. Las películas obtenidas se entrecruzaron a 120°C durante 1 h. El IEC se determinó por medio de una titulación ácido-base y Q por gravimetría. La reacción de transesterificación se realizó en una serie de tubos de 12 mL con agitación a 60 °C, con 0.068 mmol/g de membrana, 0.5 mL de aceite vegetal y 6 mL de metanol. La conversión a biodiesel se monitoreo por resonancia magnética nuclear de protón (<sup>1</sup>H-RMN).

## Resultados y Discusiones

Las membranas catalíticamente activas PAMPS-*b*-PHEMA se prepararon de manera exitosa con diferentes composiciones molares de PAMPS/PHEMA (1/2, 1/1.5 y 1/1) y entrecruzadas con 15% de SSA. <sup>1</sup>H-RMN confirmó la estructura química de los copolímeros (Figura 1), indicando una composición de 45, 65 y 72 % de PAMPS. Las curvas GPC (Figura 2) indicaron un crecimiento del peso molecular del copolímero con respecto al macroiniciador. Las membranas presentaron valores de IEC entre 2.18 a 3.10 mmol/g. Por último, las membranas fueron altamente efectivas en la producción de biodiesel.

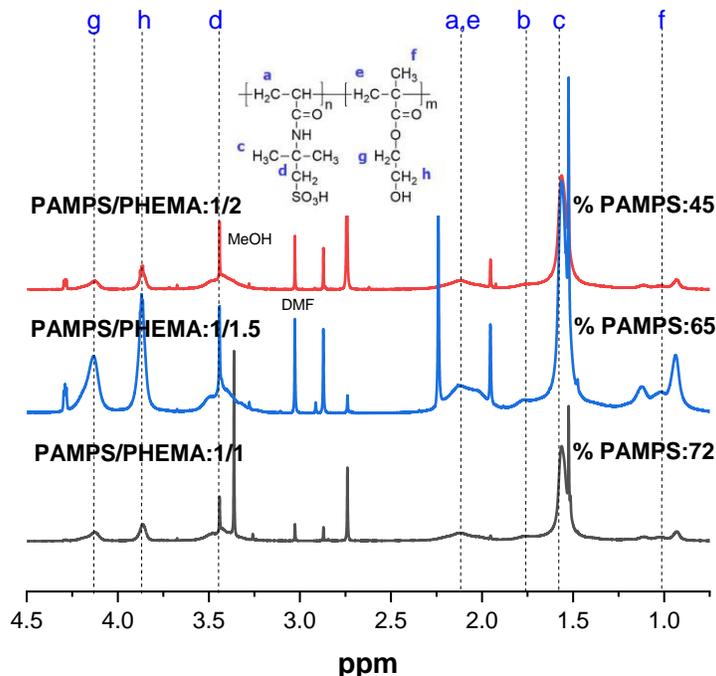


Figura 1. Espectro de <sup>1</sup>H-RMN de los copolímeros PAMPS-*b*-PHEMA en D<sub>2</sub>O.

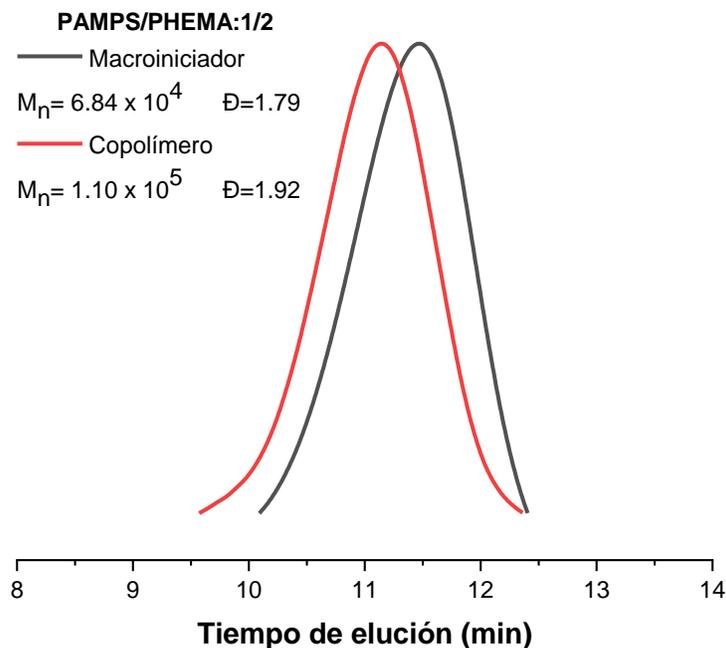
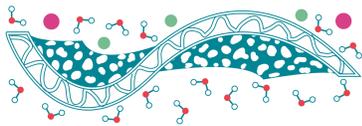


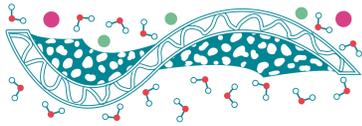
Figura 2. Cromatograma de GPC de PAMPS/PHEMA:1/2

## Conclusiones

Se investigó la polimerización vía ATRP del monómero ácido AMPS catalizada por  $[\text{Ru}(\text{o-C}_6\text{H}_4\text{-2-py})(\text{phen})(\text{MeCN})_2]\text{PF}_6$  en DMF a 80 °C. Las membranas de PAMPS-*b*-PHEMA entrecruzadas fueron altamente efectivas como catalizadores para la transesterificación de aceite de soya con metanol. El desempeño de las membranas esta correlacionado con la IEC y propiedades de hinchamiento.

## Referencias

- Barbosa A.S.L., Werlé C., Colunga C.O.O., Rodríguez C.F., Toscano R.A., Le Lagadec R., Pfeffer M. (2015). *Further Insight into the Lability of MeCN Ligands of Cytotoxic Cycloruthenated Compounds: Evidence for the Antisymbiotic Effect Trans to the Carbon Atom at the Ru Center*, *Inorganic chemistry* **54**(15), 7617-7626.
- Karlsson L.E., Wesslén B., Jannasch P. (2002) *Water absorption and proton conductivity of sulfonated acrylamide copolymers*, *Electrochimica acta* **47**, 3269-3275.
- Zhu M., He B., Shi W., Feng Y., Ding J., Li J., Zeng F. (2010). *Preparation and characterization of PSSA/PVA catalytic membrane for biodiesel production*, *Fuel* **89**(9), 2299-2304.



## Biocompatibilidad de membranas de mezclas de PVA/PAMPS de superficie microporosa

A.P. Varguez Catzim<sup>1</sup>, N. Rodríguez Fuentes<sup>1</sup>, M. Aguilar Vega<sup>1</sup>, M.O. González Díaz<sup>2,\*</sup>

<sup>1</sup> Centro de Investigación Científica de Yucatán, A. C., Calle 43 No. 130, Chuburná de Hidalgo, C.P. 97200, Mérida, Yucatán, México

<sup>2</sup> CONACYT- Centro de Investigación Científica de Yucatán A. C. Calle 43 No. 130, Col. Chuburná de Hidalgo, C.P. 97200, Mérida, Yucatán, México

\* Autor de correspondencia: maria.gonzalez@cicy.mx

**Palabras clave:** Membrana microporosa; Biocompatibilidad; Mezclas de PVA/PAMPS

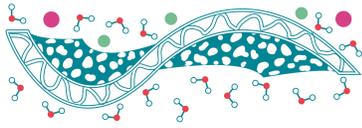
### Introducción

La biomedicina regenerativa ha revolucionado la curación de heridas y regeneración de la piel. La biocompatibilidad es una de las características más importantes de un material polimérico cuya superficie se requiere para interactuar con un sistema biológico. En este sentido, se ha investigado la biocompatibilidad de un gran número de polímeros naturales y sintéticos, tales como, colágeno, quitosano, fibrina, poli ácido láctico, poliuretanos, policaprolactona y ácido poliglicólico, así como de materiales cerámicos y metálicos (Peng *et al.*, 2019; Lakshmanan *et al.*, 2019). En este proyecto se desarrollaron membranas poliméricas de poli-(alcohol vinílico) (PVA) modificadas con diferentes concentraciones de poli (ácido 2-acriloamido-2-metilpropanosulfónico) (PAMPS) para su aplicación como apósitos poliméricos en la reparación de tejido cutáneo. Se reporta la metodología de preparación por el método de inversión de fases, obteniendo membranas microporosas y entrecruzadas con ácido succínico (SA) con estructura biomimética similar a la piel. Estas membranas presentan estabilidad mecánica, biocompatibilidad y actividad antimicrobiana, debido a las características que en conjunto presentan estos polímeros mezclados y entrecruzados.

### Materiales y Métodos

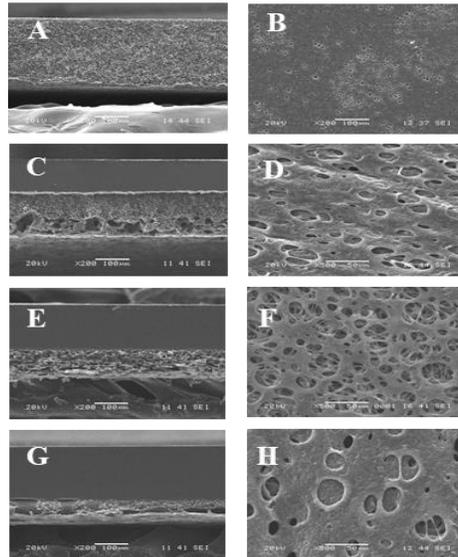
Las membranas se elaboraron usando el método de inversión de fases a partir de PVA y de mezclas de PVA/PAMPS a diferentes relaciones 95/5, 90/10, 85/15 (% peso/peso) entrecruzadas con ácido succínico (SA) al 10 % (% peso/peso).

Las membranas se caracterizaron por medio de dispersión de energía de rayos-X (EDX), espectroscopia de fotoelectrones de rayos-X (XPS) y microscopía electrónica de barrido (SEM). Así mismo se determinaron las propiedades mecánicas a tensión, porcentaje de hinchamiento, pérdida de masa, degradación y capacidad de intercambio iónico (IEC). Se evaluó la biocompatibilidad de las membranas de PVA/PAMPS a través de ensayos in-vitro en presencia de fibroblastos de acuerdo con la norma ISO-10993-1-2009 y la actividad antimicrobiana a partir de ensayos microbiológicos.



## Resultados y Discusiones

Las membranas de PVA y PVA/PAMPS se elaboraron de manera exitosa usando como no disolvente etanol/2-propanol (90/10 % v/v).



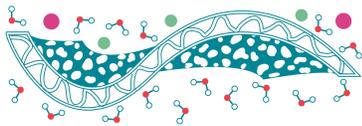
**Figura 1.** Membranas A) sección transversal y B) sección superficial de PVA, C) sección transversal y D) sección superficial PVA/PAMPS 95/5, E) sección transversal y F) sección superficial PVA/PAMPS 90/10, G) sección transversal y H) sección superficial PVA/PAMPS 85/15.

La morfología de las membranas de PVA/PAMPS mostrada por SEM indica la obtención de una estructura bicapa (ver Figura 1), donde de acuerdo con EDX y XPS la capa densa corresponde al polímero PAMPS y la capa porosa a PVA con trazas de PAMPS. Las pruebas de hinchamiento y pérdida de masa pudieron demostrar el entrecruzamiento, la estabilidad e integridad de la membrana. El módulo elástico, el máximo esfuerzo a tensión y el porcentaje de deformación de las membranas húmedas permanecen en un intervalo cercano a valores reportados para la piel con valores de 0.64 MPa, 0.7 MPa y 180 %, respectivamente.

La proliferación celular de fibroblastos y la actividad antimicrobiana de las membranas de PVA/PAMPS a 24 y 48 h se vio favorecida considerablemente con el incremento de PAMPS en la mezcla, en comparación con la membrana de PVA puro. La membrana PVA/PAMPS con 15% de PAMPS presenta mayor inhibición contra *E.coli*, *S.aureus*, *P.aureuginosa* y *C.albicans*; además, de presentar propiedades bactericidas y bacteriostáticas en las mezclas.

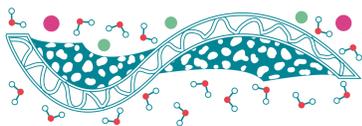
## Conclusiones

De acuerdo con los resultados obtenidos, las membranas microporosas de mezclas poliméricas de PVA/PAMPS presentan potencial aplicación en la ingeniería de tejidos dérmicos, gracias a su morfología, biocompatibilidad y carácter antimicrobiano.



## Referencias

- Peng L., Zhou Y., Lu W., Zhu W., Li Y., Chen K., Zhang G., Xu J., Deng Z., Wang D. (2019). *Characterization of a novel polyvinyl alcohol/chitosan porous hydrogel combined with bone marrow mesenchymal stem cells and its application in articular cartilage repair*, BMC Musculoskeletal Disorders **20**(1), 1-12.
- Lakshmanan R., Campbell J., Ukani G., Beringhs A.O.R., Selvaraju V., Thirunavukkarasu M., Lu X., Palesty J.A., Maulik N. (2019). *Evaluation of dermal tissue regeneration using resveratrol loaded fibrous matrix in a preclinical mouse model of full-thickness ischemic wound*, International Journal of Pharmaceutics **558**, 177-186.



## Limpieza de membranas de osmosis inversa utilizadas en la purificación de agua potable

C.L. Martínez Díaz<sup>1</sup>, D. Soto González<sup>2</sup>, J.S. Jaime Ferrer<sup>3</sup>, L. Villafaña López<sup>3,\*</sup>

<sup>1</sup> Universidad Tecnológica de León

<sup>2</sup> Universidad Iberoamericana de León

<sup>3</sup> Centro de Innovación en Tecnologías Competitivas CIATEC A.C.

\* Autor de correspondencia: lvillafana@ciatec.mx

**Palabras clave:** Osmosis inversa (OI); Limpieza de membranas; Recuperación Flujo Permeado (%FRR)

### Introducción

Las membranas de osmosis inversa (OI) son utilizadas en el proceso de purificación de agua potable debido su alto porcentaje de retención de sales disueltas, ofreciendo así agua de alta calidad (Gutiérrez Ruiz *et al.*, 2016). El ensuciamiento de las membranas es el factor principal que afecta su eficiencia, el cual se debe al incrustamiento de contaminantes generando una reducción del flujo de permeado y aumentando el precio del proceso. Dicho ensuciamiento depende del tipo y cantidad de contaminantes presentes en el agua, los cuales son específicos a cada región geográfica. Existen diferentes metodologías comerciales de limpieza que ofrecen resultados de porcentaje de recuperación del flujo de permeado (%FRR) de hasta el 95%, pero rara vez llegan a este valor ya que no están diseñadas para los contaminantes específicos de cada región. Por lo tanto, aquí nos enfocamos en generar una metodología económicamente accesible y específica para la limpieza de membranas de OI utilizadas en la purificación de agua potable en Irapuato, Gto.

### Materiales y Métodos

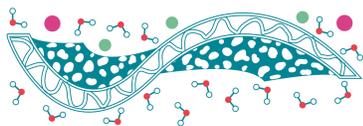
La membrana de OI estudiada en este trabajo es de la marca DOW modelo XE-4040 denominada “thin-film composite” de poliamida. Esta membrana fue usada por una empresa Irapuatense en el proceso de purificación de agua, y después de su uso fue retirada sin realizar algún proceso de limpieza.

#### *Caracterización de los productos de limpieza de referencia*

La espectrometría infrarroja con transformada de Fourier (FTIR) se utilizó para verificar la estructura química de la membrana y de los productos de limpieza de referencia. La calorimetría diferencial de barrido (DSC), el análisis termogravimétrico (TGA), la cromatografía de gases asociada a espectrometría de masas (CG/EM), la cromatografía iónica (IC) y la resonancia magnética nuclear (RMN) se utilizaron para identificar los principales componentes de los productos de referencia.

#### *Determinación de los flujos y porcentaje de retención de iones*

El flujo de agua de las membranas antes y después de los lavados se determinó usando una celda Amicon Stirred Ultrafiltration Cell modelo 8400. Las medidas de flujo se realizaron a 40, 30 y 20 psi,



registrando cada vez el tiempo, la temperatura y el pH del permeato. El %FRR se determinó a partir de los flujos de la membrana recuperada con los lavados y de la membrana nueva. Para corroborar la selectividad e integridad de las membranas recuperadas se realizó un análisis de retención de iones. Se preparó una solución modelo basándose en la NOM-127-SSA1-1994 para arsénico y flúor en agua potable, y se permeó a través de la membrana lavada. El porcentaje de retención de iones de las membranas recuperadas se cuantificó utilizando la técnica de IC. El cálculo del precio por lavado de membrana se realizó utilizando precios de mayoreo ofrecidos por una empresa local, y considerando que las soluciones solo se usan una vez.

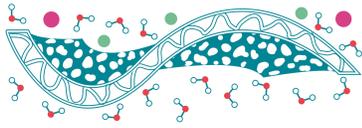
## Resultados y Discusiones

El porcentaje de la caída del flujo de la membrana de OI incrustada, en relación con el valor reportado por el proveedor para la membrana nueva, presentó un valor promedio con error estándar (SE) de  $67 \pm 2$  %, el cual indica un considerable ensuciamiento que afecta altamente al rendimiento de la membrana. Las caracterizaciones de los productos de limpieza de referencia determinaron que principalmente se tratan de lavados ácidos, presentando como grupos principales al ácido carboxílico e hidroxilo. La DSC, TGA, CG/EM, IC y RMN nos confirmaron que dichos grupos funcionales pertenecen al ácido acético y cítrico. Considerando lo anterior, junto con los principales contaminantes del agua de Irapuato, Gto., se seleccionaron 3 ácidos para realizar los lavados a la membrana incrustada y se calculó el %FRR. El ácido acético presentó el %FRR más alto ( $58 \pm 3$  %), seguido del ácido cítrico ( $47 \pm 4$  %) y el ácido clorhídrico ( $37 \pm 5$  %). Se seleccionaron los 2 ácidos con los mejores valores de %FRR y se mezclaron con otros agentes de limpieza que presentaban concordancia con los diferentes productos identificados en las caracterizaciones. En la Tabla 1 se presentan las formulaciones finales, y su comparación con los productos de referencia.

**Tabla 1.** Formulaciones de reactivos, condiciones de uso, porcentaje de recuperación del flujo y precio por lavado de membranas de ósmosis inversa utilizadas en la purificación de agua potable de Irapuato, Gto.

Formulación	Reactivo	Concentración (% w)	pH	FRR $\pm$ SE (%)	Precio por un lavado (MXN)
1	Ácido cítrico	10.0	1.7	$65 \pm 7$	387.39
	Dodecil sulfato de sodio	0.1	6.5		
	Etanol	25.0	6.0		
2	Ácido acético	8.0	2.3	$81 \pm 6$	81.20
	Peróxido de hidrógeno	5.0	5.0		
Referencia	A	-	1.0	$56 \pm 10$	580.00
	B	-	2.7		

En la tabla anterior se observa que los mejores %FRR junto con los menores costos corresponden a ambas formulaciones propuestas, siendo superior y más económica la formulación 2. La eficacia de la formulación 2 probablemente se deba a la combinación de la capacidad del ácido acético para eliminar las incrustaciones inorgánicas con las propiedades biocidas y de incremento de hidrofiliidad de la



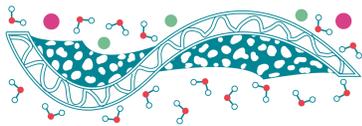
membrana que ofrece el agente oxidante. Finalmente, se verificó la selectividad de las membranas lavadas con los 3 métodos y se observó %R total para arsénico y flúor, sugiriendo que la selectividad de la membrana no se ve afectada por los lavados ácidos y neutros.

## Conclusiones

En este estudio se proponen 2 formulaciones de limpieza específicas para membranas de OI utilizadas en la purificación de agua potable en Irapuato, Gto. Su eficacia se cuantificó a través del %FRR y %R de arsénico y flúor. Los resultados encontrados indican que las formulaciones propuestas son superiores a los productos de referencia estudiados, ya que son capaces de recuperar significativamente el rendimiento de las membranas de OI sin dañar su selectividad. Además, las formulaciones propuestas son económicamente más accesible que los productos comerciales.

## Referencias

Gutiérrez Ruiz S., Zerrouk M.H., Quiroga Alonso J.M. (2016). *Ensuciamiento y limpieza de membranas empleadas en la desalación de aguas*, *Tecnoaqua* **17**, 104-117.



## Preparación de membranas a partir de mezclas de PFS:PFSS para producción de biodiesel

E. Gómez-Trejo López<sup>1</sup>, M.J. Aguilar Vega<sup>2,\*</sup>, M.O. González Díaz<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Unidad de Energía renovable, Centro de Investigación Científica de Yucatán A.C., Calle 43 No 130 x 32 y 34 Col. Chuburná de Hidalgo, Mérida, Yucatán, México 97205

<sup>2</sup> Unidad de Materiales, Centro de Investigación Científica de Yucatán A.C., Calle 43 No 130 x 32 y 34 Col. Chuburná de Hidalgo, Mérida, Yucatán, México 97205

\* Autor de correspondencia: mjav@cicy.mx

**Palabras clave:** Biodiésel; Catalizadores Heterogéneos; Aceites de cocina usados.

### Introducción

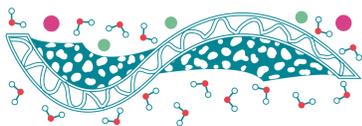
La producción industrial de biodiésel actualmente se lleva a cabo a través de la transesterificación alcalina homogénea, la cual implica el uso de grandes cantidades de agua para la purificación del producto, así como aceites de alta calidad para evitar la saponificación. Durante los últimos años se ha tomado en cuenta el uso de membranas con sitios activos ácidos que permitan el uso de aceites de baja calidad, como los aceites de cocina usados, así como disminuir la cantidad de agua y la reutilización de los catalizadores. El presente trabajo se centra en la preparación, caracterización y prueba de membranas poliméricas a partir de mezclas de polifenilsulfona (PFS) y polifenilsulfona sulfonada (PFSS) para la transesterificación de aceites de cocina usados

### Materiales y Métodos

Se llevó a cabo la sulfonación de la PFS a partir de una sulfonación directa con clorosulfonato de trimetilsililo y se calculó el grado de sulfonación por medio de una titulación ácido base. Las membranas fueron preparadas a partir de mezclas de PFS:PFSS a diferentes concentraciones, por el método de evaporación lenta de solvente. Las membranas se caracterizaron de acuerdo a su capacidad de absorción de reactivos para transesterificación, pérdida de masa y capacidad de intercambio iónico (IEC), esta última a través de una titulación ácido base.

### Resultados y Discusiones

Se logró la sulfonación directa de la PFS con grados de sulfonación (GS) de 0.32, 0.56. Se prepararon membranas a diferentes concentraciones de PFS:PFSS y se hicieron sus caracterizaciones, como se indica en la Tabla 1. Se observó un incremento en la absorción de metanol conforme aumenta la presencia de los grupos sulfónicos en la membrana, sin embargo, la pérdida de masa también aumentó. Para resolver ese problema se llevó a cabo un entrecruzamiento a 180 °C de las membranas, el cual permitió disminuir la pérdida de masa, la IEC también se vio disminuida, aunque todavía se encontraba dentro de los valores reportados para su uso en la transesterificación.



**Tabla 1.** Membranas preparadas y los resultados de sus caracterizaciones.

Membrana	PFS:PFSS	GS	Q (%)		WL (%)		IEC	D <sub>c</sub>
			M	A	M	A		
<b>MD 1</b>	0:100	0.32	70.3	2.2	11.9	0.8	0.49	NA
<b>MD 2</b>	30:70	0.32	85.3	5.3	9.7	4.7	0.32	NA
<b>MD 3</b>	0:100	0.56	2550	3.2	60.7	4.3	1.14	NA
<b>MD 3 E</b>	0:100	0.56	328.4	5.7	39	2.4	1	0.12
<b>MD 4</b>	30:70	0.56	159.5	3.4	41.1	2.6	0.79	NA
<b>MD 4 E</b>	30:70	0.56	261	0.8	26.5	1.5	0.65	0.11

GS: grado de sulfonación; Q: absorción; WL: pérdida de masa; IEC: capacidad de intercambio iónico; D<sub>c</sub>: grado de entrecruzamiento; M: metanol; A: aceite; MD: membrana densa; E: entrecruzada.

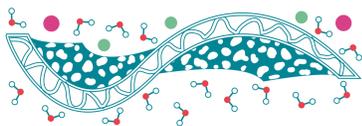
De acuerdo con los resultados obtenidos de las caracterizaciones se eligió la MD 3 E como la membrana más apta para llevar a cabo la reacción de transesterificación. La transesterificación de los aceites de cocina usados se llevó a cabo con una relación metanol:aceite 60:5, con una concentración de 7% w/w con respecto al peso del aceite. Después de 250 h de reacción, se alcanzó una conversión del 85.9% a biodiesel, con un periodo de inducción de 100 h correspondiente a la absorción de metanol en las membranas.

## Conclusiones

Se obtuvieron membranas de mezclas de PFS:PFSS con características similares a lo reportado para su uso en la transesterificación, así mismo, estas demostraron ser efectivas en la obtención de biodiesel ya que se reportan tiempos de reacción desde 400 hasta 1000 h, y en este caso se obtuvo el 85.9% de conversión en 250 h.

## Referencias

- Aca-Aca G., Loría-Bastarrachea M.I., Ruiz-Treviño F.A., Aguilar-Vega M. (2018). *Transesterification of soybean oil by PAAC catalytic membrane: Sorption properties and reactive performance for biodiesel production*, *Renewable Energy* **117**, 250-257.
- Corzo-Gonzalez Z., Loría-Bastarrachea M.I., Hernández-Núñez E., Aguilar-Vega M., González-Díaz M.O. (2017). *Preparation and characterization of crosslinked PVA/PAMPS blends catalytic membranes for biodiesel production*, *Polymer Bulletin* **74**, 2741:2754.
- Je-Deok K., Lee-Jin G. (2016). *Annealing effect of highly sulfonated polyphenylsulfon polymer*, *International Journal of Hydrogen Energy* **41**, 11794-11800.



## Efecto de la inclusión de puntos cuánticos de carbono provenientes de alimentos en quitosano para la formación de membranas

J.H. Vargas Méndez<sup>1\*</sup>, R.M. Gómez Espinosa<sup>1</sup>, D. Arizmendi Cotero

<sup>1</sup> Facultad de Química, UAEM y Centro Conjunto de Investigación en Química Sustentable UAEM-UNAM, km 14.5 Carretera Toluca-Atzacamal, San Cayetano, 50200 Toluca, MEX, México.

\* Autor de correspondencia: [jhvargasmdz@gmail.com](mailto:jhvargasmdz@gmail.com)

**Palabras clave:** Quitosano; Puntos Cuánticos de Carbono.

### Introducción

Los puntos cuánticos de carbono, mejor conocidos como Carbon Dots (CDs) es un término que comprende nanomateriales de carbono, poseen por lo menos un tamaño menor a 10 nm y fluorescencia como propiedades intrínsecas. (Zhu *et al.*, 2015) Exhiben una fuerte absorción de luz en la región UV, usualmente entre 270 y 320 nm. Principalmente contienen carbono, oxígeno, hidrógeno y nitrógeno, insinuando su baja toxicidad y buena biocompatibilidad. (Ye *et al.*, 2017) La fluorescencia de los CDs se deteriora debido a un fenómeno denominado “quenching”, el cual se debe a que, en grandes concentraciones, la distancia entre las partículas disminuye, lo que promueve las interacciones, y la reabsorción mutua entre las partículas, resultando en la disminución de la intensidad de la fluorescencia. Por lo cual, cuando se soportan los CDs en matrices tales como el quitosano, que es un polímero que contiene más de 500 unidades de glucosamina (Barman *et al.*, 2020; Rabea *et al.*, 2003), éstas no deben solamente dispersarlos para evitar el quenching, sino que también sirve como un soporte mecánico que provee protección contra la oxidación atmosférica. Dicha matriz debe ser flexible, estable, eco-friendly y mecánicamente robusta. (Barman *et al.*, 2020)

### Materiales y Métodos

#### *Síntesis de CDs*

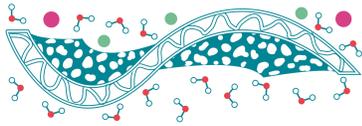
Los puntos cuánticos de carbono se obtienen de diferentes fuentes de alimentos a través del método hidrotermal a condiciones específicas.

#### *Membrana de quitosano*

Se utiliza quitosano de peso molecular medio comercial de Aldrich. Para sintetizar la membrana modificada se prepara una solución de quitosano con CDs a diferentes concentraciones.

#### *Caracterización*

La caracterización de las membranas de quitosano se llevó a cabo utilizando la técnica de espectrometría FT-IR-ATR. Otra técnica utilizada fue la difracción de rayos X de polvos usando un equipo Bruker D8 Advance, la cual nos permite conocer la cristalinidad de las membranas modificadas.



La evaluación mecánica de las membranas consistió en determinar su porcentaje de elongación, la resistencia a la ruptura y su módulo de elasticidad “Modulo de Young” utilizando un texturómetro modelo TAXT2 (Stable Micro Systems, Textura Technologies, Corp.)

## Resultados y Discusiones

Se llevo a cabo la síntesis de las membranas variando la concentración del quitosano y la espectroscopia FT-IR-ATR nos permitió analizar las diferencias, se observó en  $3400-3253\text{ cm}^{-1}$  se muestra la vibración  $-\text{OH}$ ,  $-\text{NH}_2$ , además en  $1660-1527\text{ cm}^{-1}$  se corrobora la vibración  $\text{N-H}$ , la intensidad de las señales está directamente relacionadas con la concentración. Además, esta técnica nos permite observar las señales de los CDs, observando claramente las diferencias de cuando se encuentra el quitosano sin CDs y con CDs.

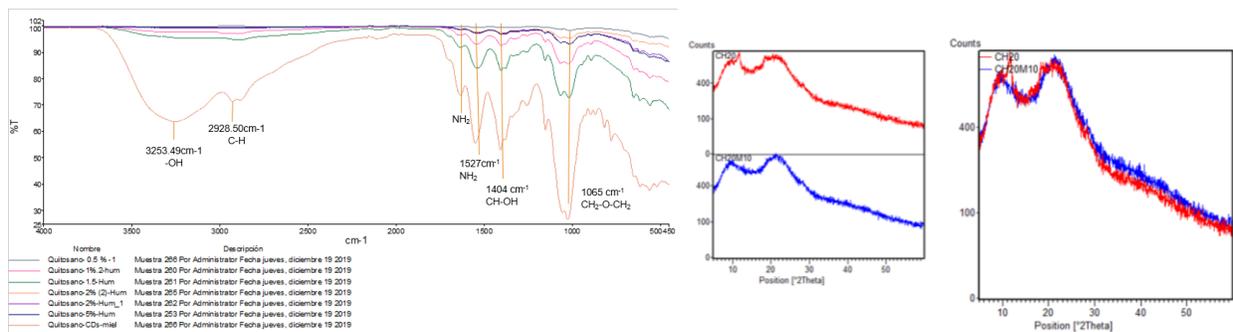


Figura 1. Der. Espectro FT-IR-ATR de quitosano con CDs de miel. Izq. Difractograma de Membrana de quitosano al 2% vs. Membrana modificada con CDs de miel.

En la difracción de rayos X de polvos, se compara en la Figura 1 ambos difractogramas, la membrana de quitosano y la membrana modificada. Se observa que la cristalinidad del material de referencia (el quitosano) cambia su estructura después de ser modificada con los puntos cuánticos de carbono.

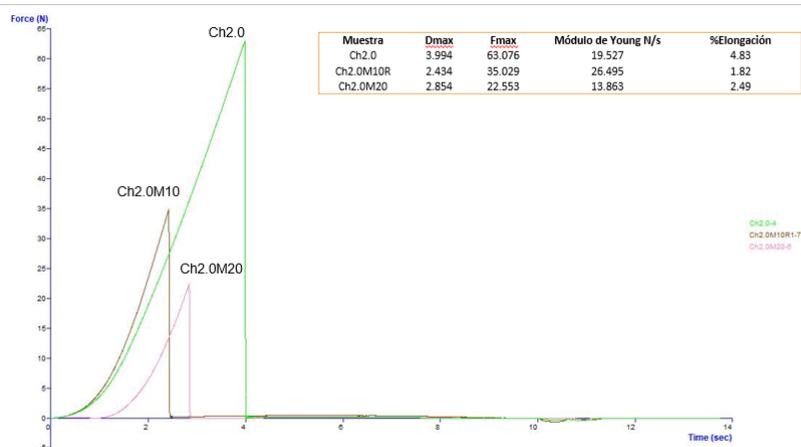
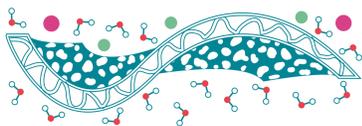


Figura 2. Pruebas mecánicas de membrana de quitosano y membrana modificada con CDs de miel.

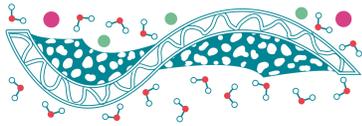


## Conclusiones

La membrana de quitosano mostró diferencias en sus propiedades físicas, concluyendo que la concentración del quitosano es importante, además la presencia de los CDs en la estructura del quitosano modifica la estructura final de la membrana, debido a lo anterior las membranas de quitosano con CDs, se presentan como materiales potenciales para poder ser biodegradables, biocompatible con nula toxicidad.

## Referencias

- Barman B.K., Nagao T., Nanda K.K. (2020). *Dual roles of a transparent polymer film containing dispersed N-doped carbon dots: A high-efficiency blue light converter and UV screen*, Applied Surface Science **510**, 145405.
- Rabea E.I., Badawy M.E.-T., Stevens C.V., Smagghe G., Steurbaut W. (2003). *Chitosan as Antimicrobial Agent: Applications and Mode of Action*, Biomacromolecules **4**(6), 1457-1465.
- Ye S.-L., Huang J.-J., Luo L., Fu H.-J., Sun Y.-M., Shen Y.-D., Xu Z.-L. (2017). *Preparation of Carbon Dots and Their Application in Food Analysis as Signal Probe*, Chinese Journal of Analytical Chemistry **45**(10), 1571-1581.
- Zhu S., Song Y., Zhao X., Shao J., Zhang J., Yang B. (2015). *The photoluminescence mechanism in carbon dots (graphene quantum dots, carbon nanodots, and polymer dots): current state and future perspective*, Nano Research **8**(2), 355-381.



## Modelamiento y simulación en CFD de un sistema de destilación por membranas de contacto directo para desalinización

J.S. Buitrago Ortiz\*, J.C. Martínez Alvarado, R.J. Rodríguez de la Vega

Universidad de Bogotá Jorge Tadeo Lozano

\* Autor de correspondencia: juans.buitragoo@utadeo.edu.com

**Palabras clave:** Membrana; Destilación; Simulación; Diseño.

### Introducción

Desde el año 2011 las plantas de desalinización del mundo producen alrededor del 1.5 % del total de agua potable del mundo, esto corresponde a 16000 plantas de desalinización con una capacidad instalada global de 71.9 millones de m<sup>3</sup>/día (Wang,2011). El proceso de desalinización más empleado es ósmosis inversa (RO) debido a que presenta menores costos y por ser de fácil implementación. Esta tecnología ha sido de gran ayuda para las plantas de desalinización de agua en términos de mayor producción, sin embargo; para realizar el proceso se requieren de altas presiones y de membranas densas que pueden presentar ensuciamiento y obstrucción de los poros, limitando el proceso.

La evaluación e implementación de tecnologías que contribuyan al mejoramiento del proceso de desalinización está en continuo desarrollo. Una tecnología evaluada relativamente novedosa es la destilación por membranas por contacto directo (DCMD).

Por lo tanto, la investigación presente plantea un modelo que describe la transferencia de masa, energía y momentum del proceso. El modelo es desarrollado usando el software COMSOL .5.4, además de ello se analizarán los perfiles de transferencia de energía, masa y cantidad de movimiento óptimos para utilizar de manera correcta el área del módulo de destilación. La incidencia de las dimensiones del sistema se realizará con las respuestas a los datos validados con la literatura.

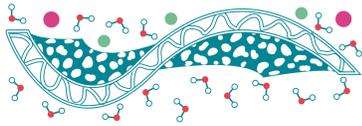
### Materiales y Métodos

#### *Planteamiento del modelo*

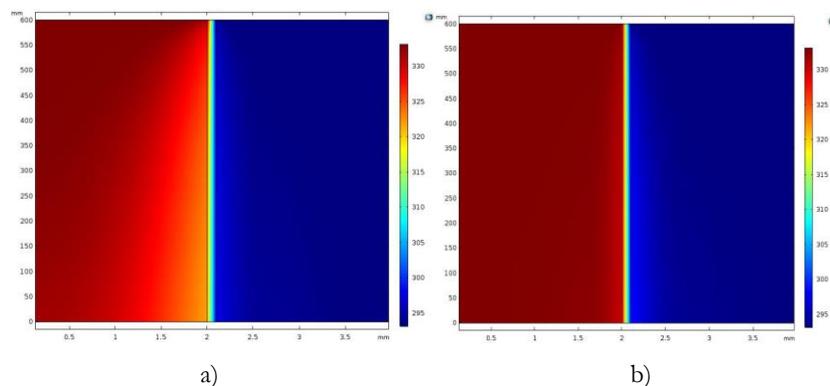
Una geometría 2D será planteada para resolver el modelo fenomenológico de transporte de agua en desalinización. En primera instancia se desarrollará en coordenadas rectangulares simulando una membrana plana. Se evaluarán los fenómenos de transferencia de masa, energía y cantidad de movimiento para la alimentación y el permeado, así como la transferencia de masa y energía en la membrana hidrofóbica a través de simulación en CFD con el software anteriormente descrito empleando técnicas matemáticas en diferencia finitas.

### Resultados y Discusiones

A partir, de las simulaciones se determinaron las mejores condiciones de operación de las membranas obteniendo los flux de agua pura más elevados en un rango de 0.022-0.1822 kg/s utilizando



polipropileno en comparación con PTFE este material tiene valores de flux 33% superiores. Además, se obtiene una incidencia despreciable en el cambio de configuración co-corriente a contracorriente en términos de incremento de la fuerza impulsora de la separación. Se presentan los resultados de las membranas diseñadas con sus respectivas distribuciones de temperatura, velocidad y concentración con fines demostrativos del mejoramiento del proceso en términos de separación aprovechando los gradientes de transporte generados por esta tecnología utilizando las condiciones favorables seleccionadas. La distribución térmica que se muestra en la Figura 1 expone el efecto de la temperatura de ambos canales (alimentación y permeado) así como los de la membrana cuando de un proceso eficiente contra uno ineficiente.



**Figura 1.** Distribución térmica del sistema DCMD con una velocidad de alimentación de a) 0.15 m/s, b) velocidad de alimentación de 2.5 m/s a una temperatura de 60 °C (333.15 K), escala en temperatura absoluta (K).

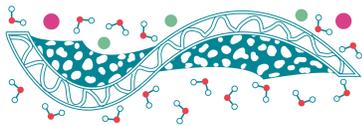
## Conclusiones

En este estudio se han llegado a las siguientes inferencias:

1. La variación en la velocidad del fluido de alimentación tiene un efecto directo en el incremento del flux de masa a través de la membrana como consecuencia de la disminución en la polarización por temperatura.
2. Al encontrar las mejores condiciones de temperatura y velocidad aseguramos que el flux de masa de agua se mantenga constante a lo largo de la membrana debido a que se conserva la fuerza impulsora del proceso.

## Referencias

Wang L.K., Chen J.P., Hung Y.-T., Shammam N.K. (2011). Membrane and Desalination Technologies. Humana Press, NJ.



## Efecto del injerto de 1-hexeno en membranas de polipropileno sobre la transferencia de masa y energía durante el proceso de destilación por membranas

I.D. Luna Santander<sup>1</sup>, R.M. Gómez Espinosa<sup>2</sup>, B. Torrestiana Sanchez<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup> Unidad de Investigación y Desarrollo en Alimentos, TNM- ITVeracruz. Av. M.A.de Quevedo No. 2779, Col. Formando Hogar, Veracruz, Ver., México

<sup>2</sup> Centro Conjunto de Investigación en Química Sustentable UAEM-UNAM. Facultad de Química UAEM. Carretera Toluca-Atacomulco km 14.5, C.P. 50200, San Cayetano, Toluca, Estado de México

\* Autor de correspondencia: beatriz.ts@veracruz.tenm.mx

**Palabras clave:** Polipropileno; Fenómenos de transporte; Injerto en superficie; Destilación por membrana.

### Introducción

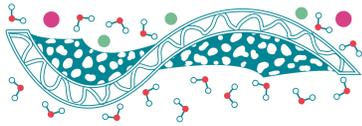
En el mundo, la demanda de agua potable incrementa debido a un mayor consumo per cápita, además, el suministro de agua se ve reducido por el cambio climático y la contaminación, por lo que las fuentes convencionales no alcanzan a satisfacer la demanda creciente (Jones *et al.*, 2019). Una alternativa para reducir la brecha entre suministro y demanda es la desalinización de agua de mar. Este proceso se lleva a cabo principalmente empleando ósmosis inversa. Sin embargo, se continúan estudiando nuevos procesos como la destilación por membranas (DM) que permiten reducir el consumo de energía requerida para la desalinización (El-Bourawi *et al.*, 2006). Actualmente, las membranas empleadas en DM son generalmente desarrolladas para microfiltración (MF), por lo cual es necesario investigar materiales y métodos para mejorar sus propiedades de superficie y así, aumentar su desempeño en el proceso.

### Materiales y Métodos

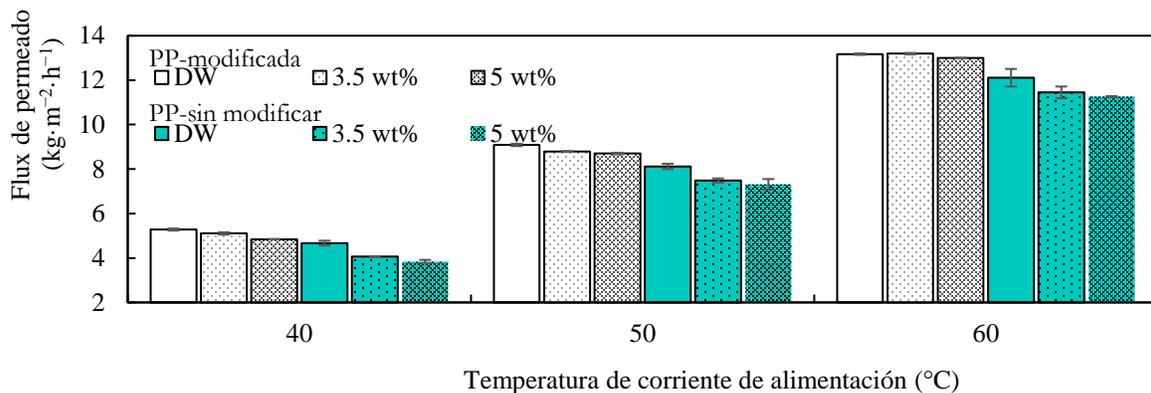
Se realizó la modificación de membranas de polipropileno (PP), mediante una reacción de polimerización por injerto de 1-hexeno con asistencia de radiación UV y un fotocatalizador. Los cambios inducidos a la membrana de PP con 1-hexeno y radiación UV, se evaluaron mediante espectrometría infrarroja, el ángulo de contacto y microscopía electrónica de barrido (SEM). Además, se evaluó el desempeño de la membrana antes y después de la modificación en el proceso de destilación por membranas por contacto directo (DMCD) en un equipo de geometría plana, a diferentes temperaturas (40, 50, 60 °C) y concentraciones de NaCl (0, 35 y 50 g·l<sup>-1</sup>) en la corriente de alimentación. Las variables de respuesta fueron el flux de permeado y la retención de sal. El efecto de la modificación química sobre los coeficientes de transferencia de masa y calor en el proceso de DMCD, se estimó mediante el modelo de Schofield *et al.* (1987).

### Resultados y discusión

No se observó un cambio significativo en la microestructura de la membrana por SEM, pero se obtuvo una reducción de 4.6 % en el ángulo de contacto. El flux de las membranas de PP-sin modificar y PP-modificada no varió significativamente al aumentar la concentración de sal en la alimentación, cuando



la temperatura se mantuvo constante, pero se produjo un aumento en el flux de permeado de 10, 19 y 20 % al incrementar la concentración de NaCl de 0 a 35 y 50 g·l<sup>-1</sup>, respectivamente (Figura 1). La retención de sal (NaCl) fue mayor a 97 % en las dos membranas bajo todas las condiciones de operación estudiadas. El análisis de los resultados empleando la linealización de Schofield *et al.* (1986) indicó que los coeficientes de transferencia de masa y de calor de la membrana modificada respecto a la no modificada aumentaron 2.4 y 1.8 veces, respectivamente. En cuanto al coeficiente de transferencia de calor en la capa limite, se obtuvo una disminución de 1.7 veces. Estos cambios se atribuyeron a dos factores principalmente: al aumento de la resistencia térmica debido a la presencia del 1-hexeno en la superficie de la membrana, y a un aumento en la rugosidad de la membrana inducida por la radiación UV, lo que aumentó la turbulencia en la superficie, afectando negativamente el cambio de fase en la entrada de los poros.



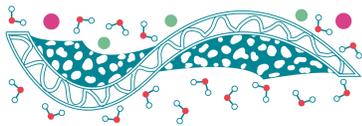
**Figura 1.** Efecto de la temperatura de alimentación y la concentración de NaCl sobre el flux de permeado de la membrana de PP-sin modificar y PP-modificada.

## Conclusiones

Se modificó una membrana de PP con 1-hexeno, radiación UV por 4 h y un foto-iniciador. El análisis del espectro infrarrojo y el ángulo de contacto confirmó el injerto del 1-hexeno en la superficie de la membrana. Se observó que la concentración de sal no tuvo un efecto significativo en el flux de permeado para ambas membranas (PP y PP-modificada), pero el aumento en la temperatura produjo un incremento en el flux de permeado, debido a un aumento en la presión de vapor. Por otro lado, la modificación favoreció el flujo de vapor a través de los poros de la membrana, pero este efecto estuvo limitado por el incremento en la resistencia en la transferencia de calor en la capa limite.

## Referencias

- Jones E., Qadir M., van Vliet M. T., Smakhtin V., Kang S. M. (2019). *The state of desalination and brine production: A global outlook*, *Science of the Total Environment* **657**, 1343-1356.
- Schofield R.W., Fane A.G., Fell C.J.D. (1987). *Heat and mass transfer in membrane distillation*, *Journal of Membrane Science* **33**(3), 299-313.
- El-Bourawi M. S., Ding Z., Ma R., Khayet M. (2006). *A framework for better understanding membrane distillation separation process*, *Journal of Membrane Science* **285**(1-2), 4-29.



## Desarrollo de membranas de polietilenimina y Fumion® para celdas de combustible alcalinas

L.J. Salazar-Gastélum<sup>1</sup>, B.Y. García-Limón<sup>2</sup>, S.W. Lin<sup>1</sup>, R.M. Félix-Navarro<sup>1</sup>,  
M.I. Salazar-Gastélum<sup>2</sup>, T. Romero-Castañón<sup>3</sup>, S. Pérez-Sicairos<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Tecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Tijuana. Centro de Graduados e Investigación en Química, Blvd. Alberto Limón Padilla S/N Col. Otay Tecnológico, CP 22500, Tijuana, BC.

<sup>2</sup>Tecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Tijuana. Posgrado en Ciencias de la Ingeniería, Blvd. Alberto Limón Padilla S/N Col. Otay Tecnológico, CP 22500, Tijuana, BC.

<sup>3</sup>Instituto Nacional de Electricidad y Energías Limpias, Ave. Reforma 113 Col. Palmira. Cuernavaca, Morelos, 62490, México.

\* Autor de correspondencia: sperez@tectijuana.mx

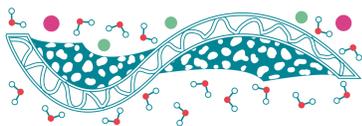
**Palabras clave:** Membrana de intercambio aniónico; Fumion; PEI; capacidad intercambio iónico.

### Introducción

En años recientes el uso de energías renovables se ha vuelto primordial, ya que son procesos limpios y sustentables, este tipo de energías presentan la complicación de producción intermitente, es por ello que se acoplan con sistemas de almacenamiento como lo son las celdas de combustibles y baterías (Wang *et al.*, 2018), ambos tipos de dispositivos utilizan membranas de intercambio iónico, las cuales funcionan como electrolito y como separador de los dos compartimientos. Se han desarrollado membranas de intercambio utilizando una mezcla de polifluoruro de vinilideno (PVDF) y polióxido de fenileno sulfonado (SPPO), este último siendo utilizado frecuentemente en la separación de gases, en procesos de ósmosis inversa y membrana de ultrafiltración (Khodabakhshi *et al.*, 2012). Por otro lado García-Limón y colaboradores, desarrollaron membranas de intercambio protónico para baterías de flujo mezclando PVDF, poliétersulfona (PES) y una solución de Nafion®, en donde basaron el método de preparación de mezclas físicas los tres componentes, donde obtuvieron membranas de una manera más simple y económica.(García-Limón *et al.*, 2019). En este trabajo se reporta la preparación de membranas de intercambio aniónico de diferente composición, empleando como ionómeros PEI y Fumion®.

### Materiales y Métodos

Se prepararon diferentes mezclas poliméricas a partir de PVDF, (PES) y polietilenimina (PEI), y como ionómero comercial Fumion®. El solvente utilizado fue *N*-metil-2-pirrolidona. El contenido total de sólidos en la solución polimérica fue de 16 % en peso. La preparación de la membrana se llevó a cabo mediante moldeo con cuchilla y mediante inversión de fases se finalizó las síntesis de las membranas. Se usó una relación de 0.4 g de PEI/Fumion®, compuestos encargados del transporte de ion OH<sup>-</sup>, por cada gramo de PVDF utilizado. La caracterización de las membranas se llevó a cabo mediante CII, microscopía electrónica de barrido, espectroscopía de infrarrojo, absorción de agua, pruebas de hinchamiento, análisis termogravimétrico y tasa de intercambio aniónico.



## Resultados y Discusiones

Se obtuvieron dos series de membranas donde se evaluó el efecto de polímero encargado del transporte de iones OH<sup>-</sup>. En la Tabla 1 se muestran los resultados para la CII, absorción de agua e hinchamiento.

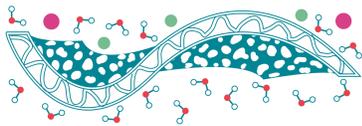
Tabla 1. Caracterizaciones para las membranas desarrolladas.

Serie	Composición	Espesor (μm)	CII (meq m <sup>-2</sup> )	Absorción de agua (%)	Hinchamiento (%)
PEI	6%	60	438	42	10
	5%	30	708	40	24
	4%	41	438	23	11
	3%	35	313	40	15
Fumion®	6%	36	437	7	6
	5%	36	379	7	15
	4%	54	478	8	6
	3%	35	263	14	10

Primeramente, cabe resaltar que en el intervalo de composiciones trabajado para las membranas desarrolladas conteniendo Fumion®, presentan un valor de espesor semejantes, esto se debe al método de preparación y la naturaleza de los polímeros utilizados, ya que las membranas desarrolladas que contienen el ionómero presentan mejores propiedades, en comparación con las que contienen PEI. Por otro lado, las membranas que contienen PEI presentan un valor de absorción de agua alto, lo cual es ideal para el tipo de aplicación; además que su cambio de volumen no es alto, lo cual implicaría que no se pone en riesgo la integridad física de las membranas. Para CII se puede observar que a medida que se aumenta el polímero que contiene aminas este valor aumenta hasta cierto punto donde vuelve a disminuir y es debido a que probablemente la membrana se compacta debido a que esto pasa cuando hay ausencia de PES.

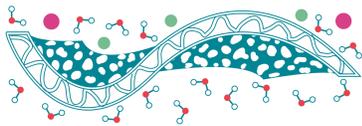
## Conclusiones

Se desarrollaron dos series de membranas, en las cuales ambas presentaron un valor mayor de CII en comparación con la membrana comercial, además de mejores valores de absorción de agua e hinchamiento, donde estas dos últimas son valores que impactan directamente al desempeño de la membrana en el momento de realizar el ensamble.



## Referencias

- García-Limón B.Y., Salazar-Gastélum M.I., Lin S.W., Calva-Yañez J.C., Pérez-Sicairos S. (2019). *Preparation and characterization of PVDF/PES/Nafion® 117 membranes with potential application in vanadium flow batteries*, Revista Mexicana de Ingeniería Química **1218**(2), 477-486.
- Khodabakhshi A.R., Madaeni S.S., Xu T.W., Wu L., Wu C., Li C., ... Khaledi, A. (2012). *Preparation, optimization and characterization of novel ion exchange membranes by blending of chemically modified PVDF and SPPO*, Separation and Purification Technology **90**, 10-21.
- Wang Z., Sankarasubramanian S., Ramani V. (2018). *Advances in anion exchange membranes for electrochemical energy conversion*, Current Opinion in Electrochemistry **12**, 240-245.



## Membrana nanocompuesta para contención de dimetil disulfuro (DMDS) usado como fumigante de suelo

**M. Ibarra-Palomares<sup>1</sup>, E.A. Rivera Paz<sup>2</sup>, R. Flores-Rámirez<sup>3</sup>, G. Terán-Escobar<sup>1</sup>,  
Z.V. Quiñones-Jurado<sup>1,\*</sup>**

<sup>1</sup>Innovación y Desarrollo de Materiales Avanzados A.C, Comisión Federal de Electricidad 730,  
Industrial San Luis, 78395 San Luis Potosí, S.L.P., México.

<sup>2</sup>Centro de Tecnología Avanzada, Eje 126 225, Industrial San Luis, 78395 San Luis Potosí, S.L.P.

<sup>3</sup>Coordinación para la Innovación y Aplicación de la Ciencia y la Tecnología, Universidad Autónoma de San Luis Potosí,  
Av. Sierra Leona 550, Lomas 2ª. Secc., 78210 San Luis Potosí, S.L.P., México.

\*Autor de correspondencia: zoe.vineth@polynnova.mx

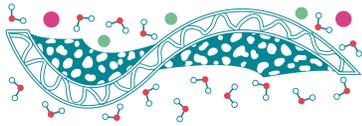
**Palabras clave:** Contención, Dimetil Disulfuro, Membranas plásticas, Barrera de gases, Nanocompositos.

### Introducción

En la actualidad, el sector agrícola mexicano y mundial recurre al uso de fumigantes de suelo para el control de plagas y enfermedades. Un suelo saludable promueve la productividad y rentabilidad de los cultivos, así pues, se garantiza el abastecimiento y acceso de alimentos a la población. Para evitar las emisiones no controladas de fumigante a la atmósfera y además optimizar la concentración de dosificación durante la fumigación del suelo, se ha optado por cubrirlo con membranas plásticas. Ellas son colocadas previo a la fumigación y se mantienen hasta su término (regularmente 15 días), cumplen la función de separar el área tratada del ambiente atmosférico, conteniendo al fumigante por más tiempo y actuando como barrera del gas (Wang *et al.*, 2019). Los fumigantes con base azufre son tendencia reciente en la fumigación por ser de amplio espectro, efectivos y económicos. No obstante, su buen desempeño en campo es función de la resistencia ejercida por la membrana empleada. Por lo tanto, resulta necesario el estudio e implementación de tecnología para el desarrollo de membranas selectivas contra la permeación fumigantes. En este trabajo se estudió la capacidad barrera de una membrana testigo de LLDPE y se comparó con otra membrana de LLDPE que incorpora un nanocompuesto base arcilla, identificado como NC44. Como fumigante fue utilizado el Dimetil Disulfuro (DMDS). Finalmente se caracterizó la estructura interna de las membranas y correlacionó con su efectividad a la contención del gas de DMDS.

### Materiales y Métodos

La permeación de las películas se determinó bajo la norma ASTM E2945-14, el método consiste en usar una celda de difusión estática, donde se coloca la película a analizar entre dos cámaras que se unen herméticamente. La cámara inferior es llamada fuente y la superior recepción. El vapor de fumigante DMDS fue inyectado en la cámara fuente y la concentración de fumigante en ambas cámaras fue muestreado regularmente. Las muestras de gas fumigante fueron analizadas usando un Cromatógrafo de Gases (GC) Agilent 6890 con espectrómetro de masas (MS) Agilent 5975 operado en el modo de monitoreo de iones selectivos (SIM). La estructura interna de las membranas fue



analizada mediante Microscopía Electrónica de Barrido (SEM). Se determinó la capacidad barrera mediante un coeficiente de transferencia de masa ( $h$ ).

## Resultados y Discusiones

La capacidad de contención del fumigante DMDS impuesta por las membranas fue caracterizada midiendo el coeficiente de transferencia de masa (MTC,  $h$ ). A menor valor de MTC, el compuesto permea con lentitud y viceversa. La membrana resultante nanocompuesta con el material NC44 logró aumentar casi 20 veces su capacidad barrera respecto a la película testigo de LLDPE. La contención se logra porque el compuesto NC44 presenta una alta dispersión dentro de la membrana, lo cual promueve un desplazamiento tortuoso que dificulta su difusión (Garofalo *et al.*, 2017).

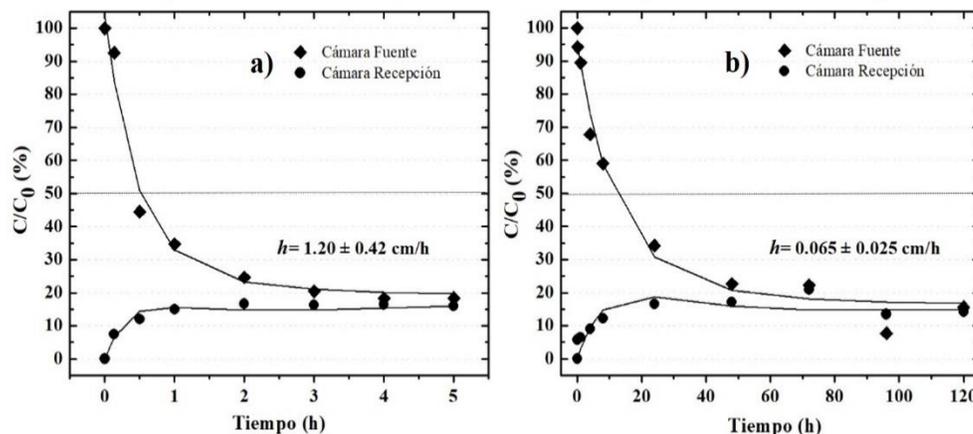


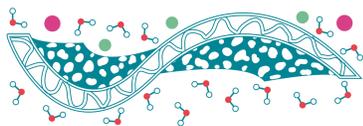
Figura 1. Contención del DMDS presentada por: a) membrana testigo y b) membrana nanocompuesta con NC44.

## Conclusiones

Las membranas compuestas con NC44 se perfilan como buenas contenedoras de DMDS. Su aplicación en la fumigación de suelos con DMDS resultara efectiva.

## Referencias

- ASTM E2945. (2014). *Standard test method for film permeability determination using static permeability*.
- Garofalo E., Scarfo P., Di Maio L., Incarnato L. (2017). *Tuning of Co-extrusion processing conditions and film layout to optimize the performances of PA/PE multilayer nanocomposite films for food packaging*, *Polymer Composites* **39**(9), 3157-3167.
- Wang X., Fang W., Yan D., Han D., Liu J., Ren Z., Cao A. (2019). *Evaluation of the influence of temperature and relative humidity on the permeability of four films to the fumigant dimethyl disulfide*, *Journal of Environmental Management* **236**, 687-694.



## Síntesis de polímeros y fabricación de membranas suspendidas para el desarrollo de biosensores optomicrofluídicos

H.G. Cortes-Cano<sup>1,\*</sup>, J. Herrera-Celis<sup>1</sup>, L.I. Olvera<sup>2</sup>, N. Arjona<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica, Parque Tecnológico Querétaro s/n, Sanfandila, C.P. 76703, Pedro Escobedo, Querétaro, México.

<sup>2</sup> Instituto de Investigaciones en Materiales, Universidad Nacional Autónoma de México, apartado postal 70-360, Ciudad Universitaria, Coyoacán, 04510, Ciudad de México, México.

\* Autor de correspondencia: hcortes@cideteq.mx

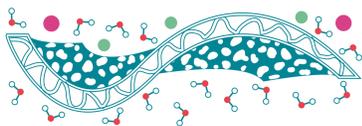
**Palabras clave:** Membrana polimérica; funcionalización; microfluídica; biosensor.

### Introducción

La implementación de técnicas novedosas de sensado requiere del desarrollo de materiales, estructuras y prototipos que permitan la incorporación de dichas técnicas. En ese sentido, este trabajo presenta el desarrollo de un prototipo microfluídico a base de una membrana polimérica suspendida y recubierta con una película nanométrica de oro (Au) para el sensado de microorganismos por espectroscopía Raman aumentada por superficie (*SERS*). Para la detección de microorganismos de interés como la bacteria de *Escherichia coli* se han empleado diversos métodos, entre estos, los basados en biosensores (Ionescu, 2017). El principal interés para el desarrollo de biosensores radica en su corto tiempo de respuesta, posible portabilidad y tamaño reducido, entre otros. Los biosensores utilizan elementos de bioreconocimiento junto con transductores fisicoquímicos para la detección del analito. Entre las técnicas de traducción, resaltan las ópticas por su alta sensibilidad. Adicionalmente, la espectroscopía Raman ofrece la posibilidad de trabajar con sistemas acuosos (Pavel *et al.*, 2008). *SERS* es una versión mejorada que involucra una capa nanométrica metálica, la cual promueve un aumento en la intensidad de la señal Raman (Mosier-Boss, 2017). A continuación, se presentan la síntesis del polímero, la fabricación del prototipo microfluídico y la detección de la capa de funcionalización empleando la técnica *SERS*.

### Materiales y Métodos

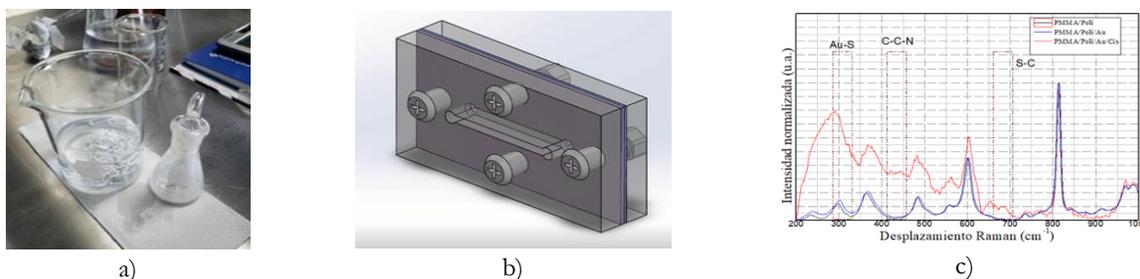
Se realizó la síntesis del polímero (Poli) a base de *p*-terfenilo y ácido bromopirúvico añadiendo ácido trifluorometansulfónico. Se trabajó con este polímero ya que se ha reportado en la literatura que ayuda a la formación espontánea de nanopartículas de oro. Este polímero fue disuelto en ciclohexanona para luego depositarlo sobre una oblea de polimetilmetacrilato (PMMA) mediante la técnica de *spin coating*, dando origen a una película de ~1  $\mu\text{m}$  de espesor. La membrana suspendida se obtuvo después de remover el PMMA por micromaquinado mecánico usando un *micro-CNC* marca *Optimac 5*. Posteriormente, se depositaron 5 nm de Au mediante evaporación por haz de electrones. Un tratamiento en solución acuosa de ácido hidrofúorhídrico se realizó con el fin de aumentar la rugosidad de la superficie.



La funcionalización de la película de Au con grupos amino se realizó sumergiendo la membrana en una solución de cisteamina hidrociorada (Cis) disuelta en buffer de boratos (pH 11.5) al 2 mM durante 24 horas, a temperatura ambiente y en campana de extracción. Finalmente, se evaluó el proceso de funcionalización mediante mediciones de espectroscopía Raman en el rango de 200 a 1000  $\text{cm}^{-1}$  usando el espectrofotómetro Raman *Horiba One*.

## Resultados y Discusiones

En la Figura 1a) se observa el polímero blanco obtenido mediante policondensación. En la Figura 1b) se observa el diseño del prototipo con las distintas capas que se depositaron durante el proceso de fabricación. Las dimensiones del canal microfluídico ubicado sobre la membrana polimérica suspendida son de 1 mm de ancho, 6.25 mm de largo y 800  $\mu\text{m}$  de altura. La Figura 1c) muestra los espectros Raman realizados. Este prototipo y la medición están configurados para que el efecto *SERS* permita sensar las capas sobre la película de Au. Por esta razón los espectros de PMMA/Poli y PMMA/Poli/Au no se diferencian. En cambio, el arreglo PMMA/Poli/Au/Cis permite evidenciar los picos característicos de la capa de Cis correspondientes a enlaces Au-S, C-C-N y S-C.



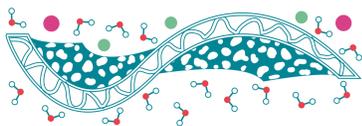
**Figura 1.** a) Polímero obtenido después de la síntesis; b) diseño del prototipo microfluídico; c) espectros Raman de PMMA/Poli, PMMA/Poli/Au y PMMA/Poli/Au/Cis, los rectángulos rojos corresponden a zonas de cisteamina.

## Conclusiones

Se logró fabricar un prototipo microfluídico a base de una membrana polimérica suspendida para el sensado de analitos usando la técnica *SERS*. El efecto *SERS* promovido por la película de Au permitió corroborar la presencia de la capa de funcionalización de cisteamina mediante la aparición de picos en sus zonas características. Este resultado revela las bondades del prototipo para su uso como transductor óptico.

## Referencias

- Ionescu R.E. (2017). *Biosensor platforms for rapid detection of E. coli bacteria*, Recent Advances on Physiology, Pathogenesis and Biotechnological Applications. InTechOpen, London, UK, 275-289.
- Mosier-Boss P.A. (2017). *Review on SERS of Bacteria*, Biosensors 7(4), 51.
- Pavel I., McCarney E., Elkhalel A., Morrill A., Plaxco K., Moskovits M. (2008). *Label-free SERS detection of small proteins modified to act as biofunctional linkers*, The Journal of Physical Chemistry C 112, 4880-4883.



## Síntesis y modificación química del polibenzimidazol PBI-6F para su uso como membranas de separación de gases

M. Rojas-Rodríguez<sup>1\*</sup>, C. Aguilar-Lugo<sup>1</sup>, A. E. Lozano<sup>2</sup>, L. Alexandrova<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Instituto de Investigaciones en Materiales. Universidad Nacional Autónoma de México. Circuito Exterior, Ciudad Universitaria, Coyoacán, 04510, Ciudad de México, México.

<sup>2</sup>Instituto de Ciencia y Tecnología de Polímeros, ICTP-CSIC, Juan de la Cierva. Madrid, España

\* Autor de correspondencia: mariorojas.r@outlook.com

**Palabras Clave:** Policondensación; Separación de Gases, polibenzimidazoles; modificación química, reactivo de Eaton.

### Introducción

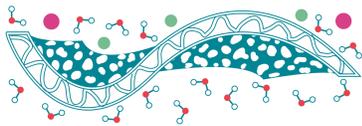
En la actualidad membranas poliméricas han sido utilizados como un método de separación (Liang *et al.*, 2019) para enriquecer corrientes de diversos gases como H<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub>, CO<sub>2</sub>, olefinas y parafinas, siendo una técnica de rápido crecimiento debido a su eficiencia, facilidad de operación y ventajas económicas (Jeon & Lee, 2015). El endulzamiento de gas natural con membranas poliméricas ha ido en aumento como una alternativa para eliminar gases ácidos como: H<sub>2</sub>S y CO<sub>2</sub>. Desafortunadamente en las condiciones de operación bajo altas presiones tienden a plastificarse o hincharse presentando una pérdida drástica de selectividad (Qiu *et al.*, 2011). Por este motivo, se busca sintetizar materiales que sean capaces de presentar propiedades aptas para soportar el estrés por las condiciones de separación y un buen balance entre permeación y selectividad. Recientes investigaciones destacan a las membranas basadas en polibenzimidazoles aromáticos (PBIs) como materiales para la separación y captura de gases en procesos de postcombustión como N<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub> y CH<sub>4</sub>. Su excelente estabilidad térmica los hace buenos candidatos para su uso en condiciones extremas; sin embargo, se sabe que los PBIs presentan una limitada permeabilidad por empaquetamiento entre cadenas además de una baja procesabilidad (Kumbharkar & Kharul, 2009).

En este trabajo se propone la introducción de fragmentos amino alifáticos laterales en el PBI basado en 3,3'-diaminobencidina (DAB), ácido-4,4'-hexafluoroisopropilideno-bisbenzoico (HFA), que ayuden al facilitar el transporte de gases y aumento en la selectividad hacia ciertos pares de gases (CO<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub>), así como el aumento en su procesabilidad.

### Materiales y Métodos

3,3'-diaminobencidina (DAB), ácido-4,4'-hexafluoroisopropilideno-bisbenzoico (HFA), cloroformo, N-metilpirrolidona (NMP), N, N-dimetilacetamida (DMAc), N, N-dimetilformamida (DMF), hidruro de sodio, ácido metanosulfónico y pentóxido de fosforo.

El polibenzimidazol (PBI-6F) fue sintetizado por policondensación con reactivo de Eaton de acuerdo con la literatura (Olvera-Mancilla *et al.*, 2017). Las modificaciones químicas se realizaron en medio alcalino en solución como se ilustra en la Figura 1. Los polímeros fueron caracterizados por: Espectroscopia de infrarrojo (FT-IR), Resonancia Magnética de Protón (RMN <sup>1</sup>H), Análisis



termogravimétrico (TGA), calorimetría diferencial de barrido (DSC) y determinación de propiedades de transporte de gas.

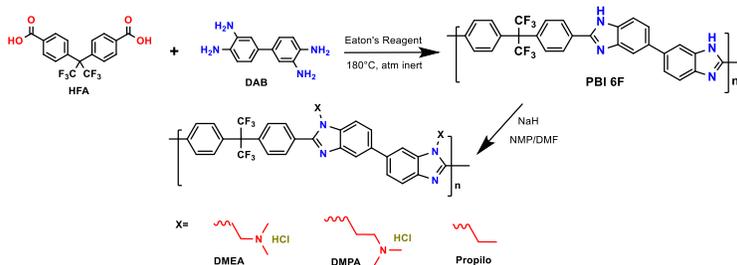


Figura 1. Síntesis y modificación de PBIs.

## Resultados y Discusiones

La síntesis de PBI 6F y sus respectivas modificaciones fueron caracterizadas y confirmadas por IR-FT y (RMN  $^1\text{H}$ ) mostradas en la Figura 2. Además de esto se obtuvieron polímeros altamente solubles en disolventes como: NMP, DMF, DMAc y  $\text{CHCl}_3$ . Los TGA nos muestran que los PBIs presentan una alta estabilidad térmica degradándose entre 450-500 °C y entre 350-400 °C la degradación de los fragmentos que contiene amina.

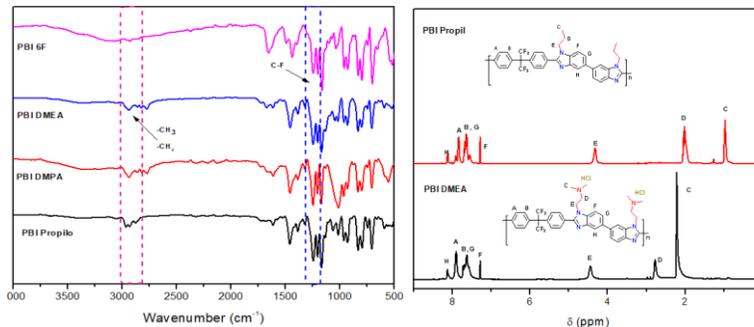


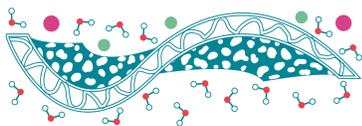
Figura 2. Espectros de infrarrojo (izq.) y RMN  $^1\text{H}$  (der) de los PBIs modificados.

## Conclusiones

Se sintetizó de manera exitosa el polímero de partida PBI 6F con alto peso molecular y baja fracción gel de acuerdo con el método de síntesis reportado en literatura. Las modificaciones del PBI 6F fueron confirmadas a través de RMN  $^1\text{H}$ , IR-FT, análisis térmico entre otras caracterizaciones determinando su uso como membranas para separación de gas y la captura de  $\text{CO}_2$ .

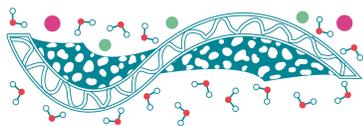
## Agradecimientos

A Gerardo Cedillo Valverde, A. Tejeda Cruz y a E. R-Morales del (IIM-UNAM) por los diferentes análisis y al financiamiento otorgado por PAPIIT con numero IG100420.



## Referencias

- Biswal B.P., Chaudhari H.D., Barnerjee R., Kharul U.K. (2016). *Chemically stable covalent organic framework (COF)-Polybenzimidazole hybrid membranes: enhanced gas separation through pore modulation*, Chemistry—A European Journal **22**(14), 4695-4699.
- Jeon Y.W., Lee D.H. (2015). *Gas membranes for CO<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub> (biogas) separation: a review*, Environmental Engineering Science **32**(2), 71-85.
- Kumbharkar S.C., Kharul U.K. (2009). *N-substitution of polybenzimidazoles: Synthesis and evaluation of physical properties*, European Polymer Journal **45**(12), 3363-3371.
- Liang C.Z., Chung T.S., Lai J.Y. (2019). *A review of polymeric composite membranes for gas separation and energy production*, Progress in Polymer Science **97**, 101141.
- Olvera-Mancilla J., Palacios-Alquisira J., Alexandrova L. (2017). *Eaton's reagent in polybenzimidazole synthesis: The influence of temperature and microwave irradiation*, High Performance Polymers **30**(6), 699-706.
- Qiu W., Chen C. C., Xu L., Cui L., Paul D.R, Koros W.J. (2011). *Sub-T<sub>g</sub> Cross-Linking of a Polyimide Membrane for Enhanced CO<sub>2</sub> Plasticization Resistance for Natural Gas Separation*, Macromolecules **44**(15), 6046-6054.



## Nueva síntesis de PBIs conteniendo derivados de 4,4'-tetraaminotrifenilmetano

M. García Vargas<sup>1,\*</sup>, C. Aguilar Lugo<sup>2</sup>, M. Rojas Rodriguez<sup>2</sup>, L. Alexandrova<sup>2</sup>,  
J. Palacios Alquisira<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Facultad de Química. Depto. Fisicoquímica, Laboratorio 108

<sup>2</sup> Instituto de Investigaciones en Materiales, Laboratorio C-104

\* Autor de correspondencia: miriam.garcia@iim.unam.mx

**Palabras clave:** reactivo de Eaton; polibencimidazoles; trifenilmetano.

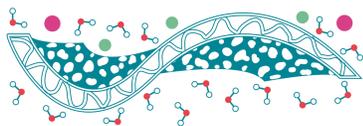
### Introducción

La separación de gases mediante membranas poliméricas ha atraído atención a nivel industrial y académico en las últimas décadas debido a su bajo costo y facilidad de operación (Joseph *et al.*, 2018). Su aplicación industrial se ve limitada debido a su baja permeabilidad y a las condiciones extremas de operación. Los polibencimidazoles son una alternativa debido a sus excelentes propiedades térmicas, mecánicas y químicas (Tsur *et al.*, 1974; Voguel & Marvel, 1963; Liu *et al.*, 2005). Sin embargo, su uso como membranas de separación presenta el inconveniente de una baja permeabilidad, resultado de su estructura rígida que provoca un empaquetamiento denso de cadenas. Una manera de evitarlo es introducir grupos laterales voluminosos, lo cual aumenta la solubilidad y el volumen libre. Esta estrategia se ha usado con en poliimidas y otros polímeros, pero, se ha visto limitada en PBIs debido a la poca variedad estructural de las tetraminas y diácidos comerciales, así como las limitaciones inherentes de los métodos de síntesis existentes.

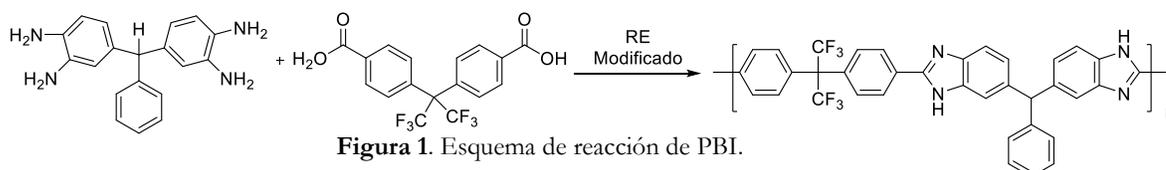
### *Síntesis de Polibencimidazoles*

La síntesis involucra reacciones de condensación y ciclación de los monómeros en estado fundido o en disolventes polares, la principal desventaja son las altas temperaturas de reacción. Se han desarrollado métodos alternativos, como el uso de ácido poli(fosfórico) (PPA) (Asencio *et al.*, 2002) y el reactivo de Eaton (ER) (ac. metanosulfónico (MSA)/P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) (Kim *et al.*, 2004). Ambas alternativas permiten la disminución de la temperatura y el tiempo de reacción, pero el manejo del PPA es complicado por su alta viscosidad; y no hay reportes de la polimerización de monómeros menos reactivos (desactivados) usando alguna de las dos metodologías. Debido a esto, el desarrollo o modificación de la metodología de síntesis de PBIs abriría una amplia gama de posibilidades para nuevas y variadas estructuras y su estudio en la separación de gases. Un monómero interesante para la síntesis de nuevos PBIs es un análogo del 4,4'-diaminotrifenilmetano (TPM) donde el anillo de fenilo colgante propiciaría una mayor separación entre cadenas y por ende un incremento de volumen libre y una mejora en la solubilidad (Aguilar *et al.*, 2016).

En este trabajo se plantea la síntesis de un nuevo polibencimidazol empleando el derivado de TMP 4,4'-(fenilmetileno) bis(benceno-1,2-diamina) y 4,4'-(hexafluoroisopropilideno)bis (ácido benzoico).



Para ello se empleará un reactivo de Eaton modificado. Con esta mezcla de ácidos se espera lograr la activación de monómeros desactivados. Este nuevo PBI puede ser una atractiva membrana de separación de gases debido a la presencia de los grupos  $\text{CF}_3$  y del anillo fenilo colgante en la cadena principal (Figura 1).



## Materiales y Métodos

La tetraamina se sintetizó de acuerdo a la literatura (Jurgen *et al.*, 1989). El polímero se obtiene usando una relación equimolar de TPM y el diácido usando como medio de reacción el reactivo de Eaton modificado ( $\text{MSA}$ ,  $\text{TfOH}$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ ) en diversas relaciones y concentraciones. Los PBIs obtenidos se caracterizaron por RMN, FTIR, TGA.

## Resultados preliminares

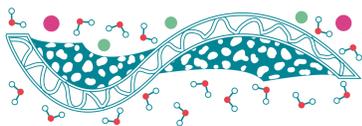
Al incrementar la concentración de  $\text{TfOH}$  en la preparación del RE la reacción se gela rápidamente (a  $T$  mayor a  $100\text{ }^\circ\text{C}$ ); mientras que a  $T$  menor no se llega a la ciclación completa del grupo benzimidazol.

## Agradecimientos

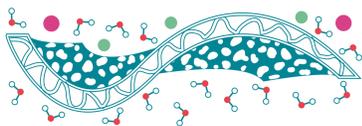
Los autores agradecen a DGAPA por el soporte financiero (PAPIIT IG100420 y la beca otorgada a M. García Vargas).

## Referencias

- Aguilar-Lugo C., Santiago-García J.L., Loria-Bastarrachea M.I., Guzmán-Lucero D., Alexandrova L., Aguilar-Vega M. (2016). *Synthesis, characterization, and structure-property relationships of aromatic polyimides containing 4,4'-diaminotriphenylmethane*, *Journal of Polymer Research* **23**, 49.
- Asensio J.A., Borró S., Gómez Romero P.J. (2002). *Proton-Conducting Polymers Based on Benzimidazoles and Sulfonated Benzimidazoles*, *Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry* **40**(21), 3703-3710.
- Joseph R.M., Merrick M.M., Liu R., Fraser A.C., Moon J.D., Choudhury S.R., Lesko J., Freeman B.D., Riffle J.S. (2018). *Synthesis and characterization of polybenzimidazole membranes for gas separation with improved gas permeability: A grafting and blending approach*, *Journal of Membrane Science* **564**, 587-597.
- Jurgen L., Gunter S. (1989). Germany. Patent No. 0 297 570 A2. *Derivatives of 2,2-bis (3-aminophenyl) hexafluoropropane and process for producing 2,2-bis (3,4-diaminophenyl) hexafluoropropane*.



- Kim H.J., Cho S.Y., An S.J., Eun Y.C., Kim J.Y., Yoon H.K., Kweon H.J., Yew K.H. (2004). *Synthesis of Poly(2,5-benzimidazole) for Use as a Fuel-Cell Membrane*, Macromolecular Rapid Communications **25**(8), 894-897.
- Liu Q.Z., Pu. H.T. (2005). *Advance in research and application of modified polybenzimidazole membranes for fuel cells*, Polymer Materials Science & Engineering **21**, 29-33.
- Tsur Y., Levine H.H., Levy M. (1974). *Effects of structure on properties of some new aromatic-aliphatic polybenzimidazoles*, Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry **12**(7), 1515-1529.
- Vogel H., Marvel C.S. (1963). *Polybenzimidazoles II*, Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry **1**(5), 1531-1541.



## Degradación de diclofenaco mediante un reactor fotocatalítico heterogéneo utilizando nanopartículas de ZnO soportadas en membranas de policaprolactona como agente activo

M.A. Juárez Sánchez<sup>1</sup>, M. Meléndez Lira<sup>2,\*</sup>, C.O. Rodríguez Nava<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Escuela Nacional de Ciencias Biológicas, Instituto Politécnico Nacional, Santo Tomas, CDMX, México

<sup>2</sup> Departamento de Física, Cinvestav-IPN, Zacatenco, CDMX, México

\* Autor de correspondencia: mjuarezs1501@alumno.ipn.mx

**Palabras clave:** fotocatalisis; electrohilado; degradación.

### Introducción

En México los fármacos no son eliminados de forma eficiente en las plantas de tratamiento de aguas residuales; se han estudiado metodologías alternas que permitan degradar por completo o en un alto porcentaje estos compuestos, siendo una de ellas la fotocatalisis heterogénea. Para eliminar los fármacos en una sola etapa, se prepararon membranas a base de policaprolactona con nanopartículas de ZnO adheridas mediante electrohilado para degradar compuestos modelo como azul de metileno y diclofenaco.

Se han realizado diversos estudios utilizando semiconductores, por ejemplo, Sousa *et al.* (2012) analizó la degradación fotocatalítica de 22 fármacos en la planta de tratamiento de aguas residuales del río Febros, Portugal, empleando óxido de Titanio (TiO<sub>2</sub>) en concentración de 200 mg/L suspendido y con radiación solar. Los resultados fueron satisfactorios para las diferentes concentraciones de los compuestos, todos alrededor de ng/L, es decir nano contaminantes.

En cuanto al óxido de Zinc (ZnO) se evaluó la fotodegradación de diferentes contaminantes orgánicos en aguas residuales por la industria textil, los resultados señalan mejoras requeridas en la actividad fotocatalítica del ZnO para la aplicación práctica, se considera un fotocatalizador UV de referencia con baja actividad en luz visible (Lee *et al.*, 2013).

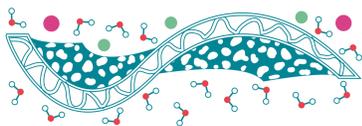
La cuantificación de la degradación del fármaco se llevó a cabo por electroforesis capilar a través del método descrito por Rodríguez *et al.* (2016).

### Materiales y Métodos

*Preparación de soluciones de policaprolactona con ZnO en el disolvente acetona- cloroformo en proporción 1.5:1.*

*Síntesis de membranas mediante electrohilado.* Requiere de una jeringa de 5 ml, un cilindro colector, un controlador de embolo, amplificador de voltaje y papel aluminio.

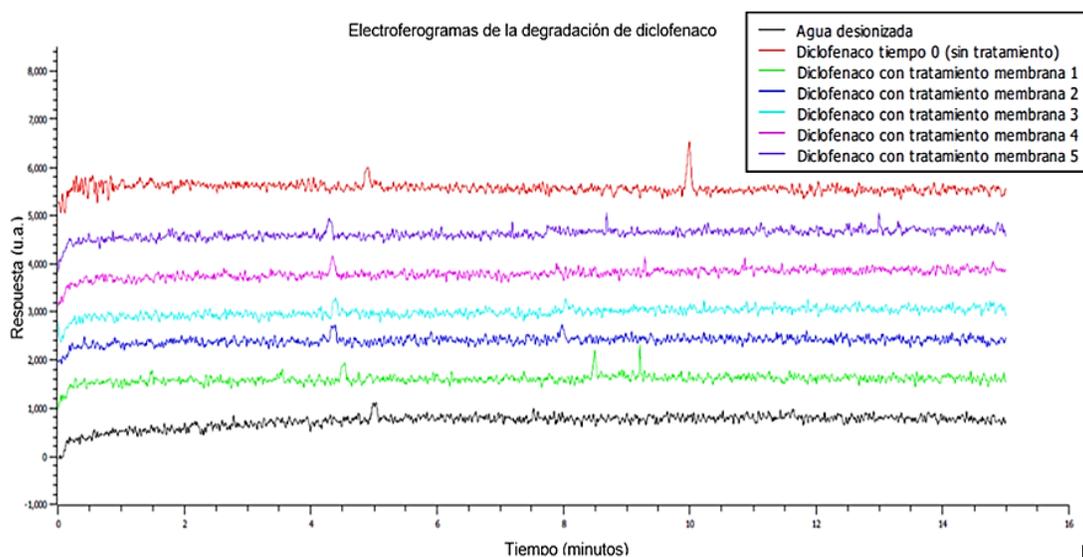
*Degradación de fármacos en un reactor.* Requiere una fuente de luz UV con suficiente energía para activar el semiconductor, además de la propia estructura del reactor.



Verificación de la remoción de los fármacos, mediante espectrometría UV y electroforesis capilar. Requiere un sistema de electroforesis capilar y un espectrómetro UV-Vis.

## Resultados y Discusiones

Se operó un reactor a régimen por lote con un volumen de 500 ml en constante recirculación con una concentración inicial de diclofenaco de 20 mg/L, logrando la degradación completa en cada una de las membranas empleadas con diferente concentración del ZnO en un tiempo de 4 horas, esto bajo exposición UV de 254 nm con una lámpara inmersa en el seno del reactor y corroborando la degradación mediante la desaparición de la lectura típica en la corrida de electroforesis capilar próxima a los 10 minutos, estos se muestran en la Figura 1.



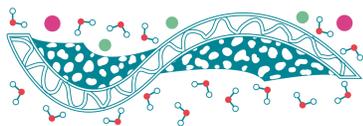
**Figura 1.** Electroferogramas de la degradación de diclofenaco mediante fotocatalisis heterogénea empleando ZnO soportado en membranas de PCL, de arriba hacia abajo: diclofenaco sin tratamiento o blanco (rojo), tratamiento con 0.04 M de ZnO (morado), tratamiento con 0.08 M de ZnO (fiusha), tratamiento con 0.12 M de ZnO (azul celeste), tratamiento con 0.16 M de ZnO (azul rey), tratamiento con 0.2 M de ZnO (verde limón) y agua desionizada (negro).

## Conclusiones

La técnica empleada ha demostrado degradar eficientemente el diclofenaco en un tiempo de 4 horas de acuerdo con las lecturas de electroforesis capilar.

## Referencias

- Lee S.Y., Kim B.J., Park S.J. (2013). *Influence of KOH-activated graphite nanofibers on the electrochemical behavior of Pt-Ru nanoparticle catalysts for fuel cells*, *Journal of Solid State Chemistry* **199**, 258-263.
- Sousa M.A., Gonçalves C., Vilar J.P., Boaventura A.R., Alpendurada M.F. (2012). *Suspended TiO<sub>2</sub>-assisted photocatalytic degradation of emerging contaminants in a municipal WWTP effluent using a solar pilot plant with CPCs*, *Chemical Engineering Journal* **198**, 301-309.



## Caracterización de membranas de intercambio aniónico modificadas electroquímicamente con PANi a diferentes temperaturas

L.M. Alvarez Cerda<sup>1\*</sup>, A. Montes Rojas, L.M. Torres Rodríguez

<sup>1</sup> Universidad Autónoma de San Luis Potosí-Facultad de ciencias químicas, Avenida Dr. Manuel Nava No.6, Zona Universitaria, C.P. 78210.

\* Autor de correspondencia: a88852@alumnos.uaslp.mx

**Palabras clave:** Membranas; PANi; electrosíntesis; temperatura.

### Introducción

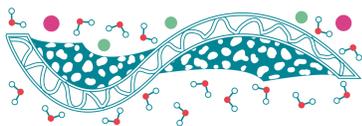
Es de interés vigente la mejora de las propiedades selectivas de las membranas de intercambio iónico (MII), en virtud a la amplia variedad de dominios de aplicación de estos materiales. Una opción es la modificación de su superficie con polímeros conductores electrónicos, entre los cuales sobresale la Polianilina (PANi), por dos razones principales: (a) su conductividad ( $1-10 \text{ S cm}^{-1}$ ) y (b) su característica hidrofílicas, ambas dependientes de la forma química en que se encuentre. En la literatura se menciona (Amado *et al.*, 2004) que estas dos características son suficientes para influir sobre las propiedades de las MII modificadas con este material polimérico. Además, es del conocimiento general (Plesu *et al.*, 2010) que la temperatura de síntesis influye para obtener las mejores características hidrófilas y conductoras posibles de los depósitos de PANi. Según estos reportes, esto se logra al utilizar temperaturas bajas en virtud a que se ralentiza la velocidad de reacción, por consecuencia la cantidad de material depositado. De igual manera se hace referencia en el mismo trabajo a un acomodo más ordenado de los filamentos poliméricos generando una menor resistividad. En vista de esto, en el presente trabajo se estudió el efecto de la temperatura de síntesis de depósitos de PANi sobre las propiedades de una MII modificada con este material.

### Materiales y Métodos

La modificación de las MII se realizó solo sobre una de sus caras por medio de voltamperometría cíclica (VC) en una celda con 3 electrodos (referencia Ag/AgCl, auxiliar Pt y electrodo pasta de carbono de trabajo) (Rojas *et al.*, 2007). El número de ciclos se fijó en 30, la velocidad de barrido en  $100 \text{ mV/s}$  y las temperaturas de estudio fueron  $10$ ,  $15$  y  $20 \text{ }^\circ\text{C}$ . La solución de trabajo consistió en  $0.1 \text{ M}$  de anilina y  $1 \text{ M}$  de  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . La caracterización se realizó por medio de VC. Además, se utilizó la cronopotenciometría para determinar el número de transporte y la espectroscopía UV-VIS para obtener la capacidad de intercambio iónico (CII). Finalmente, se determinó el ángulo de contacto, la energía estática de arrastre (EEA) y los espectros de infrarrojo (IR) de cada MII.

### Resultados y Discusiones

De forma inicial se obtuvo las respuestas voltamperométricas del polímero en la membrana durante su síntesis empleando diferente temperatura. Según estas curvas se observó, para todas las temperaturas, los picos de corriente característicos de la PANi en sus diferentes estados de oxidación.



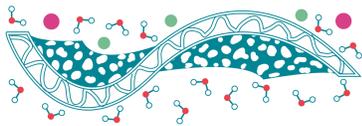
En todos los casos, los picos ven incrementada su magnitud conforme transcurren los ciclos de barrido, lo que confirma el crecimiento del depósito polimérico sobre la membrana. En solución libre de anilina, los voltamperogramas de los depósitos (material electroactivo) obtenidos a diferente temperatura presentan una magnitud proporcional con la temperatura de síntesis. Entonces, tomando el pico de oxidación localizado a 273 mV, su magnitud de corriente pasa de 0.05, 0.366 y 0.780 mA a las temperaturas de 10, 15 y 20 °C respectivamente, confirmando mayor presencia de material electroactivo. También se observó que, al incrementar la cantidad de material depositado sobre la membrana, el acomodo se vuelve más desordenado. Esta tendencia se observa con el incremento en los valores de la EEA con respecto a la temperatura de electrosíntesis, ya que su valor pasó de 4.69 y 4.99 a 13.91 cuando la temperatura fue 10, 15 y 20 °C. Adicionalmente, los espectros de IR de las membranas modificadas confirman la presencia de la PANi en su forma conductora en nuestros depósitos, observándose las bandas características a 1150 y 1240  $\text{cm}^{-1}$ , las cuales son distintivas de la conductividad y presencia de polarón respectivamente. Por otra parte, en el caso del número de transporte obtenido, éste disminuye conforme aumenta la temperatura de electrosíntesis. Para entender este comportamiento se debe considerar que el número de transporte está relacionado a la cantidad de material que se deposita sobre la membrana durante la electrosíntesis. Esto lleva a que los canales en el depósito se van estrechando a medida que se presenta mayor cantidad de PANi y, por lo tanto, es más difícil que pase un ión. Otro efecto que puede contribuir a que disminuya el número de transporte es la hidrofiliidad de la superficie modificada de la membrana. En efecto, a medida que aumenta la temperatura de electrosíntesis, aumentan los valores obtenidos para el ángulo de contacto, en otras palabras, la membrana se vuelve más hidrófoba, debido a esto, es más difícil que un ion hidratado atraviese un ambiente cada vez más hidrófobo. Por último, con respecto a la CII, ésta aumenta al incrementarse la temperatura de electrosíntesis, debido a que el polímero se encuentra en su forma emeraldina sal, por lo que se encuentran cargas fijas en él. Así, al incrementarse la cantidad de material con la temperatura el depósito aporta cada vez más cargas fijas a la membrana.

## Conclusiones

Al disminuir la temperatura de síntesis disminuye la cantidad de material depositado al ralentizar la reacción de polimerización obteniendo un mejor acomodo del material depositado. El número de transporte disminuye debido a un incremento en la hidrofobicidad y a la reducción del espacio en los canales de la membrana. Finalmente, la CII aumenta al aportar más cargas fijas la PANi.

## Referencias

- Amado F.D.R., Gondran E., Ferreira J.Z., (2004). *Synthesis and characterisation of high impact polystyrene/polyaniline composite membranes for electro dialysis*, *Journal of Membrane Science* **234**, 139-145.
- Plesu N., Kellenberger A., Mihali M., (2010). *Effect of temperature on the electrochemical synthesis and properties of polyaniline films*, *Journal of Non-Crystalline Solids* **356**, 1081-1088.
- Rojas A.M., Maldonado Y.O., Rodríguez L.M.T., (2007). *An easy method to modify the exchange membranes of electro dialysis with electrosynthesized polyaniline*, *Journal of Membrane Science* **300**, 2-5.



## Evaluación del método de preparación de membranas de PVDF/ (SPEES/PES) / Nafion NR50® para potencial uso en dispositivos de conversión de energía

B.Y. García-Limón<sup>1</sup>, L.J. Salazar-Gastélum<sup>2</sup>, S. Pérez-Sicairos<sup>1,2,\*</sup>, M.I. Salazar-Gastélum<sup>1</sup>,  
S.W. Lin<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Departamento de Ingeniería Eléctrica y Electrónica, Tecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Tijuana, Blvd. Industrial S/N Tijuana, B. C. México, C.P. 22500

<sup>2</sup>Centro de Graduados e Investigación en Química, Tecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Tijuana, Blvd. Industrial S/N Tijuana, B. C. México, C.P. 22500

\* Autor de correspondencia: sperez@tectijuana.mx

**Palabras clave:** Membranas de intercambio catiónico; PVDF; SPEES; PES; Nafion NR50®; celda de combustible; batería de flujo.

### Introducción

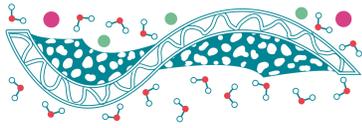
Durante las últimas décadas en el sector energético se han realizado grandes avances en la investigación y desarrollo de energías alternativas, con el fin de satisfacer las necesidades energéticas actuales de la sociedad a nivel mundial (Wee, 2006). El empleo de energía renovable implica el uso de fuentes de energía inagotables. Sin embargo, estas se deben de acoplar a tecnologías de almacenamiento y conversión de energía para aprovechar la energía producida, y para facilitar su distribución (Fu *et al.*, 2016). Dentro de los dispositivos de conversión de energía más desarrollados se encuentran las baterías de flujo y las celdas de combustible, los cuales en su diseño tienen en común el empleo de una membrana de intercambio de cationes (Song *et al.*, 2003). Dicha membrana, además de determinar el tiempo de vida del dispositivo, puede afectar en el funcionamiento, por esta razón la investigación en la mejora de membranas de intercambio catiónico es crucial. En este trabajo se reporta el efecto del método de preparación de membranas para su uso potencial en dispositivos de conversión de energía.

### Materiales y Métodos

En este trabajo se reporta la preparación de membranas densas con dos métodos de preparación diferentes, la aplicación de los polímeros se realizó con el método de *doctor Blade*, con un sistema de velocidad controlada. Se prepararon diferentes soluciones poliméricas, a partir de polifluoruro de vinilideno (PVDF), (poliéter éter sulfona sulfonada (SPEES)/poliéter sulfona (PES)) y Nafion NR50®, con un contenido total de sólidos del 16% p/p., utilizando como solvente para la primera metodología *N*-metil 2-pirrolidona (NMP) y para la segunda metodología dimetilacetamida (DMAc). Las membranas se prepararon por el método de inversión de fases en atmósfera controlada de aire. Las membranas preparadas presentan un potencial uso en dispositivos de conversión de energía y resultan ser una alternativa más económica al uso de la membrana comercial de Nafion®.

### Resultados y Discusiones

Se sintetizaron membranas de un espesor de 50 µm, valor comparable con membranas comerciales, de esta manera se evaluó el efecto del método de preparación y la concentración de los polímeros



empleados sobre sus propiedades morfológicas y de intercambio catiónico de las membranas PVDF/(SPEES/PES)/Nafion NR50<sup>®</sup>. Las membranas se caracterizaron mediante absorción de agua, grado de hinchamiento, análisis termogravimétrico (TGA), microscopía electrónica de barrido (SEM), infrarrojo (FT-IR), análisis mecánico dinámico (DMA), densidad de carga superficial (SDC), microscopía de fuerza atómica (AFM) y tasa de intercambio protónico. En la siguiente tabla se muestra la composición de las membranas sintetizadas, así como algunos de los resultados de las caracterizaciones realizadas.

**Tabla 1.** Características de las membranas sintetizadas.

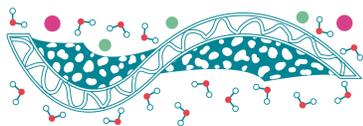
Membrana	Nombre		Concentración (% peso)	Absorción de agua (%)		Grado de hinchamiento (%)		SCD (meq Na <sup>+</sup> /m <sup>2</sup> )	
	M1	M1_2							
PVDF/SPEES/ Nafion NR50 <sup>®</sup>	M1	M1_2	12%/2%/2%	39.62	40.50	32	44	66.58	80.60
	M2	M2_2	10%/3%/3%	36.11	38.92	24	26	91.66	96.44
PVDF/PES/ Nafion NR50 <sup>®</sup>	M3	M3_2	12%/2%/2%	24.16	15	22	14	45.83	53.08
	M4	M4_2	10%/3%/3%	18.62	6.9	10	4	48.33	58.30
Nafion <sup>®</sup>	Nafion <sup>®</sup>		Membrana comercial	15.82	15.82	4	4	77.50	77.50

## Conclusiones

Se evaluó el efecto del método de preparación de las soluciones poliméricas, así como el efecto de la concentración de las membranas de PVDF/(SPEES/PES)/Nafion NR50<sup>®</sup>, para su aplicación en dispositivos de conversión de energía. Del conjunto de membranas sintetizadas, se observa que el efecto de la modificación en la preparación de la mezcla polimérica repercute en los resultados finales al ser evaluadas concluyendo que el mejor método de preparación es el que contiene DMAc como solvente. Los resultados de DMA nos indica que método de preparación favorece en la integración de los polímeros en la mezcla, lo cual se ve reflejado principalmente en las propiedades mecánicas de las membranas. Todos los resultados de la caracterización se compararon con la membrana comercial de Nafion 117<sup>®</sup> y se comprobó que el efecto de la concentración del Nafion NR50<sup>®</sup> es superior al del Nafion 117<sup>®</sup> esto hace que las membranas sintetizadas sean una opción más económica al uso de la membrana comercial.

## Referencias

- Wee J.-H. (2006). *Applications of proton Exchange membrane fuel cells systems*. Department of Chemical and Biological Engineering, Korea University.
- Song M., Kim Y., Fenton J., Kunz H., Rhee H. (2003). *Chemically-modified Nafion<sup>®</sup>/poly(vinylidene fluoride) blend ionomers for proton exchange membrane fuel cells*, *Journal of Power Sources* **117**(1-2), 14-21.
- Fu Z., Liu J., Liu Q. (2016). *SPEEK/PVDF/PES composite as alternative proton exchange membrane for vanadium redox flow batteries*, *Journal of Electronic Materials* **45**(1), 666-671.



## Separación de gases mediante membranas de matriz mixta a base de fluoropolímeros

H. Hernández-Martínez<sup>1\*</sup>, F. Espejel-Ayala<sup>1</sup>, E.J. Coutiño-González<sup>2</sup>, L.I. Olvera<sup>3</sup>,  
F.A. Ruiz-Treviño<sup>4</sup>, A.L. García-Riego<sup>5</sup>

<sup>1</sup> Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica, Parque Industrial Querétaro, Sanfandila s/n, Pedro Escobedo, Querétaro 76703, México.

<sup>2</sup> Centro de Investigaciones en Óptica, A. C., Loma del Bosque 115, Colonia Lomas del Campestre, León, Guanajuato 37150, México.

<sup>3</sup> Instituto de Investigaciones en Materiales, Universidad Nacional Autónoma de México, Apartado Postal 70-360, CU, Coyoacán 04510, Ciudad de México, México.

<sup>4</sup> Departamento de Ingeniería Química, Industrial y de Alimentos, Universidad Iberoamericana, Prol. Paseo de la Reforma No. 880, Lomas de Santa Fe, Ciudad de México 01219, México

<sup>5</sup> Tecnológico de Estudios Superiores de San Felipe del Progreso, Av. Instituto Tecnológico S/N, Ejido de San Felipe del Progreso, San Felipe del Progreso.

\* Autor de correspondencia: hughmar13@yahoo.com.mx

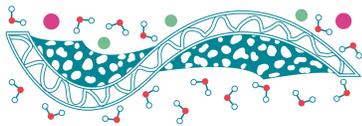
**Palabras clave:** Fluoropolímeros; permeabilidad; selectividad; membranas de matriz mixta.

### Introducción

La tecnología de membranas es un campo muy competitivo para la separación y/o captura de gases. Sin embargo, su principal limitación es la relación permeabilidad-selectividad, ya que las membranas con alta permeabilidad presentan baja selectividad y viceversa (Robeson, 2008). En años recientes, se han desarrollado diferentes materiales inorgánicos demostrando prometedoras características con sus propias ventajas y limitaciones bajo condiciones de investigación (Bernardo *et al.*, 2009; Kim *et al.*, 2019). Estos materiales inorgánicos exhiben altos rendimientos de permeabilidad de gases, así como selectividad (Kim *et al.*, 2019). Por lo tanto, una forma de mejorar el rendimiento de membranas poliméricas es incorporar materiales inorgánicos como rellenos (Nik *et al.*, 2011). En este trabajo se explora el desarrollo y caracterización de membranas de matriz mixta (MMMs) a partir de fluoropolímeros aromáticos cargados con zeolita Fau X Na para separación de gases con la finalidad de lograr establecer una relación estructura procesamiento propiedad que permita el diseño óptimo de materiales funcionales para su utilización en tecnología de membranas.

### Materiales y Métodos

Todos los materiales fueron adquiridos en Sigma Aldrich, 2,2,2-trifluoroacetofenona, m-terfenilo, p-terfenilo fueron utilizados sin purificación. N-metil-2-pirrolidona (NMP), cloroformo (CHCl<sub>3</sub>), diclorometano (CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>) y ácido trifluorometanosulfónico (TFSA) fueron destilados antes de su uso. La zeolita Fau X Na fue obtenida de CLARIANT. La síntesis de los polímeros se llevó a cabo mediante una policondensación en un solo paso sin la utilización de catalizadores metálicos a temperatura ambiente bajo catálisis super ácida (Olvera *et al.*, 2013). Para la formación de membranas se utilizó el método de disolución-evaporación (casting). Las MMMs fueron preparadas adicionando 4 % en peso



de zeolita, relativo al peso del polímero en disolución (NMP o  $\text{CHCl}_3$ ). Los materiales se caracterizaron mediante SEM, TGA y Permeabilidad de gases.

## Resultados y Discusiones

Se desarrollaron diferentes membranas de matriz mixta a partir de los polímeros 2aA y 2aB y la zeolita Fau NaX. En la Figura 1 se muestra las microscopías de las MMMs preparadas en NMP, en ella se aprecia que el sistema polímero-zeolita no presenta buena compatibilidad debido a la presencia de huecos interfaciales. La interacción polímero-zeolita fue mejorada considerablemente al utilizar  $\text{CHCl}_3$  para formar la membrana tal como se muestra en la Figura 2, donde es posible observar una mejor distribución de las partículas de zeolita en la matriz polimérica generando mayor compatibilidad.

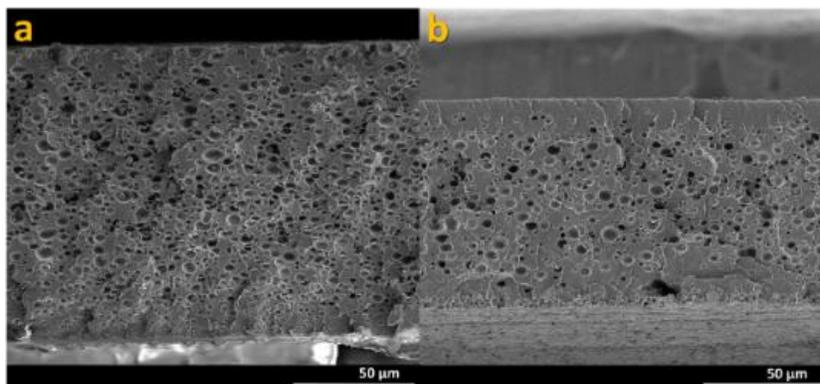


Figura 1. SEM de las MMMs en NMP, a) 2aA-NaX4, b) 2aB-NaX4.

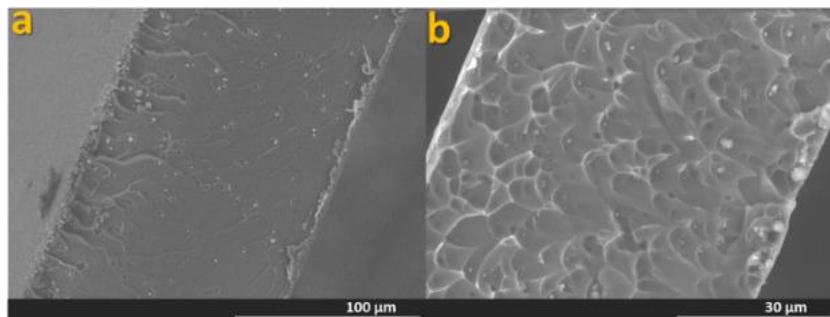
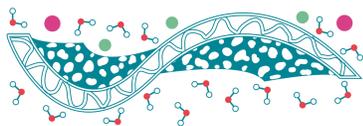


Figura 2. SEM de las MMMs preparadas en  $\text{CHCl}_3$ , a) 2aA-NaX4, b) 2aB-NaX4

Los resultados de permeabilidad muestran que el polímero 2aA presenta coeficientes de permeabilidad mayores que el polímero 2aB (excepto para  $\text{H}_2$ ). Sin embargo, la selectividad es mayor en el polímero 2aB, lo cual se relaciona con los coeficientes de solubilidad de los gases medidos en cada sistema polimérico. La adición de zeolita mejoró la permeabilidad de gases en todos los casos.



**Tabla 1.** Coeficientes de permeabilidad de gases y selectividad ideal, medidos a 35 °C y 2 bar, para membranas de los polímeros 2aA y 2aB, y sus respectivas membranas de matriz mixta.

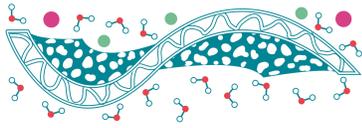
Membrana	Coeficiente de permeabilidad, <sup>a</sup> $P(i)$			Selectividad			
	H <sub>2</sub>	O <sub>2</sub>	CO <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> /CH <sub>4</sub>	O <sub>2</sub> /N <sub>2</sub>	CO <sub>2</sub> /N <sub>2</sub>	CO <sub>2</sub> /CH <sub>4</sub>
2aA	30	7.5	46	10	3.6	22	16
2aA-NaX4	111	31.0	191	9	3.5	22	15
2aB	35	5.6	28	26	4.6	23	21
2aB-NaX4	61	8.6	40	31	4.8	22	20

## Conclusiones

Se sintetizaron dos fluoropolímeros y se desarrollaron membranas de matriz mixta zeolita NaX. La adición de zeolita a las matrices poliméricas proporciona materiales con diferentes morfologías dependiendo el disolvente utilizado. La compatibilidad entre los sistemas polímero zeolita se favorece al utilizar CHCl<sub>3</sub> como disolvente. La presencia de zeolita mejora la permeabilidad de gases. El desarrollo de este trabajo es una primera aproximación en el uso de este tipo de polímeros en membranas de matriz mixta para aplicaciones en separación de gases.

## Referencias

- Bernardo P., Drioli E., Golemme G. (2009). *Membrane gas separation: a review/ state of the art*, Industrial & Engineering Chemistry Research **48**, 4638-4663.
- Kim J.S., Moon S.J., Wang H.H., Kim S., Lee Y.M. (2019). *Mixed matrix membranes with a thermally rearranged polymer and ZIF-8 for hydrogen separation*, Journal of Membrane Science **582**, 381-390.
- Nik O.G., Chen X.Y., Kaliaguine S. (2011). *Amine-functionalized zeolite FAU/EMT polyimide mixed matrix membranes for CO<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub> separation*, Journal of Membrane Science **379**, 468-478.
- Olvera L.I., Guzmán-Gutiérrez M.T., Zolotukhin M.G., Fomine S., Cárdenas J., Ruiz-Trevino F.A., Villers D., Ezquerro T.A., Prokhorov E. (2013). *Novel high molecular weight aromatic fluorinated polymers from one-pot, metal-free step polymerizations*, Macromolecules **46**(18), 7245-7256.
- Robeson L.M. (2008). *The upper bound revisited*, Journal of Membrane Science **320**(1-2), 390-400.



## Síntesis de una membrana nanoestructurada de alginato de calcio y polivinilo alcohol mediante electrohilado con posible aplicación ingeniería de tejidos

T. Pérez Moreno<sup>1</sup>, E.A. Elizalde Peña<sup>1</sup>, I. Santos Saucedo<sup>2</sup>, R. Ramírez Bon<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Universidad Autónoma de Querétaro

<sup>2</sup> Cinvestav, Qro.

**Palabras clave:** nanofibras; alginato; polivinilo alcohol; electrohilado.

### Introducción

Dentro de la ingeniería de tejidos, se ha buscado la aplicación de biomateriales que puedan ser aplicados de manera tópica en heridas que involucran daño en los tejidos de un organismo (Adhanom, 2017). Las lesiones en los tejidos provocan la activación de la cascada de señalización hemostásica, el cual es un proceso que involucra interacciones físicas y químicas para promover la agregación plaquetaria y la formación de un coágulo estable (Lanza *et al.*, 2011).

Los diferentes biomateriales se utilizan como soporte o recubrimiento de diferentes materiales (Colorado *et al.*, 2013); estos son sintetizados en diferentes estructuras dependiendo de la aplicación deseada (Aguilar *et al.*, 2019) (por distintas técnicas, como el electrohilado para obtener fibras) (Xue *et al.*, 2019). La implementación de biomateriales nanoestructurados ha demostrado una buena respuesta, ya que las estructuras pueden adaptarse a la aplicación que se desea (Haider *et al.*, 2015).

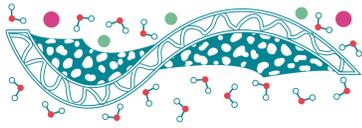
En este trabajo, se desarrolló una membrana nanofibrosa de alginato de calcio (CaAlg) y polivinilo alcohol (PVA, por sus siglas en inglés) por medio de la técnica de electrohilado, con la finalidad de que intervenga en la cascada de señalización de la hemostasia, así como una barrera física que detenga la hemorragia en el tejido herido.

### Materiales y Métodos

Los materiales utilizados fueron alginato de sodio y polivinilo alcohol, ambos se disolvieron en agua destilada y se probaron diferentes relaciones de mezcla. Para la técnica de electrohilado se probó un voltaje entre 10 a 25 kV, distancias entre el colector y la placa de 10 a 25 cm, y flujos de 0.1 a 3 ml/h.

### Resultados y Discusiones

Se probaron diferentes arreglos de la técnica de síntesis, como fue el arreglo sencillo y coaxial. La caracterización del material involucró Microscopía Electrónica de Barrido (SEM por sus siglas en inglés) para determinar el tamaño de las fibras, las cuales se encuentran dentro de la escala nanométrica, obteniéndose un diámetro de  $70 \pm 31$  nm como se muestra en la Figura 1, donde se observan fibras de homogéneas y con escasas impurezas.



Por otro lado, se llevó a cabo Espectroscopia de Infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR por sus siglas en inglés) donde se identificó la interacción electrostática de los polímeros, dando como resultado interacciones intermoleculares que permite obtener esa morfología.

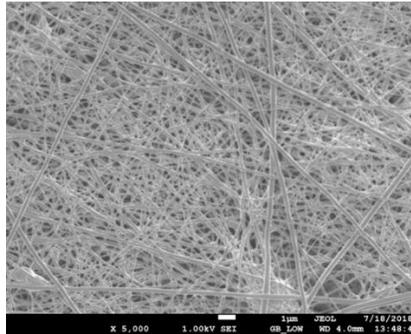


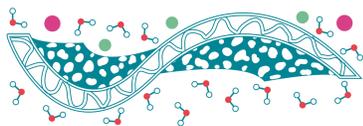
Figura 1. Micrografía de SEM de nanofibras por sistema coaxial de alginato y PVA.

## Conclusiones

Se logró sintetizar una membrana de nanofibras de alginato de sodio y polivinilo alcohol mediante de la técnica de electrohilado, las fibras se obtuvieron tanto con una mezcla homogénea de ambos polímeros como con la implementación del sistema coaxial, obteniéndose un tamaño promedio de las fibras de alrededor de  $70 \pm 31$  nm. El PVA permitió contribuir a que las cadenas poliméricas del NaAlg tengan un arreglo de cargas conformacionales que les permita electrohilarse, ya que por sí solo no es posible lograrlo.

## Referencias

- Adhanom T. (2017). Principales causas de defunción, Organización Mundial de la Salud, Ginebra.
- Aguilar M.R., San Román J. (2019). *Smart instructive polymers substrates for tissue engineering*, Smart Polymeres and their applications, Elsevier, United Kingdom, 411-429.
- Colorado A.C., Agudelo C.A., Mocada M.E. (2013). *Análisis de biomateriales para uso en ingeniería de tejido de piel: revisión*, Revista Ingeniería Biomédica 7, 11-23.
- Haider A., Haider S., Kang I.K. (2018). *A comprehensive review summarizing the effect of electrospinning parameters and potential applications of nanofibers in biomedical and biotechnology*, Arabian Journal of Chemistry 11(8) 1165-1188.
- Lanza R., Langer R., Vacanti J.P. (2011). Principles of Tissue Engineering, Elsevier.
- Xue J., Wu T., Dai Y., Xia Y. (2019). *Electrospinning and Electrospun Nanofibers: Methods, Materials, and Application*, Chemical Reviews 119(8), 5298-5415.



## Polibencimidazoles N-sustituídos obtenidos por reordenamiento térmico y su aplicación como membranas de separación de gases

C. Aguilar-Lugo<sup>1,\*</sup>, M. Rojas-Rodríguez<sup>1</sup>, E. Aguilar-Martínez<sup>1</sup>, A.E. Lozano<sup>2</sup>,  
L. Alexandrova<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Universidad Nacional Autónoma de México, Ciudad Universitaria, 04510, CDMX, México.

<sup>2</sup> Instituto de Ciencia y Tecnología de Polímeros, ICTP-CSIC, Juan de la Cierva 3, E-28006 Madrid, España.

\* Autor de correspondencia: carla.aguilar@iim.unam.mx

**Palabras clave:** Polibencimidazol, Reordenamiento Térmico, Separación de gases.

### Introducción

La separación de mezclas de gases usando membranas poliméricas surge como una alternativa para la reducción del consumo energético con respecto a los enfoques tradicionales. Sin embargo, la mayor parte de los polímeros tradicionales no han logrado satisfacer las necesidades industriales de alta productividad en ambientes hostiles. Por lo que el desarrollo de materiales poliméricos térmicamente estables y químicamente resistentes que posean una alta capacidad de separación es un tema en constante desarrollo. En el 2007 se produjo un gran avance cuando el grupo de Park y Lee desarrollaron los polímeros por reordenamiento térmico (TR) (Park *et al.*, 2007). Estos materiales tienen una alta productividad sobrepasando el límite teórico de Robeson. Se obtienen a través del reordenamiento en fase sólida de una membrana polimérica rígida a otra estructura también rígida usando un tratamiento térmico obteniéndose materiales con alta permeabilidad y selectividad. La mayor parte de los estudios se basan en la obtención de polibenzoxazoles (TR-PBO) a partir de *o*-hidroxipoliimididas (Calle *et al.*, 2012); sin embargo, se han reportado polibencimidazoles (TR-PBI) a partir de *o*-amino poliimididas (Han *et al.*, 2010). Estos TR-PBI presentan la alta estabilidad térmica y química de los PBI convencionales, así como una alta productividad para separar diversos pares de gases.

En este trabajo, se sintetizaron dos monómeros N-sustituídos: 1,3-N-fenil-4,6-tetraminobenceno (NPh-4ABz) y 1-N-fenil-2,4-triaminobenceno (NPh-3ABz) de acuerdo a la metodología desarrollada en nuestro grupo de investigación (Olvera *et al.*, 2020). Estos monómeros se hicieron reaccionar con el 4,4'-(Hexafluoroisopropilideno)anhídrido diftálico para obtener una *o*-amino poliimida. Una vez hecha la membrana se trató térmicamente (350-380 °C) para obtener el TR-PBI N-sustituído. Se espera que la transformación en estado sólido de *o*-aminoPI a TR-PBI por la pérdida de CO<sub>2</sub> genere un material con un mayor volumen libre y mejores propiedades de separación de gases.

### Metodología

Se obtuvo la *o*-aminopoliimida por el método de dos etapas (Figura 1). El reordenamiento térmico se llevó a cabo con diferentes protocolos de calentamiento entre 350-380 °C en N<sub>2</sub> para obtener el TR-PBI. El proceso de reordenamiento térmico se siguió por medio de FT-IR y TGA-MS. Todas las membranas obtenidas se caracterizaron por FT-IR, TGA, y transporte de gases puros.

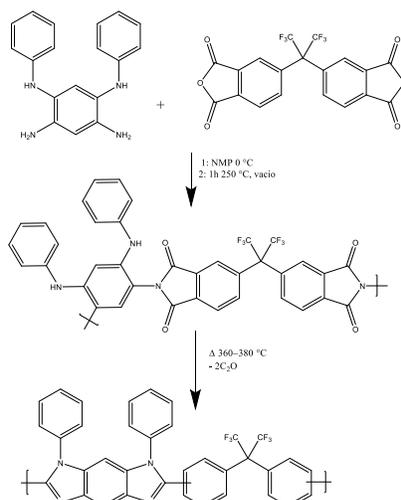
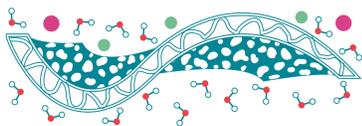


Figura 1. Síntesis del TR-PBI N-sustituido.

## Resultados Preliminares

La TGA-MS mostró que la o-aminoPI perdía CO<sub>2</sub> alrededor de 340 °C, lo que indicó que se produce el reordenamiento que se esperaba a TR-PBI. Esto también se pudo observar en el FT-IR de las membranas donde las señales de PI desaparecían para dar lugar a las de PBI.

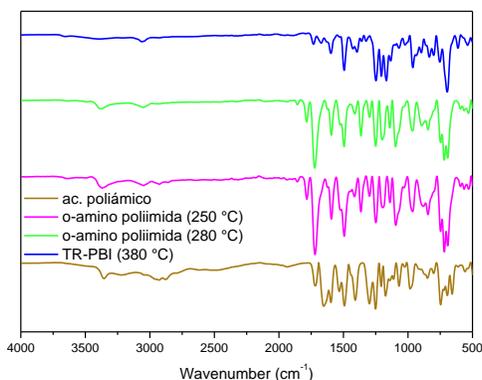


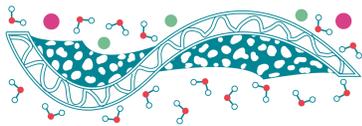
Figura 2. FT-IR de las membranas tratadas a diferentes temperaturas.

## Agradecimientos

A Gerardo Cedillo Valverde, A. Tejeda Cruz y a E. R-Morales del (IIM-UNAM) por los diferentes análisis y al financiamiento otorgado por PAPIIT con número IG100420.

## Referencias

- Calle M., Lozano A.E., Lee Y.M. (2012). *Eur. Polym. J.* **48**, 1313-1322.  
Han S.H., Lee J.E., Lee KJ, Park HB, Lee YM (2010). *J. Membr. Sci.* **357**, 143-151  
Olvera-Mancilla J., Aguilar-Lugo C., Alexandrova L. (2020). *ChemSelect* **5**, 5082-5091.  
Park H.B., Jung C.H., Lee Y.M. (2007). *Science* **318**, 254–258



## Cinética de remoción de arsénico (V) por membranas de PP-Q

J.J. García-García\*, R.M. Gómez-Espinosa, R. Natividad Rangel, R. Romero Romero,  
G. Roa Morales

Centro Conjunto de Investigación en Química Sustentable UAEM-UNAM, km 14.5 Carretera Toluca-Atlaquemulco,  
San Cayetano, 50200 Toluca, MEX, México

\* Autor de correspondencia: jeorsi17@hotmail.com

**Palabras clave:** Cinética; Arsénico V; Polipropileno; Quitosano.

### Introducción

La presencia de arsénico a altas concentraciones en ambientes acuosos sigue siendo un fenómeno global, se ha reportado contaminación por arsénico en China, Chile, Estados Unidos, Taiwán, México, Argentina, Polonia, Canadá, Hungría, Nueva Zelanda, Japón e India. El arsénico está presente en agua tanto en forma orgánica como inorgánica, siendo esta última la forma en que se haya en las aguas naturales (Murcott, 2012). En México se estima que alrededor de 500,000 habitantes de comunidades rurales ingieren agua con concentraciones mayores a 0.025 µg/L de As, lo cual representa un grave problema de salud pública (Delgado, 2003). Debido a lo anterior se torna muy importante realizar investigación que permita aportar una alternativa de solución a este problema. La adsorción de arsénico (V) utilizando membranas de polipropileno modificadas con quitosano en agua condicionada, fue analizada determinando la capacidad de adsorción de la membrana PP-Q.

### Materiales y Métodos

Para la determinación de arsénico V se utilizó el método espectrofotométrico UV-Vis mediante el complejo dietilditiocarbamato de plata (AgDDTC). Los experimentos de adsorción se realizaron en un sistema continuo usando matraces Erlenmeyer y la temperatura fue 25 °C. El pH no se controló durante la sorción. Para la cinética de adsorción de As V con membranas PP-Q se evaluó agitando 8 membranas de 4x4 cm con un mismo grado de injerto. En 600 ml de solución de As V con una concentración inicial de 400 mg L<sup>-1</sup> durante 2 h en un sistema continuo en agitación a 120 rpm a temperatura ambiente. El pH de la solución de As (V) se ajustó a 1.0 mediante la adición de ácido clorhídrico 0.1 M.

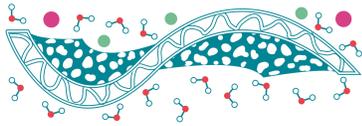
### Resultados y Discusiones

Para investigar la cinética de la adsorción de As (V) por las membranas de PP-Q, se evaluaron los tres modelos cinéticos. En las siguientes ecuaciones representan los modelos de pseudo primer orden (1), pseudo segundo orden (2) y modelo de Elovich (3).

$$\log(q_e - q_t) = \log(q_e) - K_1 / 2.303 \times t \quad (1)$$

$$tq = k_2 q_e^2 t / 1 + K_2 q_e t \quad (2)$$

$$q_t = a + 2.303 b \log(t) \quad (3)$$



La Figura 1 representa los datos ajustados a los tres modelos, mientras que en la Tabla 1 se muestran los parámetros obtenidos a partir del ajuste por regresión lineal de los datos de cinética a los modelos estudiados. Con base al coeficiente de correlación y el mecanismo planteado por cada modelo, se seleccionó el que mejor describe el proceso de adsorción de los iones arsénico en la membrana de PP-Q.

El análisis de los modelos sugiere el buen acuerdo entre los datos experimentales y el modelo de pseudo segundo orden nos dice que el proceso dominante es la quimisorción. Esta observación está de acuerdo con estudios de adsorción de arsénico utilizando adsorbentes a base de quitosano (Bhowmick *et al.*, 2014; Elwakeel *et al.*, 2015; Qi *et al.*, 2015; Malwal *et al.*, 2017; Lee *et al.*, 2017; Asere *et al.*, 2017) informaron que el modelo de pseudo-segundo orden es el más adecuado para describir la adsorción de arsénico V utilizando quitosano como es el caso en este trabajo.

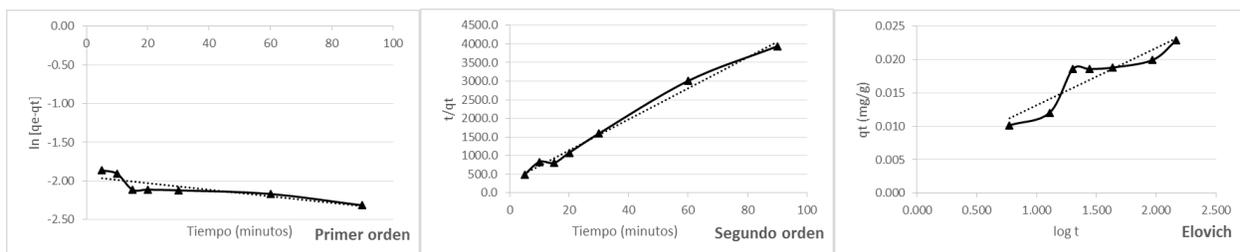


Figura 1. Modelos cinéticos para la adsorción de As V por PP-Q.

Tabla 1. Parámetros de los modelos cinéticos de adsorción de la membrana PP-Q para arsénico V.

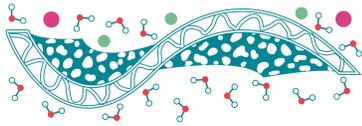
Modelo	Constantes cinéticas
Pseudo 1 <sup>er</sup> orden	$K_1 = 5.59629 \times 10^{-3}$ , $R^2 = 0.73$ , $q_{e,exp} = 0.0113$ , $q_{e,teor} = 0.031$
Pseudo 2 <sup>do</sup> orden	$K_2 = 5.609$ , $R^2 = 0.99$ , $q_{e,exp} = 0.0240$ , $q_{e,teor} = 0.031$
Elovich	$a = 0.0045$ , $b = 3.73 \times 10^{-3}$ , $R^2 = 0.84$

## Conclusiones

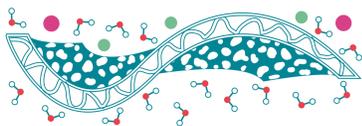
La membrana PP-Q mostro tener capacidad de adsorción (0.031 mg/g) con una eficiencia de eliminación de As (V) (75%) a pH 1. Se encontró que el mecanismo de adsorción de As está controlado por la protonación de los grupos amino del quitosano. La adsorción de arsénico siguió el modelo cinético de pseudo segundo orden, lo que sugiere un proceso de quimisorción. Por lo que la membrana PP-Q tienen un potencial para la remediación de arsénico.

## Referencias

Bhowmick S., Chakraborty S., Mondal P., Van Renterghem W., Van den Berghe S., Roman-Ross G., Iglesias M. (2014). *Montmorillonite-supported nanoscale zero-valent iron for removal of arsenic from aqueous solution: Kinetics and mechanism*, *Chemical Engineering Journal* **243**, 14-23.



- Elwakeel K.Z., Guibal E. (2015). *Arsenic (V) sorption using chitosan/Cu (OH)<sub>2</sub> and chitosan/CuO composite sorbents*, Carbohydrate polymers **134**, 190-204.
- Malwal D., Gopinath P. (2017). *Silica stabilized magnetic-chitosan beads for removal of arsenic from water*. Colloid and Interface Science Communications **19**, 14-19.
- Murcott, S. (2012). Arsenic Contamination in the World. IWA Publishing.
- Qi J., Zhang G., Li H. (2015). *Efficient removal of arsenic from water using a granular adsorbent: Fe–Mn binary oxide impregnated chitosan bead*, Bioresource Technology **193**, 243-249.



## Nanoingeniería aplicada en la interfase anódica para el desarrollo de baterías Zinc-aire de alta durabilidad

A.L. Díaz-Patiño<sup>1</sup>, J. Béjar<sup>1</sup>, G. Trejo<sup>1</sup>, L.G. Arriaga<sup>1</sup>, M. Guerra-Balcázar<sup>2</sup>,  
L. Álvarez-Contreras<sup>3</sup>, N. Arjona<sup>1,\*</sup>

<sup>1</sup> Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica S. C., Parque Tecnológico Querétaro, Sanfandila, Pedro Escobedo, C.P. 76703, Querétaro, México.

<sup>2</sup> Facultad de Ingeniería, División de Investigación y Posgrado, Universidad Autónoma de Querétaro, Querétaro, C.P. 76010, México.

<sup>3</sup> Centro de Investigación en Materiales Avanzados S. C., Complejo Industrial Chihuahua, Chihuahua, C.P. 31136, México.

\* Autor de correspondencia: wvelazquez@cideteq.mx; noe.arjona@yahoo.com.mx

**Palabras clave:** Batería Zn-aire; electrolito de gel polimérico; PAAK.

### Introducción

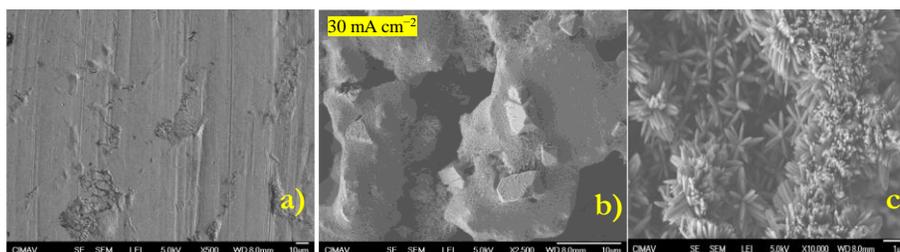
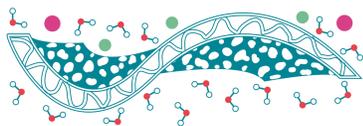
Las baterías metal-aire son una alternativa para suministrar la demanda energética de diferentes tecnologías (Fan *et al.*, 2019); sin embargo, estos dispositivos experimentan cuatro principales problemas en su compartimento anódico que afectan su rendimiento como lo es la formación dendrítica, el cambio de forma del electrodo, la pasivación y la corrosión (Yi *et al.*, 2018). En el presente trabajo se muestra la nanoingeniería aplicada en la interfaz anódica al mostrar una comparativa entre el uso de electrodos masivos de Zinc y electrodos anódicos 3D de Zn/C en una batería primaria Zn-aire.

### Materiales y Métodos

Para los electrodeósitos de Zn/Cp 3D se utilizó papel carbón Toray, para los GPEs se utilizaron diferentes concentraciones de PAAK 3, 6, 8 y 10 wt%, se utilizó como aditivo en el electrolito 1 mM de CTAB. Caracterización fisicoquímica: tanto de los electrodos anódicos y los electrolitos FE-SEM, EDX, XRD, XPS y Espectroscopia Raman. Técnicas para su caracterización electroquímica en celda completa fueron LSV, EIS, descarga a 10 minutos en 1.6, 5, 8.3 y 13.3 mA cm<sup>-2</sup>, 4 horas a 1.6 cm<sup>-2</sup>

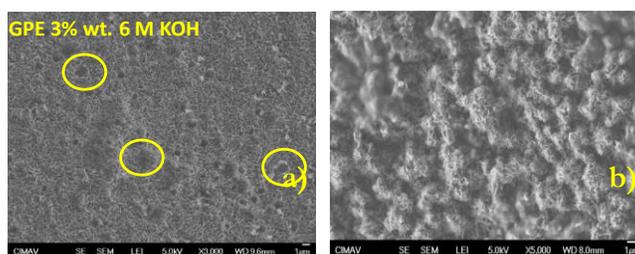
### Resultados y Discusiones

El uso de un electrodo de Zn masivo en conjunto con un electrolito acuoso de KOH 6 M mostró a diferentes descargas (3, 15 y 30 mA cm<sup>-2</sup>) cambios significativos en la superficie del ánodo (Figura 1 a y b), al igual que al incorporar el GPE 3 wt. % fue posible observar que el gel polimérico evita a los cambios de forma en el ánodo, sin embargo, se observó un crecimiento indeseado de dendritas en forma de nanoagujas (Figura 1c).



**Figura 1.** a) Electrodo de Zn comercial nuevo, b) electrodo de Zn comercial después de una descarga a 30 mA, c) Electrodo de Zn masivo después de la prueba de estabilidad por 24 horas.

El uso del GPE 3 wt.% en conjunto con un electrodo de Zn/Cp mostró una disminución de los cambios de forma y formación de dendritas en el ánodo (Figura 2 a), sin embargo, fue posible observar huecos en su superficie que se puede atribuir a HER generadas en la descarga. Finalmente se utilizó 1 mM de CTAB el GPE 3 wt.% de PAAK, en la (Figura 2b) no se observó la presencia de semiesferas en un electrodo de Zn/Cp después de una descarga de 24 horas a  $1.6 \text{ mA cm}^{-2}$ , esto quiere decir que la HER fue inhibida en gran medida



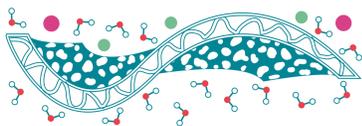
**Figura 2.** a) Electrodo Zn/C después de estabilidad por 4 horas con GPE 3 wt.% b) Electrodo de Zn/Cp + 1mM de CTAB después de una descarga durante 24 horas.

## Conclusiones

Al utilizar un electrolito acuoso de KOH 6 M modificado con PAAK, se observó una disminución significativa en la corrosión del ánodo masivo de Zn, sin embargo, se genera un crecimiento dendrítico. De esta manera al sustituir el electrodo de Zn masivo por un electrodo de Zn/Cp es posible disminuir el cambio de forma y la formación de dendritas esto es gracias a los aditivos que el ánodo de Zn/Cp tiene ocultos en su estructura, sin embargo, al incluir 1 mM de CTAB fue posible observar que inhibe en gran medida la HER sin comprometer el desempeño de la batería.

## Referencias

- Fan X., Liu J. *et al.* (2019). *Porous nanocomposite gel polymer electrolyte with high ionic conductivity and superior electrolyte retention capability for long-cycle-life flexible zinc-air batteries*, *Nano Energy* **56**, 454-462
- Yi J., Liang P., Liu X., *et al.* (2018) *Challenges, mitigation strategies and perspectives in development of zinc-electrode materials and fabrication for rechargeable zinc-air batteries*, *Energy & Environmental Science* **11**, 3075-3095.



## Caracterización de superficie de membranas comerciales de OI recubiertas con FeNPs

D.L. Sánchez Rosas, J. Álvarez Sánchez, M.M. Armendáriz Ontiveros\*

Departamento de Ciencias del Agua y Medio Ambiente, Instituto Tecnológico de Sonora, Antonio Caso & E. Kino, Cd. Obregón, Sonora, C.P. 85130, México.

\* Autor de correspondencia: maria.armendariz@itson.edu.mx

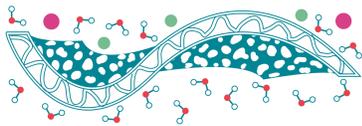
**Palabras clave:** Ósmosis inversa, recubrimiento de Membranas OI; FeNPs; hidrofiliidad; rugosidad.

### Introducción

La desalinización por osmosis inversa (OI) de agua salobre por osmosis inversa es una tecnología que puede mitigar la escasez de agua, sin embargo, las membranas que se utilizan son muy susceptibles al ensuciamiento (orgánico, inorgánico, de partículas y bioensuciamiento), el bioensuciamiento es el más difícil de tratar, ya que no se puede eliminar en el pretratamiento el 100% de las bacterias que entran al módulo de las membranas, provocando su constante reemplazo y aumentando los costos del proceso de desalinización (Vrouwenvelder *et al.*, 2010). Una de las soluciones para reducir el bioensuciamiento es por medio del recubrimiento de nanopartículas (NPs) metálicas (Au, ZnO, Cu y Fe). Las NPs de hierro (FeNPs) están siendo estudiadas recientemente, dando muy buenos resultados en la reducción del crecimiento de la capa de biopelícula pero afectado el desempeño en desalinización (Armendáriz *et al.*, 2019), sin aumentar los costos del proceso de desalinización. Por esa razón es importante encontrar concentraciones óptimas en la modificación de membranas comerciales con FeNPs. Por este motivo, el objetivo de esta investigación es caracterizar membranas comerciales recubiertas con diferentes concentraciones de FeNPs para mejorar el desempeño anti-bioensuciamiento.

### Materiales y Métodos

Se realizó la síntesis de FeNPs siguiendo la metodología descrita por Baltazar *et al.* (2014). La superficie de una membrana de PA-TFC se modificó depositando FeNPs en la capa selectiva de PA por inmersión. Se prepararon suspensiones acuosas de FeNPs (0.1, 0.3 y 0.5 % en peso) mediante sonicación durante 1 h para asegurar una dispersión uniforme. La membrana de PA se sumergió en agua destilada durante 10 min para activar los grupos carboxilos y luego la membrana de PA se sumergió en la suspensión acuosa de FeNPs durante 24 h, seguida de un lavado con baño de ultrasonidos durante 5 min. La hidrofiliidad de las membranas se evaluó mediante la medición del ángulo de contacto con un sistema de ángulo de contacto (OCA, 15 plus) equipado con un aparato de captura de vídeo a temperatura ambiente. El ángulo de contacto medio se determinó a partir de seis mediciones para cada muestra. La morfología superficial de las membranas recubiertas se determinó con un equipo de microscopio de fuerza atómica con escáneres Ps 50-50-15 (50  $\mu\text{m}$  y 15  $\mu\text{m}$ ) para determinar la morfología de la membrana. Se utilizó el software Gwyddion 2.4 para obtener imágenes en 3D y las mediciones de rugosidad. Los grupos funcionales de la superficie de las membranas



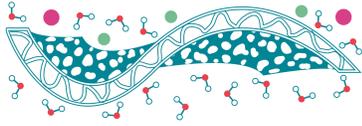
modificadas fue efectuado por espectroscopia de infrarrojo con reflectancia total atenuada, se utilizó el equipo marca Nicoles iS5 espectrómetro de infrarrojo con transformada de Fourier y el accesorio iD3 con ATR (Thermo Fisher Scientific); para su análisis se utilizó en accesorio de ATR un cristal.

## Resultados y Discusiones

Los resultados de las mediciones del ángulo de contacto muestran un aumento en las membranas recubiertas con FeNPs (0.1, 0.3 y 0.5 % de FeNPs con 18%, 12% y 3%, respectivamente) con respecto a la membrana control. La membrana con 0.3 y 0.5% de FeNPs no mostraron diferencias significativas con respecto a la membrana control. La membrana 0.1% de FeNPs mostro un incremento altamente significativo con respecto a la membrana control. Estos resultados pudieran deberse a que las propiedades magnéticas de las FeNPs y su tendencia a la aglomeración, afectando la hidrofiliidad pudiendo reducir el desempeño en desalinización de la membrana (Armendáriz *et al.*, 2019). La topografía del AFM de la membrana de OI exhibe una reducción altamente significativa en la concentración de 0.1% de FeNPs con respecto al control (>36%), esto pudiera deberse a que es la cantidad suficiente para que puedan tapar los valles de la membrana reduciendo su rugosidad. Esto resultados pudieran mejorar las propiedades anti-bioensuciantes de la membrana, ya que existen menos lugares en donde se puedan adherir los microorganismos, evitando su asentamiento sobre la superficie de la membrana (Armendariz *et al.*, 2019). Las membranas recubiertas con 0.3 y 0.5 % de FeNPs mostraron un incremento de la media (4% y 20%, respectivamente) con respecto al control, aunque sin diferencias significativas, esto pudiera deberse a que las cantidades de FeNPs son grandes logrando tapar todos los valles de la membrana, pero a vez ocasionando aglomeración y por lo tanto aumentando la rugosidad. Estos resultados pueden ser perjudicial para el desempeño en el bioensuciamiento de las membranas, ya que los microorganismos pudieran adherirse más fácilmente en la superficie. En el análisis de infrarrojo se reporta una tendencia en las concentraciones 0.1%, 0.3%, 0.5%, no obstante, se encuentra la existencia de la vibración por el estiramiento del grupo carbonilo en la banda alrededor de  $1152\text{ cm}^{-1}$  en la concentración 0.5% este estiramiento es más fuerte, y de la misma manera se encuentran estiramientos del grupo hidroxilo ubicado en la banda  $1245\text{ cm}^{-1}$ . También en la banda  $1650\text{ cm}^{-1}$  para la concentración 0.5% se encuentra un estiramiento débil del grupo aromático (C=C) y se obtiene una tensión del grupo COH alrededor de la banda  $889\text{ cm}^{-1}$ , esto se debe a la presencia del grupo funcional carbonilo y carboxilo.

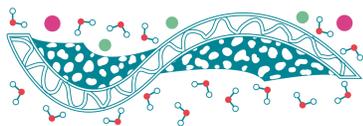
## Conclusiones

La modificación de membranas comerciales con FeNPs redujo la rugosidad con la concentración de 0.1% de FeNP, lo cual pueden retardar la formación de la capa de bioensuciamiento en la superficie de la membrana, aumentado la vida útil de la membrana, sin reducir significativamente las propiedades en desalinización. Se recomienda que para futuros estudios se realicen recubrimientos con concentraciones mayores de FeNPs, hasta alcanzar la concentración que 1% que es la que está reportada en la literatura. Estos resultados pueden ser aplicados para evitar el uso excesivo de FeNPs y evitar el aumento de los costos en el proceso de modificación de membranas con estas NPs



## Referencias

- Armendáriz-Ontiveros M.M., García A.G., De Los Santos Villalobos S., Fimbres Weihs G.A. (2019). *Biofouling performance of RO membranes coated with Iron NPs on graphene oxide*, Desalination **451**, 45-58.
- Baltazar S.E., García A., Romero A.H., Rubio M.A., Arancibia-Miranda N., Altbir D. (2014). *Surface rearrangement of nanoscale zerovalent iron: the role of pH and its implications in the kinetics of arsenate sorption*, Environmental technology **35**, 2365-2372.
- Vrouwenvelder J., Picioreanu C., Kruithof J., Van Loosdrecht M. (2010). *Biofouling in spiral wound membrane systems: three-dimensional CFD model based evaluation of experimental data*, Journal of Membrane Science **346**(1), 71-85.



## Síntesis de copolímeros sulfonados de estructura controlada y su aplicación como membranas catalíticas

V. Rosiles González<sup>1</sup>, M.I. Loria Bastarrachea<sup>1</sup>, R. Le Lagadec<sup>2</sup>, M.O. González Díaz<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup> Centro de Investigación Científica de Yucatán, A.C., Calle 43 No. 130, Chuburná de Hidalgo, 97200, Mérida Yucatán, México

<sup>2</sup> Instituto de Química, Universidad Nacional Autónoma de México, Circuito Exterior s/n, Ciudad Universitaria, 04510 Ciudad de México, México

\* Autor de correspondencia: maria.gonzalez@cicy.mx

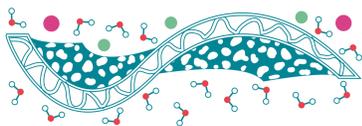
**Palabras clave:** Membranas catalíticas; copolímeros en bloque; PAMPS-*b*-PMMA; síntesis ATRP.

### Introducción

El uso de membranas catalíticas como catalizadores heterogéneos constituyen una alternativa y superan algunas de las deficiencias que presentan los catalizadores homogéneos en la producción de biodiesel. Recientemente (Corzo *et al.*, 2017) elaboraron membranas de mezclas poliméricas de poli(alcohol vinílico) (PVA) con diferentes proporciones de poli(ácido 2-acriiloamido-2-metilpropanosulfónico) (PAMPS) entrecruzadas con ácido succínico (SA) al 10%. Estas membranas resultaron altamente efectivas como catalizadores en la transesterificación de aceite de soya, alcanzando conversiones de biodiesel de 94-96%. Sin embargo, presentaron pérdida de masa y actividad catalítica después de ser usadas en varios ciclos. Por lo que el objetivo del presente estudio es sintetizar copolímeros en bloque de poliacrilamida-2-metilpropano ácido sulfónico-*b*-polimetacrilato de metilo (PAMPS-*b*-PMMA) con diferentes tamaños de bloque, mediante la técnica de polimerización radicalica por transferencia de átomos (ATRP) catalizada por complejos de rutenio(II). El copolímero en bloques anfifílico proporciona la creación de microcanales, además el bloque polímero de PAMPS proporciona los sitios activos para llevar a cabo la transesterificación de los ácidos grasos.

### Materiales y Métodos

El copolímero PAMPS-*b*-PMMA fue sintetizado mediante la técnica ATRP catalizada por [Ru(Phpy)(phen)(NCMe)<sub>2</sub>]PF<sub>6</sub>. Se utilizaron los monómeros metacrilato de metilo (MMA), ácido-2-acrilamida-2-metil-1-propanosulfónico (AMPS) y como sistema de iniciación 2-bromoisobutirato de etilo. La polimerización fue llevada a cabo en DMF a 80 °C. Los copolímeros se caracterizaron por resonancia magnética nuclear de protón (<sup>1</sup>H-RMN) y cromatografía de permeación en gel (GPC). Las membranas se elaboraron por el método conocido como evaporación lenta de disolvente. Se preparó una solución polimérica al 6% (peso/volumen) usando metanol como disolvente y se evaporó a 30 °C. El espesor de las membranas fue determinado con un micrómetro digital Mitutoyo y la capacidad de intercambio iónico (IEC, mmol/g) se cuantificó mediante una titulación ácido-base.



## Resultados y Discusiones

La estructura química de los copolímeros (PAMPS-*b*-PMMA) se confirmó por <sup>1</sup>H-RMN y GPC (Figura 1). En las reacciones iniciales se obtuvieron copolímeros con una baja concentración de PAMPS (entre 6-12%). Debido a la aplicación final del material, es importante incrementar la concentración del bloque de PAMPS, por lo que fue necesario disminuir el peso molecular del macroiniciador (PAMPS) para asegurar el crecimiento de todas las cadenas poliméricas al agregar el segundo bloque.

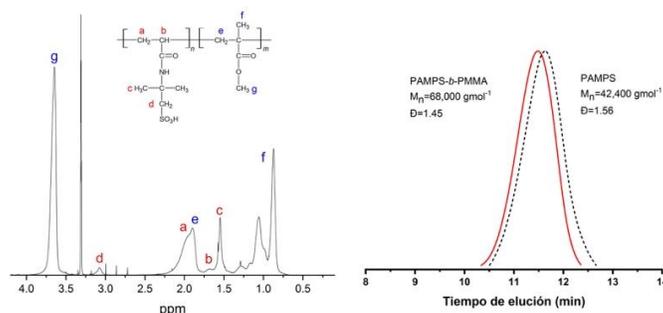


Figura 1. 1H RMN del copolímero PAMPS-*b*-PMMA y cromatograma de GPC

Para ello se aumentó al doble la concentración molar del catalizador e iniciador. Como se observa en la tabla 1, los copolímeros presentaron un menor peso molecular y una composición molar del bloque PAMPS de 11 a 25 %. Las membranas elaboradas a partir de los copolímeros presentaron valores de IEC entre 0.16 y 1.45 mmol/g.

Tabla 1. Datos de las caracterizaciones de las membranas y los copolímeros a diferentes relaciones molares

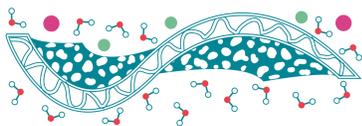
RELACIÓN MOLAR		G.C. %PAMPS	M <sub>n</sub> ,GPC g/mol	Đ=M <sub>w</sub> /M <sub>n</sub>	IEC mmol/g
AMPS:CAT:EBiB	AMPS:MMA				
200:1:1	1:2.5	6.86	142,500	1.52	0.16
	1:1	11.89	96,880	1.71	0.26
100:1:1	1:2.5	11.75	68,000	1.45	0.55
	1:1	24.83	78,520	1.48	1.45

## Conclusiones

Se obtuvieron copolímeros de alto peso molecular capaces de formar membranas transparentes y flexibles. Los valores de IEC incrementaron con el aumento de la concentración de PAMPS en el copolímero, el cual resulta prometedor en su aplicación como membranas catalíticas.

## Referencias

Corzo-González Z., Loria-Bastarachea M.I., Hernández-Nuñez E., Aguilar-Vega M., González-Díaz M.O. (2017). *Preparation and characterization of crosslinked PVA/PAMPS blends catalytic membranes for biodiesel production*, *Polymer Bulletin* **74**, 2741–2754.



## Mecanismo para la adición de pirrol a una membrana de Quitosano tratada con plasma de descarga luminiscente

**K. Barbina Ruiz\***, **I.M. Abundez Barrera**, **C. Hernández Tenorio\***, **M. Villanueva Castañeda**

Tecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Toluca, Av. Tecnológico S/N, Col. Agrícola Bellavista, Metepec, Estado de México, C.P. 52149

\* Autores de correspondencia: kbarbina1@toluca.tecnm.mx, celsos1@hotmail.com

**Palabras clave:** Quitosano; pirrol; membrana; plasma luminiscente; FTIR; mecanismo de reacción.

### Introducción

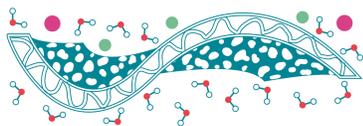
Existen diversas investigaciones para la fabricación de membranas conductoras de protones por ejemplo composites con rellenos inorgánicos (nanotubos de titanato), membranas compuestas de quitosano sulfonado y alginato de sodio, adición de plastificante, así como también, el desarrollo de diferentes materiales poliméricos sintéticos donde destaca el polipirrol de entre otros más por su capacidad de reducir el costo de producción manteniendo la conductividad protónica y las propiedades mecánicas (Wong *et al.*, 2019). El polipirrol (PPy) es un polímero conductor (Otero, 2003), recientemente estudiado en composites de Nafion® por lo que su estudio es un vector de interés (Adbo *et al.*, 2019).

La membrana de quitosano sulfonado mostró gran captación de agua (Wong *et al.*, 2019). La reacción química de reticulación o entrecruzado es una forma de mejorar las propiedades físicas y mecánicas del quitosano (Jawad *et al.*, 2019). Los medios ácidos producen una disolución parcial del polímero y para mejorar la resistencia a los ácidos, álcalis u otras sustancias químicas, las partículas de quitosano se han entrecruzado con glutaraldehído, epíclorhidrina, o etilenglicol diglicidil éter. Se ha encontrado que la reacción de entrecruzamiento químico puede reducir la solubilidad de las esferas de hidrogel de quitosano en soluciones acuosas de valores bajos de pH (García *et al.*, 2010).

En cuanto a otros biopolímeros, se han explorado muchas estrategias para mejorar la barrera y las propiedades mecánicas del quitosano tal es el caso de las películas de embalaje biodegradables. Estos incluyen la adición de plastificantes como el glicerol que aumentan la flexibilidad del producto final y mejoran sus propiedades mecánicas (Lavorgna *et al.*, 2010).

Las primeras películas de Quitosano-Etilenglicol-Polipirrol fueron sintetizadas por Balderas-Gutiérrez (2019) tratadas con plasma de descarga luminiscente, observó mayor resistencia a la elongación y esfuerzo de ruptura, tras realizar el análisis por Espectrometría de infrarrojo por Transformada de Fourier (FTIR) se encontraron vibraciones de grupos funcionales –OH, N–H, C–O–C, C–H, C=C, C–N pertenecientes al quitosano y al pirrol.

Díaz (2019) obtiene las primeras mediciones de intercambio protónico a través de los diagramas Nyquist para una posible aplicación en celdas de combustible.



En este trabajo, se obtuvieron membranas de quitosano reticuladas con Etilenglicol-diglicidil-éter (EGDE) tratado con plasma de descarga luminiscente, mediante la técnica de FTIR se analizó la secuencia de síntesis de la membrana para identificar grupos funcionales característicos, se propuso un mecanismo de reacción para la adición de pirrol a la membrana reticulada.

## Materiales y Métodos

### *Químicos*

Para la síntesis de las membranas Q-PPy se utilizó Quitosano de bajo peso molecular marca Sigma-Aldrich, Glicerol marca Botica Moderna con un 98% de pureza, Ácido Acético al 99.7 % marca Sigma-Aldrich, EGDE al 97% y agua desionizada, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 98% marca Sigma Aldrich y NaOH en hojuelas marca Sigma Aldrich.

### **SÍNTESIS DE MEMBRANAS Q-PPy**

#### *Disolución de Quitosano*

Para disolver el quitosano se prepararon 100 mL de una solución al 1% v/v de ácido acético y 3% v/v de glicerol, a esta se le agregó 3 g de quitosano de bajo peso molecular y se agitó durante 4 h hasta obtener una solución de Q-ácido acético-glicerol homogénea.

#### *Reacción de entrecruzado*

Cuando la solución Q-ácido acético-glicerol no presento grumos y se observó cristalina, se vertieron 0.15% v/v en base a 100 mL de EGDE, se utilizó una parrilla de agitación magnética con calentamiento marca thermoSCIENTIFIC®, se colocó la agitación durante 5 horas a una temperatura de 25°C.

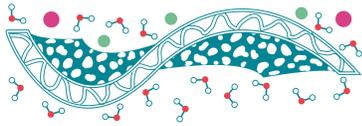
Las membranas se dejaron secar durante 5 días, la membrana disminuyó su grosor debido a la evaporación del agua, todo esto se llevó a cabo por triplicado.

#### *Adición de pirrol*

La adición de pirrol se llevó a cabo en un reactor cilíndrico de 0.1 m de longitud y 0.08 m de diámetro. Se preparó una solución de 1.42 g de sulfato de sodio disueltos en 100 mL de agua desionizada, a este se le agregaron 1.3 mL de pirrol, se colocan las membranas en el cátodo del reactor cuidando que el electrodo de punta quede a 5 mm de distancia de la superficie de la solución. Se conecta el reactor a la fuente de descarga de plasma, con una salida de 1.57 kV y una corriente de 0.7 A y se dejó el tratamiento durante 60 min (Díaz, 2019).

#### *Activación de membranas*

Para esta etapa se prepararon dos soluciones una de hidróxido de sodio 2 M y otra de ácido sulfúrico 0.5 M. Primero las membranas se sumergen por 5 min en la solución hidróxido de sodio y se enjuagan



con agua desionizada. Para la adición del grupo sulfónico, las membranas se sumergen en la solución de ácido sulfúrico por 24 h, finalmente se enjuagan con agua desionizada y se almacenan en un recipiente con tapa que contenga agua desionizada para analizarlas posteriormente (Abdo *et al.*, 2019)

## Resultados y Discusiones

### *Espectroscopia Infrarroja FT-IR*

Tabla 1. Nomenclatura de muestras

Nombre de la muestra	Significado
QEG	Membrana de Quitosano-Etilenglicol-Glicerina sin adición de polipirrol
ACH	Membranas con polipirrol activadas y húmedas
SE	Membrana con polipirrol activada y seca
SA	Membrana con polipirrol sin activar
MED	Membrana posterior al análisis de absorción de agua
1QEG	Duplicado de QEG

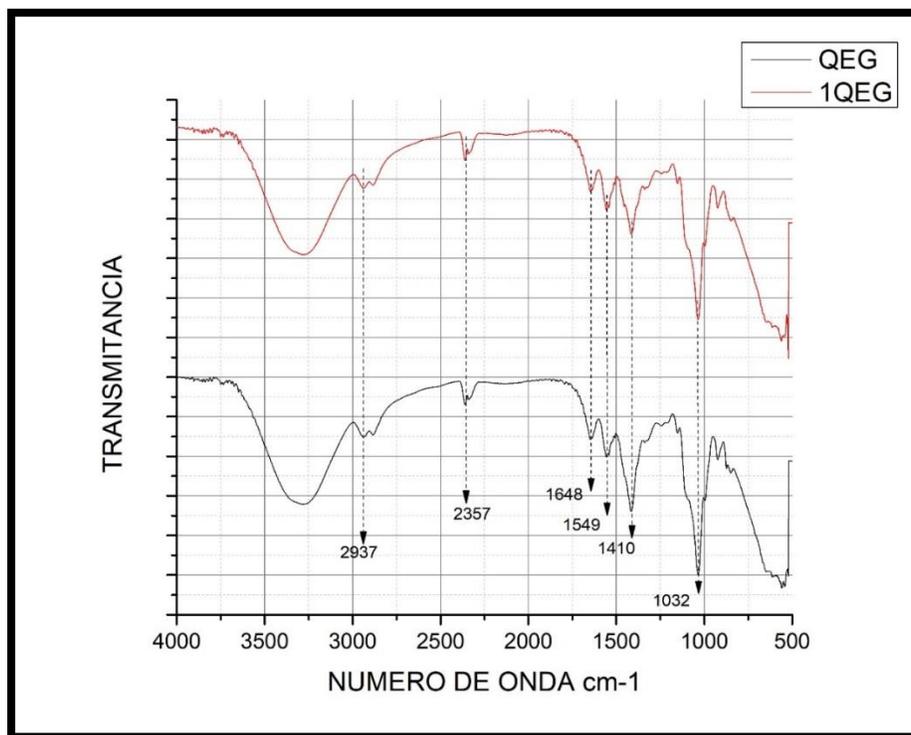
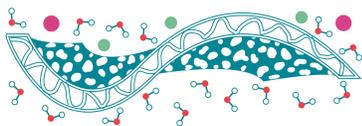


Figura 1. Espectros de la película entrecruzada de Quitosano-Etilenglicol-Glicerina.

Se midió por duplicado el espectro de la película entrecruzada de Quitosano-Etilenglicol-Glicerina (QEG y 1QEG) cuyos espectros se muestran en la Figura 1 teniendo los picos 2937 por grupos metilo, 2357 debido al estiramiento asimétrico de CO<sub>2</sub>, 1648 debido al estiramiento de los dobles enlaces



C=C, 1549 producida por la vibración del grupo funcional N-H, 1410 producida por enlaces C-N, 1032 producido por el ciclo de la parte de quitosano y 923 debido a la presencia de enlaces C-OH (Silverstein *et al.*, 2005; Balderas-Gutiérrez, 2019; Villanueva, 2019; Díaz, 2019).

Tras analizar los espectros de la membrana entrecruzada QEG y la membrana resultado de la síntesis del polipirrol por plasma antes de ser activada (SA), Figura 2, se tienen los números de onda 1560, 1532, 1648 y 1634 a la presencia de enlaces N-H, por último, los picos 1062 y 1036 se deben a enlaces cíclicos y C-O.

Para el espectro QEG los picos 2940 y 2882 que se refieren a enlaces C-H, estos desaparecen para la membrana polimerizada con pirrol tal es el caso del pico 1415 que se debe a enlace C-N, por otra parte, en el espectro SA aparecen los picos 1383 debido a enlace C-H y 1316 se puede atribuir a la presencia de la sal de síntesis Sulfato de Sodio ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) (Silverstein *et al.*, 2005; Balderas-Gutiérrez, 2019; Villanueva, 2019; Díaz, 2019).

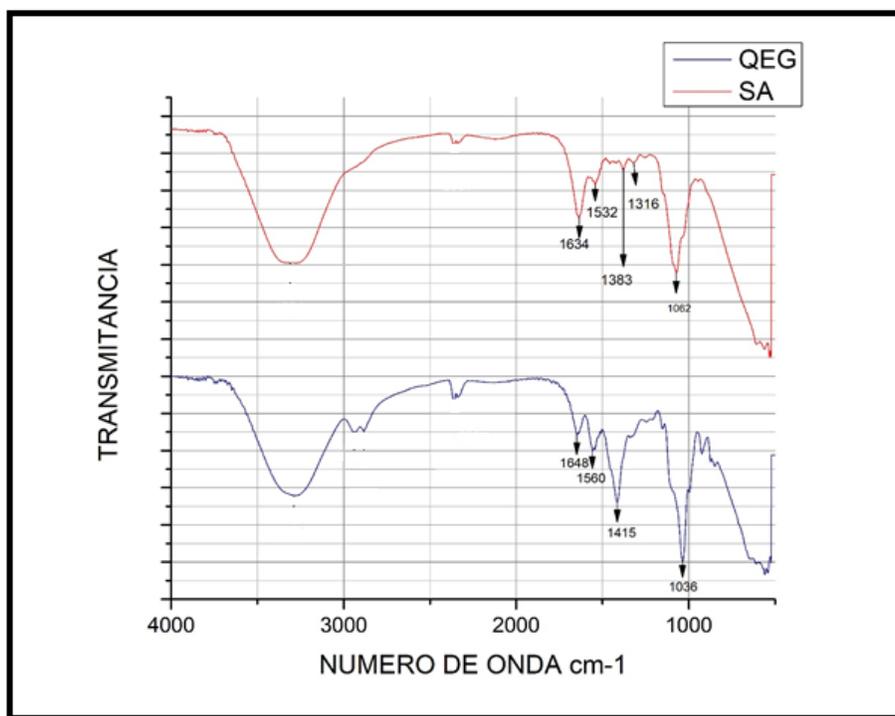
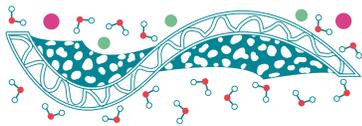


Figura 2. Espectros de la membrana entrecruzada QEG y Sin activar SA.

En la Figura 3 los picos 1635 y 1544 corresponden a vibraciones de enlace N-H, el pico 1055 se debe a la presencia de un ciclo en la estructura del quitosano. Para la membrana QEG además de los picos 1635, 1544 y 1055, se presenta el pico 1410 debido al enlace C-N, por último, el pico 923 derivado de enlaces C-H y la existencia de un ciclo en el quitosano.

Para las membranas SA, ACH, SE y MED se tiene el pico 1375 que corresponde a vibraciones por la presencia de sulfonatos, lo que sugiere que el enlace C-N presente en la membrana entrecruzada QEG



se rompe para la polimerización por plasma del pirrol, también es un pico indicador de la presencia de pirrol, posterior a la activación en las membranas ACH, SE y MED aparece el pico 1312 que corresponden a vibraciones por la presencia de azufre debido al tratamiento de activación con ácido sulfúrico, se tiene también la zona de huella digital de las membranas Q-PPy, situada en la región de 1400 a 1000 (Silverstein *et al.*, 2005, Balderas-Gutiérrez *et al.*, 2020, Villanueva, 2019; Díaz, 2019).

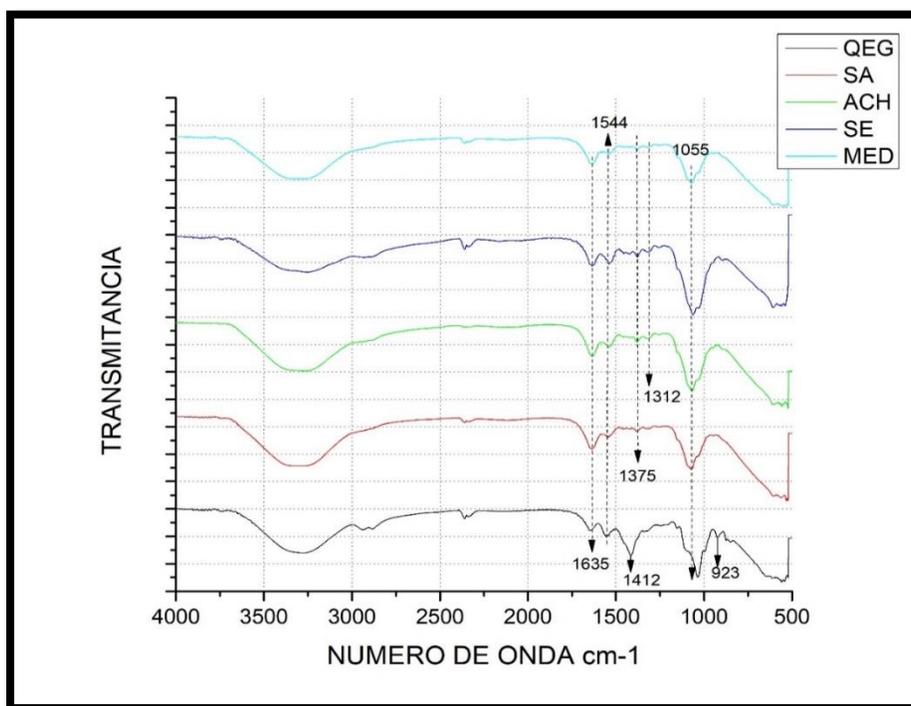


Figura 3. Secuencia de síntesis de membranas

Sobre la región de  $1700-750\text{ cm}^{-1}$  se pueden localizar las bandas características de una membrana Q-EGDE-PPy.

En la Figura 3 se tienen el análisis de la secuencia de síntesis de la membrana Q-PPy, al desaparecer el pico 1410 debido al enlace C-N de la película entrecruzada para las muestras SA, ACH, SE y MED, se propone el siguiente mecanismo, tomando como referencia la estructura de (Jawad *et al.*, 2019).

Ataque por parte del oxígeno del Sulfato de Sodio, que tendrá el papel de una base de Lewis, enlazado al Nitrógeno Figura 4 por consecuencia se forma como intermediario un carbocatión y un anión Q-N-H- y la sal anhidra Figura 5, por otra parte, se tiene el ataque al pirrol por parte de la sal logrando desprender el hidrógeno del enlace N-H como aparece en la Figura 6, el carbocatión y el ion del pirrol N- reaccionan para formar la película Q-PPy de la Figura 7, por la presencia del carbocatión se puede considerar una reacción tipo SN1 (Carey, 2006).

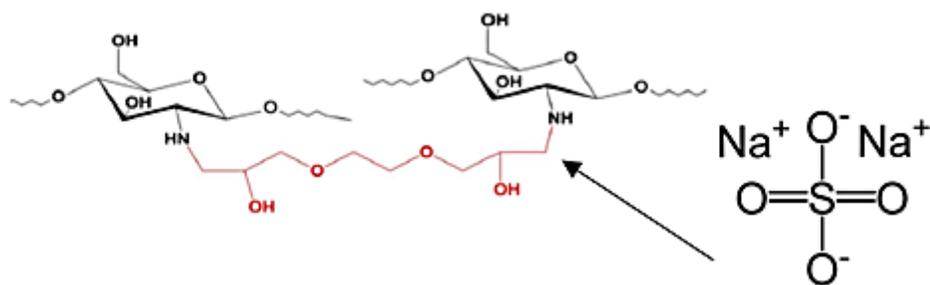
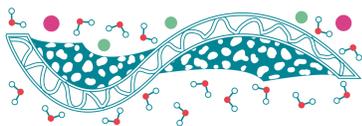


Figura 4. Inicio de reacción.

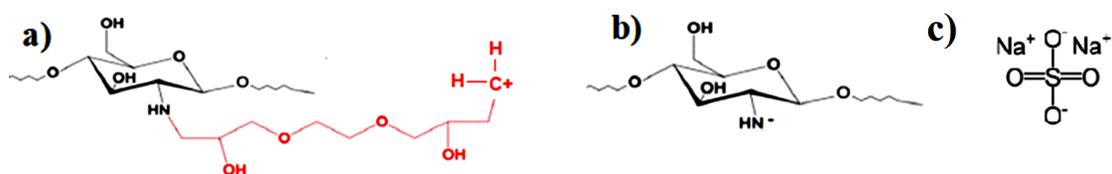


Figura 5. a) Carbocatión b) Q-N-H c) Sal Anhidra.

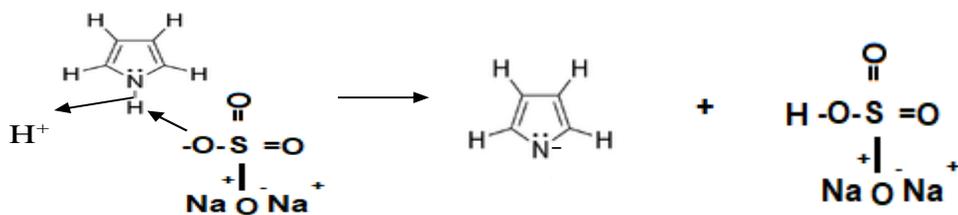


Figura 6. Enlace N-H roto por la presencia de la sal anhidra.

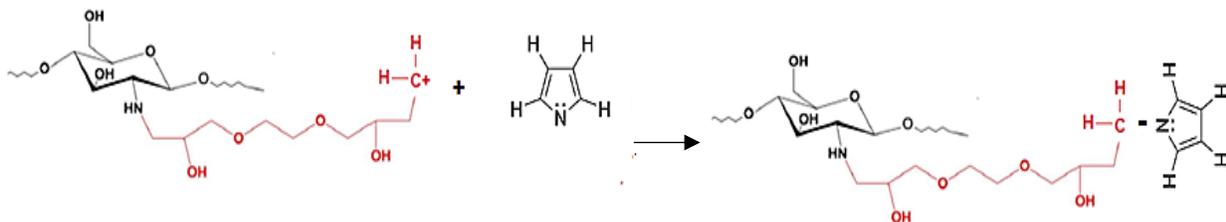
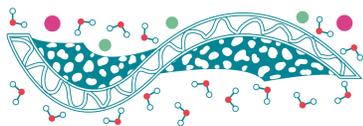


Figura 7. Formación de la película Q-PPy.

## Conclusiones

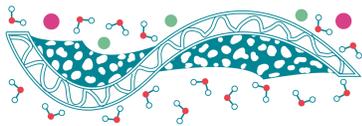
El análisis de los espectros de infrarrojo muestra que la banda situada en el número de onda  $1412\text{ cm}^{-1}$  desaparece al realizar el tratamiento con plasma para la adición de pirrol por lo que se propone el



mecanismo de reacción entre el pirrol y una película Q-EGD, la reacción es tipo SN1 teniendo como nucleófilo a la sal anhidra  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ . Los picos situados en los números de onda 1635, 1544, 1375, 1312 y  $1055\text{ cm}^{-1}$  serán los característicos para una membrana Q-PPy.

## Referencias

- Adbo N., Edge P.S.R., Easton E.B. (2019). *Poly(2-vinylpyridine)/Nafion composite membranes for Hydrogen production in Cu-Cl thermochemical cycle*, ECSarXiv 1-28. doi:10.1149/osf.io/ajbr5
- Balderas-Gutiérrez J.N. (2019). *Síntesis de películas de Quitosano-PPy expuestas a plasma y su evaluación en la eliminación de colorantes rojo y amarillo 5 en soluciones acuosas* (tesis de grado). Instituto Tecnológico de Toluca.
- Balderas-Gutiérrez J.N., Hernández-Tenorio C., Zavala-Arce R.E., Pacheco-Sánchez J.H., García-Gaitán B., Illescas J. (2020). *Chitosan films modified with glow discharge plasma in aqueous solution of pyrrole and its evaluation in the removal of red dye no. 2*, Revista Mexicana de Ingeniería Química **19**(3), 1291-1299.
- Carey F.A. (2006). *Química Orgánica* (6ª edición). México, McGraw-Hill.
- Díaz A. (2019). *Síntesis de una membrana Quitosano-Polipirrol de intercambio protónico para una posible aplicación en celdas de combustible* (tesis de grado). Instituto Tecnológico de Toluca.
- García L. (2010). *Síntesis y caracterización de esferas de Quitosano-EGDE-PVA para adsorción de Cu (II)*, Revista Iberoamericana de Polímeros **11**(7), 541-549.
- Jawad A.H., Hanani Mamat N.F., Hameed B.H., Ismail K. (2019). *Biofilm of cross-linked Chitosan-Ethylene Glycol Diglycidyl Ether for removal of Reactive Red 120 and Methyl Orange: Adsorption and mechanism studies*, Journal of Environmental Chemical Engineering **7**(2), 102965.
- Lavorgna M., Piscitelli F., Mangiacapra P., Buonocore G.G. (2010). *Study of the combined effect of both clay and glycerol plasticizer on the properties of chitosan films*, Carbohydrate Polymers **82**(2), 291-298.
- Otero T.F. (2003). *Polímeros conductores: síntesis, propiedades y aplicaciones electroquímicas*, Revista Iberoamericana de Polímeros **4**(4), 1-32.
- Silverstein R.M., Webster F.X., Kiemle D. (2005) *Spectrometric Identification of organic Compounds*, (7ma ed.). USA, Wiley.
- Villanueva-Castañeda M., Hernández-Tenorio C., Moreno-Saavedra H., Olayo M.G., Cruz G.J. (2019). *Liquid Plasma Iodine Doping of Electrochemically Synthesized Poly(2-vinylpyridine) to Enhance the Electromagnetic Absorption*, Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials **30**, 2098-2104.
- Wong C.Y., Wong W.Y., Ramya K., Khalid M., Loh K.S., Daud W.R.W., Lim K.L., Walvekar R., Kadhum A.A.H. (2019). *Additives in proton exchange membranes for low and high-temperature fuel cell applications: A review*, International Journal of Hydrogen Energy **44**(12), 6116-6135.



## Evaluación de membranas de intercambio aniónico para su aplicación en la tecnología de celdas de combustible de membrana alcalina

**M.C. Medrano Vaca, E.M. Palacios Lozano, J.C. Hernández Reta,  
J.R. Flores Hernández\*, T. Romero Castañón**

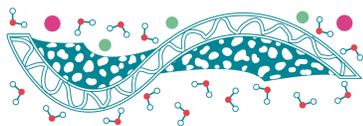
Instituto Nacional de Electricidad y Energías Limpias, Reforma 113, Col. Palmira, Cuernavaca, Morelos, C.P. 62490

\* Autor de correspondencia: jrflores@ineel.mx

**Palabras clave:** Membrana de intercambio aniónico; conductividad iónica; celdas de combustible alcalinas; activación de membranas

### Resumen

Las celdas de combustible de membrana de intercambio aniónico alcalinas (AAEMFCs, por sus siglas en inglés) son una alternativa muy prometedora para la generación de electricidad de manera eficiente, amigable con el medio ambiente y de bajo costo. De los diferentes componentes que integran esta tecnología, los catalizadores y la membrana son los que permitirán la reducción de su costo debido a lo siguiente: i) el operar a un pH alcalino, da la oportunidad de utilizar metales que no sean de la familia del platino (metales caros) y que sean abundantes en nuestro planeta; ii) hacer uso de membranas más baratas que la membrana de intercambio protónico disponible en el mercado. Además, debido a que la mayoría de las membranas alcalinas están fabricadas con un esqueleto a base de carbón, su desecho después de su vida útil representa un riesgo ambiental mucho menor, en comparación con las membranas de intercambio protónico. En este trabajo, se muestra la evaluación realizada a algunas membranas comerciales alcalinas que se llevó a cabo en las instalaciones del INEEL, con la finalidad de determinar cuál de ellas es la más adecuada para integrarla al desarrollo tecnológico de celdas de combustible de membrana alcalina que se hace actualmente. Las variables estudiadas fueron: i) conductividad iónica, ii) adsorción de agua, iii) cambio dimensional y iv) espesor de la membrana. Los resultados obtenidos, se compararon con los especificados por los fabricantes de las membranas. Asimismo, se describirán también los protocolos y condiciones empleadas en la medición de cada una de las variables anteriormente mencionadas.



## Sorción de níquel en perlas de gel de quitosano

O. Almeida Escalante<sup>1</sup>, R. Conejo Flores<sup>1</sup>, J.M. García González<sup>1,\*</sup>, J. Guzmán Pantoja<sup>2</sup>

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

<sup>2</sup> Gerencia de Refinación de Hidrocarburos, Dirección de Investigación en Transformación de Hidrocarburos,  
Instituto Mexicano del Petróleo

\* Autor de correspondencia: jmgarcia@uaz.edu.mx

**Palabras clave:** Sorción; perlas de gel de quitosano; níquel; SEM; EDX.

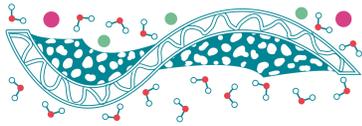
### Introducción

El níquel puro es un metal duro, blanco-plateado, se usa en la fabricación del acero inoxidable y otras aleaciones. Los efectos más comunes del níquel en personas que son sensibles a este metal son principalmente en la piel. Personas que estuvieron en contacto con grandes cantidades de compuestos de níquel, desarrollaron bronquitis crónica, cáncer del pulmón y de los senos nasales. La exposición al níquel puede ser: al ingerir alimentos contaminados, a través de contacto con la piel; ya sea con suelo, el agua de ducha, o al tocar monedas y joyas que contienen níquel. Otra fuente común es al beber agua que contiene pequeñas cantidades de níquel o al respirar humo de tabaco que contiene el metal (ATSDR, 2005). Los antecedentes encontrados en la literatura para la remoción del Ni se presentan a continuación. Infante *et al.* (2014), evaluaron condiciones ambientales en la biosorción de plomo, mercurio y níquel, usando *Saccharomyces cerevisiae* como sorbente. Encontraron que el pH fue la variable más importante en el proceso (Infante *et al.*, 2014). Escobar (2018), evaluó dos cepas comerciales de *Acidithiobacillus thiooxidans*, en la biolixiviación de níquel de una muestra de laterita de alto grado, tipo saprolito. La alta lixiviación de níquel lograda en este estudio, la adaptación de las cepas a fuertes condiciones de estrés y el bajo gasto en reactivos y energía, constituyen una potencial alternativa aplicable al procesamiento de este tipo de mineral (Escobar, 2018). Chaverra (2019) extrajo cobalto a partir de soluciones acuosas empleando líquidos iónicos, con la adición de cloruro de sodio. La extracción de cobalto depende de la concentración de cloruro en la solución y se da mediante un mecanismo de intercambio aniónico a través de un proceso endotérmico. Obtuvieron extracciones de cobalto superiores al 98 %. El proceso de extracción desarrollado es selectivo para el cobalto respecto del níquel, magnesio, calcio y cinc. Adicionalmente en este trabajo se probó que es posible descargar el cobalto de la fase líquido iónico usando agua (Chaverra, 2019).

El objetivo de este trabajo es comprobar que el níquel en soluciones acuosas se adsorbe en perlas de gel de quitosano.

### Materiales y Métodos

Las perlas de gel quitosano se elaboraron, mediante dilución en ácido acético del quitosano, el cual se colocó en una solución de NaOH al 30 %. Posteriormente las perlas se lavan en baños de agua desionizada. Empleando una solución de NiSO<sub>4</sub> (1500 ppm) con agitación en un volumen de 100 ml y con 1 g de perlas cada solución, fueron sometidas a agitación constante (250 rpm) por 90 min,



ajustando el pH a 5, con soluciones 0.1 M de NaOH y 0.01 M de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, se demostró que toda la estructura de la perla se encuentra disponible con sitios activos para la adsorción de níquel. Por último, se realizó un análisis de SEM y EDX lineal a una muestra de perlas de gel de quitosano.

## Resultados y Discusiones

La superposición del análisis SEM y EDX lineal (Figura 1), muestra que la presencia del Ni a lo largo de la recta es prácticamente uniforme; por lo que se puede concluir que tanto la superficie exterior como el interior son capaces de adsorberlo.

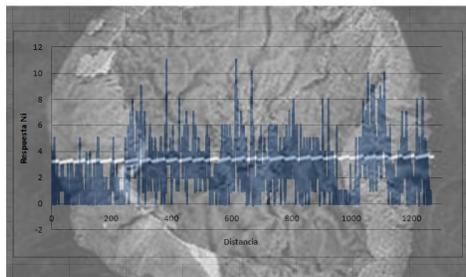


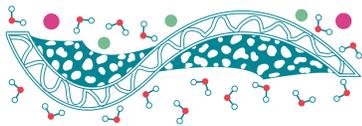
Figura 1. Superposición de SEM y EDX lineal para Ni.

## Conclusiones

El Ni se adsorbe en las perlas de gel de quitosano de acuerdo con el análisis cualitativo por la coloración adquirida por las perlas. Además, la SEM y la EDAX permiten comprobar que el Ni se depositó en las perlas. Por último, es conveniente de realizar un estudio cinético, para cuantificar cuanto adsorben de Ni las perlas de gel de quitosano.

## Referencias

- Agency for Toxic Substances and Disease Registry Division of Toxicology and Environmental Medicine (ATSDR) (2005). *Níquel*. URL: <https://www.atsdr.cdc.gov/es/index.html>, Consultado: 3 de julio de 2020.
- Chaverra Arias D.E. (2019). *Extracción selectiva de cobalto y níquel a partir de soluciones de lixiviación mediante la técnica de extracción por solventes basada en líquidos iónicos*. Tesis Facultad de Minas, Departamento de Materiales y Minerales. Universidad Nacional de Colombia. Medellín, Colombia.
- Escobar Cuella A. (2018). *Biolixiviación de níquel a partir de un saprolito garnierítico usando dos cepas de Acidithiobacillus thiooxidans*. Tesis Facultad de Ciencias. Universidad Nacional de Colombia. Medellín, Colombia.
- Infante C., Deniles D.A., Angulo E. (2014). *Remoción de plomo, mercurio y níquel utilizando la levadura Saccharomyces cerevisiae*, *Revista MVZ Córdoba* **19**(2), 4141-4149.



## Preparación de membranas a base de zeolita SAPO-34 para la purificación de biogás

A. Hernández-Palomares\*, M.Y. Reyes-Vidal, F. Espejel-Ayala

Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica.

\* Autor de correspondencia: ahernandez@cideteq.mx

**Palabras clave:** SAPO-34; valorización de residuos; membranas; purificación de biogás.

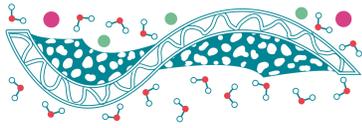
### Introducción

El biogás es una mezcla gaseosa formada principalmente de  $\text{CH}_4$  y diversas impurezas donde el  $\text{CO}_2$  es un contaminante en mayor concentración (Pettersson & Wellinger, 2009). Es por esto que se considera importante la purificación del biogás. Un proceso físico que ha tomado gran importancia en este campo es la implementación de membranas ya que son fáciles de utilizar y poseen una gran selectividad (Dobre, 2014). Se han fabricado membranas a base de zeolitas ya que estas cuentan con poros bien definidos los cuales les permiten funcionar como tamices moleculares. La zeolita SAPO-34, del grupo de los silicoaluminofosfatos, cuenta con propiedades como tamiz molecular por su tamaño de poro de 0.38 nm, por lo que se ha presentado un gran potencial para la separación de mezclas de gases como  $\text{CO}_2/\text{CH}_4$  (Carreon, 2008). Es por esto que en este trabajo se toma como buen candidato para la purificación de biogás. Del mismo modo, se plantea la metodología de la obtención de la misma a partir de fuentes no convencionales utilizando residuos para la obtención de los precursores de aluminio y silicio, de acuerdo a las metodologías experimentales en el grupo de trabajo.

### Materiales y Métodos

Se realizó el tratamiento de latas de arena mineral y aluminio para la obtención de las fuentes de silicio y aluminio, respectivamente. Se utilizó ácido fosfórico como fuente de fósforo además de morfolina y dipropilamina para sintetizar la zeolita SAPO-34 y, posteriormente, las membranas. Se mezcló arena con NaOH en una relación de masa de 1:1.5 y se trató térmicamente a 550 °C durante 2 horas para obtener silicato de sodio. Luego, se colocó el  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  en agua y se neutralizó con una solución 0.1 M de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  hasta obtener un valor de  $\text{pH} = 7$ . Se disolvieron residuos de aluminio metálico en una solución de NaOH 3 M para preparar aluminato de sodio. Esta solución también se neutralizó en las condiciones mencionadas. Las soluciones se mezclaron bajo intensa agitación mientras se agregaba el ácido fosforoso; posteriormente, se utilizaron morfolina y dipropilamina como agente director de estructura para formar la estructura de SAPO-34. El gel se mantuvo en agitación durante 24 horas a temperatura ambiente. Posteriormente, el gel se transfirió a una autoclave de teflón y se trató térmicamente a 200 °C durante 24 h. Luego, el sólido se eliminó por filtración y se lavó con agua destilada; finalmente, el material se calcinó a 550 °C durante 2 horas.

Para la síntesis de membranas se utilizaron tubos de alúmina que se recubrieron con cinta teflón que posteriormente fue introducido en la autoclave para realizar el tratamiento térmico a 200 °C durante



24 h. Se utilizaron técnicas de difracción de rayos-X (DRX) y microscopía electrónica de barrido con espectroscopia de energía dispersiva de rayos-X (MEB-EDX) para monitorear la formación de la zeolita SAPO-34. El análisis mediante DRX se realizó en un dispositivo Rigaku SmartLab; las configuraciones de Bragg Brentano se ejecutaron con un tamaño de paso de 0.02 en un intervalo de 5-50  $2\theta$ . El análisis de Rietveld se llevó a cabo utilizando el software PDXL con análisis cuantitativo. La base de datos abierta cristalográfica (Baerlocher & McCusker, 1973) se utilizó junto con la literatura publicada (Downs & Hall-Wallace, 2003; Butkus & Moeck, 2009; Gražulis & Merkys, 2015). Se utilizó un dispositivo Jeol JSM-6510 LV con un detector Bruker XFlash 6I10 EDS para determinar la morfología y la composición elemental del material sintetizado. Para realizar las cuantificaciones de  $\text{CH}_4/\text{CO}_2$  mediante cromatografía de gases, se utilizó un cromatógrafo de gases marca Thermo scientific Trace 1300 con un detector de conductividad térmica (TCD) y una columna de la misma marca (longitud de 30 m y un diámetro interno de 0.32 mm).

## Resultados y Discusiones

Se obtuvo la zeolita SAPO-34 utilizando las fuentes de aluminio y silicio obtenidas a partir del tratamiento de residuos de aluminio metálico y arena, respectivamente. En la Figura 1 se muestra el difractograma con las señales de la zeolita SAPO-34 y su morfología característica.

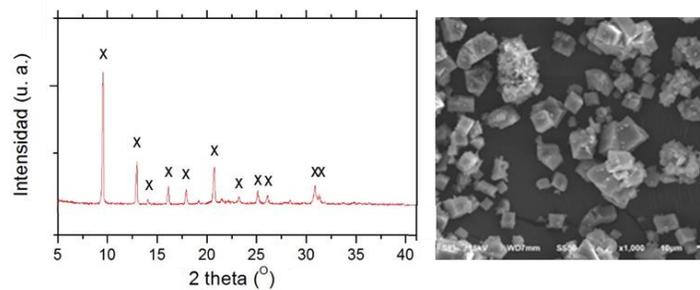


Figura 1. Difractogramas de SAPO-34 y su morfología.

Del mismo modo, se logró realizar el crecimiento de la zeolita SAPO-34 sobre tubos de alúmina. En la Figura 2 se muestra una vista longitudinal de la membrana; en la Figura 2a se observan de nuevo las partículas cúbicas de la zeolita SAPO-34 mientras que en la Figura 2b se observa el espesor de la membrana de aproximadamente 10  $\mu\text{m}$ .

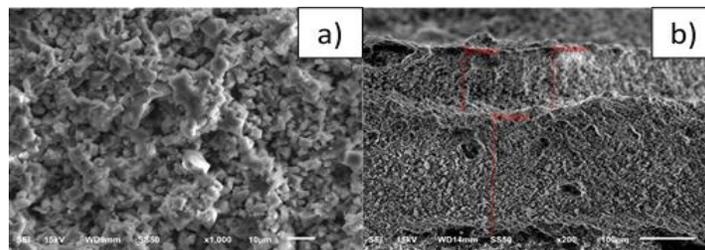
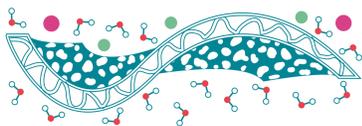


Figura 2. Morfología de membranas SAPO-34 sobre tubos de alúmina.



Para la prueba de separación de gases se realizó la medición de una muestra de biogás con concentraciones conocidas de CH<sub>4</sub> y CO<sub>2</sub>. Se midió la concentración de biogás de entrada, así como el de salida. En esta última corriente se esperaba que la concentración de CO<sub>2</sub> aumentara debido a que, por efecto del tamaño de poro de la zeolita, se impidiera el paso del CH<sub>4</sub>. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1. Experimentos para separación de gases.

Experimento	CO <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	CH <sub>4</sub> /CO <sub>2</sub>
	% (v/v)	% (v/v)	
Blanco 1	2.114	51.184	22.379
Muestra de biogás 1	2.278	49.434	19.475
Muestra de biogás 2	2.278	48.569	19.134
Blanco 2	26.547	1.639	17.031
Muestra de biogás 3	10.458	1.311	9.9

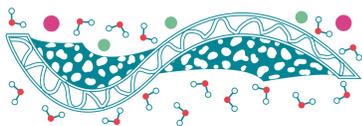
Se observa un ligero incremento en el valor de la relación CH<sub>4</sub>/CO<sub>2</sub> de las muestras que pasaron por la membrana respecto al biogás que entró en la misma. Lo anterior se debió al incremento en la concentración de CO<sub>2</sub>, de acuerdo a lo esperado.

## Conclusiones

Se implementó el uso de fuentes alternativas de aluminio y silicio para sintetizar membrana de zeolita SAPO-34. Este permitió el desarrollo de una ruta sostenible para preparar materiales y membranas que puedan emplearse en la separación de gases. La membrana de zeolita SAPO-34 preparada representa una opción factible para la purificación del biogás.

## Referencias

- Petersson A., Wellinge A. (2009). *Biogas upgrading technologies – developments and innovations*. Canada, IEA Bioenergy.
- Dobre P. (2014). *Main factors affecting biogas production - an overview*, Romanian Biotechnological Letters **19**, 9283-9296.
- M.A. Carreon, L. Shiguang, J.L. Falconer, R.D. Noble. (2008). *Alumina-supported SAPO-34 membrane for CO<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub> separation*, Journal of the American Chemical Society **130**, 5412-5413.
- Ch. Baerlocher L.B. (1973). McCusker, Database of Zeolite Structures:  
<http://www.iza-structure.org/databases/>
- Gražulis S., Merkys A., Vaitkus A., Okulič-Kazarinas M. (2015). *Computing stoichiometric molecular composition from crystal structures*, Journal of Applied Crystallography **48**, 85-91.
- Gražulis S., Chateigner D., Downs R.T., Yokochi A.T., Quiros M., Lutterotti L., Manakova E., Butkus J., Moeck P., Le Bail A., (2009). *Crystallography Open Database – an open-access collection of crystal structures*, Journal of Applied Crystallography **42**, 726-729.
- Downs R.T., Hall-Wallace M. (2003). *The American Mineralogist Crystal Structure Database*, American Mineralogist **88**(1), 247-250.



## Desarrollo de Membranas Estirénicas Flexibles al Azar con Alto Potencial como Electrolito en Celdas de Combustible

L.G. Delgado Interrial, R. Benavides Cantú\*, L. Da Silva, L. Francisco Vieira, D. Morales Acosta

Centro de Investigación en Química Aplicada, Blvd. Enrique Reyna H. 140, Saltillo, Coah.

\* Autor de correspondencia: roberto.benavides@ciqa.edu.mx

**Palabras clave:** Copolímeros estirénicos; membranas; celdas de combustible.

### Introducción

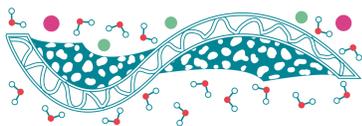
El poliestireno sulfonado (PSS), ha sido ampliamente estudiado y considerado como una alternativa al electrolito comercial más empleado actualmente: el Nafion®. Lo anterior por ser un polímero de buena procesabilidad y de costo accesible en comparación con el Nafion® y con otros polímeros (Yandrasits & Hamrock, 2010; Zuo & Manthiram, 2012), que además, al ser sulfonado (PSS) adquiere propiedades de conductividad protónica. Sin embargo, presenta problemas de hinchamiento por alto grado de sulfonación, alta rigidez y baja resistencia química. Debido a esto se ha optado por la copolimerización del poliestireno con otros comonómeros y por variar las condiciones de sulfonación para mejorar dichas propiedades (Francisco-Vieira *et al.*, 2019; Melo *et al.*, 2017; Liu *et al.*, 2018).

### Experimental

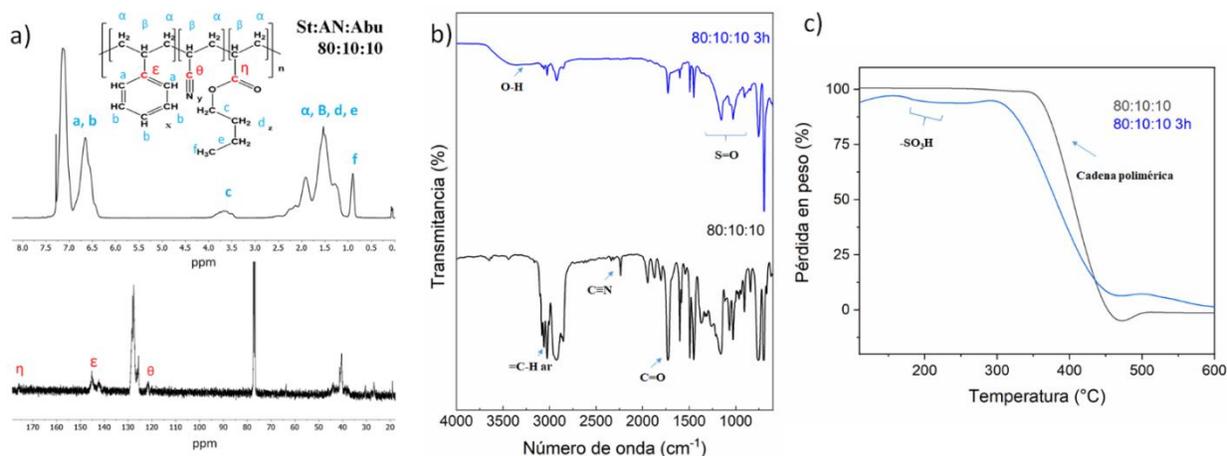
Se prepararon membranas de terpolímeros al azar sulfonados de estireno (St), acrilonitrilo (AN) y acrilato de butilo (ABu) en una composición 80:10:10 molar respectivamente, con la intención de propiciar propiedades de procesabilidad, resistencia química, flexibilidad y conductividad protónica. Los terpolímeros se sintetizaron vía polimerización por radicales libres y la sulfonación se llevó a cabo con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 100% mol de anillos estirénicos (teóricamente presentes), variando el tiempo de sulfonación en 2, 3 y 4 horas. Se prepararon membranas mediante “Casting” y se evaluó el efecto del tiempo de sulfonación en sus propiedades. Los copolímeros se evaluaron con RMN y su propiedad mecánica con TMA. Los efectos de la sulfonación se analizaron con FTIR y TGA.

### Resultados

Los resultados se muestran en la Figura 1. La formación y composición de los copolímeros se observan mediante RMN, con los desplazamientos característicos de los protones y carbonos del terpolímero (Figura 1a). La flexibilidad del copolímero es clara al obtener una reducción del módulo complejo de 3000-3600 MPa (Ps puro) a 2500 MPa, al incorporar el comonómero de Acrilato de butilo (no mostrados aquí). La sulfonación se evidenció con FTIR, mostrando las bandas vibracionales de los grupos funcionales de los comonómeros y del grupo sulfónico (Figura 1b). El terpolímero mostró estabilidad térmica arriba de los 350 °C (Figura 1c) y degradación en un solo paso, aunque al incorporar los grupos sulfónicos, se observa su pérdida entre 150-250 °C y se reduce un poco la estabilidad de la cadena principal, para todos los tiempos de sulfonación evaluados. A mayores tiempos de reacción de



sulfonación, se incrementó el grado de sulfonación y presentaron mejor capacidad de intercambio iónico (no observado aquí).



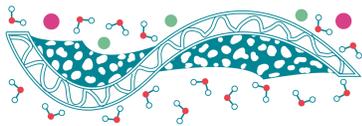
**Figura 1.** a) Espectros de  $^1\text{H}$ -RMN y  $^{13}\text{C}$ -RMN del terpolímero de St:AN:ABu 80:10:10, b) espectro comparativo del terpolímero puro y sulfonado a 3 h (representativo) y c) termograma TGA del terpolímero puro y sulfonado a 3 h (representativo).

## Conclusiones

Los resultados muestran la efectiva formación de los terpolímeros y se mejoró la flexibilidad con la incorporación del ABu. La sulfonación y grado de sulfonación influye en las propiedades térmicas y de intercambio iónico.

## Referencias

- Francisco-Vieira L., Benavides R., Cuara-Diaz E., Morales-Acosta D. (2019). *Styrene-co-butyl acrylate copolymers with potential application as membranes in PEM fuel cell*, International Journal of Hydrogen Energy **44**(24), 12492-12499.
- Liu L., Li D., Xing Y., Li N. (2018). *Mid-block quaternized polystyrene-*b*-polybutadiene-*b*-polystyrene triblock copolymers as anion exchange membranes*, Journal of Membrane Science **564**, 428-435.
- Melo L., Benavides R., Martínez G., Morales-Acosta D., Paula M.M.S., Da Silva L. (2017). *Mechanical properties and morphology of polystyrene-co-acrylic acid synthesized as membranes for fuel cells*, International Journal of Hydrogen Energy **42**(34), 21880-21885.
- Rikukawa M., Sanui K. (2000). *Proton-conducting polymer electrolyte membranes based on hydrocarbon polymers*, Progress in Polymer Science **25**(10), 1463-1502.
- Yandrasits M.A., Hamrock S.J. (2010). *Membranes for PEM fuel cells: 3M research activities*, Fuel Cell Chemistry and Operation. American Chemical Society, 15-29.
- Zuo Z., Fu Y., Manthiram A. (2012). *Novel blend membranes based on acid-base interactions for fuel cells*, Polymers **4**(4), 1627-1644.



## Efecto de la sulfonación sobre las propiedades térmicas del poliéter éter cetona para el desarrollo de membranas de intercambio protónico

**A. Saldívar-Martínez\***, **P.C. Flores-Escareño**, **R. Benavides**, **L. Da Silva**,  
**D. Morales-Acosta**

Centro de Investigación en Química Aplicada, Blvd Enrique Reyna No. 140, Col. San José de los Cerritos, 25290.  
Saltillo, Coahuila, México

\* Autor de correspondencia: [saldivara.m18@ciqa.edu.mx](mailto:saldivara.m18@ciqa.edu.mx)

**Palabras clave:** poliéter éter cetona; sulfonación; membranas; celdas de combustible.

### Introducción

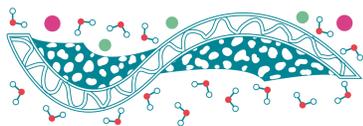
En la última década, el poliéter éter cetona (PEEK) ha sido estudiado ampliamente para el desarrollo de membranas con aplicaciones diversas, particularmente en celdas de combustible de intercambio protónico (PEMFC) (Iulianelli & Basile, 2012). El PEEK es un polímero con excelentes propiedades mecánicas y térmicas que, al ser modificado químicamente vía sulfonación (sPEEK) para introducir el grupo sulfónico, adquiere la capacidad de intercambio protónico. A través del control y optimización de las condiciones de reacción (tiempo, temperatura y agente sulfonante), es posible obtener sPEEK con un balance adecuado entre estructura y propiedades para un desempeño adecuado como membranas en PEMFC. En este estudio se reporta la sulfonación de PEEK (sPEEK), con ácido sulfúrico variando el tiempo de reacción (1-5 h), y su influencia en las propiedades térmicas, así como en la capacidad para formar membranas.

### Materiales y Métodos

La sulfonación de PEEK se llevó a cabo mediante sustitución electrofílica a partir de PEEK en polvo (Victrex®) y ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ , 95-98%) en una relación de 1:10 p/v. La reacción se realizó a 70 °C, variando el tiempo de reacción (1, 2, 3, 4 y 5 h). La temperatura se eligió de acuerdo a estudios previos de nuestro grupo de trabajo. Los polímeros sulfonados se lavaron con agua destilada y se secaron a 40 °C. Se etiquetaron como sPEEK 70x (x = tiempo de reacción). Posteriormente, se realizaron pruebas de solubilidad para el sPEEK en distintos disolventes comunes (THF, DMF, DMA y DMSO), con una relación sPEEK:disolvente de 0.02:1 p/v. La modificación de la estructura y propiedades térmicas de PEEK se evaluó mediante RMN, TGA y DSC. Los espectros  $^1H$  RMN se obtuvieron a 400 MHz, empleando DMSO deuterado. El análisis TGA se realizó con barridos de 25 a 800 °C en atmósfera de  $N_2$  y cambio a atmósfera de  $O_2$ , a 10 °C/min. Los análisis de DSC se obtuvieron con barridos térmicos de 25 a 380 °C a 10 °C/min en atmósfera de  $N_2$ .

### Resultados y Discusiones

La sulfonación de PEEK se confirmó mediante  $^1H$  RMN (no mostrado). Se observó un desplazamiento significativo del protón H2' (H en el C $\beta$  respecto al grupo sulfónico) hacia ~7.5 ppm,



en comparación con los protones H3' y H4' en el anillo de la hidroquinona del PEEK, confirmando la inserción del grupo  $-\text{SO}_3\text{H}$  en la estructura del polímero (Xing *et al.*, 2004).

Los cambios en la estabilidad térmica del sPEEK se evaluaron mediante TGA. A partir de los termogramas (no mostrados) se distinguen tres regiones importantes de pérdida de masa para todos los tiempos de reacción, siendo la segunda pérdida cerca de los 300 °C la más significativa, ya que se relaciona con la pérdida de los grupos  $-\text{SO}_3\text{H}$ . Además, la sulfonación desplaza el inicio de descomposición desde 544 °C para PEEK hasta a 290 °C para sPEEK 705.

**Tabla 2.** Parámetros obtenidos a partir de análisis de TGA, DSC y RMN

Muestra	T <sub>dt</sub> (°C)	T <sub>g</sub> (°C)	DS (TGA) (%)	DS ( <sup>1</sup> H RMN) (%)
PEEK	544	150	-	-
sPEEK 701	305	195	66	-
sPEEK 702	305	206	74	56
sPEEK 703	305	205	78	52
sPEEK 704	295	218	79	68
sPEEK 705	290	226	78	76

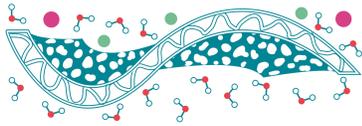
T<sub>dt</sub>= Temperatura de descomposición, T<sub>g</sub> = Temperatura de transición vítrea, DS=grado de sulfonación

A partir de los termogramas de DSC (no mostrados), se observó que la T<sub>g</sub> tiende a aumentar con el tiempo de sulfonación desde 150 °C (PEEK) hasta 226 °C para sPEEK 705, debido a la interacción intermolecular por puentes de hidrógeno del grupo  $-\text{SO}_3\text{H}$  y a la reducción de movilidad que sufre la cadena polimérica (Zaidi, 2003). El detalle de las temperaturas de descomposición y transición vítrea a partir de DSC y TGA se resume en la Tabla 1. A partir de los datos obtenidos mediante <sup>1</sup>H RMN y TGA se calculó el DS, es posible observar diferencias significativas en el DS que aumenta hasta en un 20% entre 1 y 5 h de reacción.

Los resultados de las pruebas de solubilidad del sPEEK en diferentes disolventes comunes mostraron que, con excepción de sPEEK701, todos los polímeros sulfonados son solubles en la mayoría de los disolventes polares. Particularmente con DMF y DMSO fue posible obtener membranas con características físicas adecuadas, como homogeneidad y espesor.

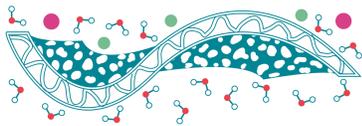
## Conclusiones

Se logró sulfonar el PEEK bajo las condiciones de reacción evaluadas, obteniendo niveles de sulfonación de hasta 76% para un tiempo de reacción de 5 h. Aun cuando la temperatura de descomposición del sPEEK se desplaza a valores menores con la sulfonación, la estabilidad química es adecuada para su aplicación como membranas en PEMFC. Por último, se logró obtener prototipos de membranas con características físicas adecuadas.



## Referencias

- Iulianelli A., Basile A. (2012). *Sulfonated PEEK-based polymers in PEMFC and DMFC applications: A review*, International Journal of Hydrogen Energy **37**, 15241-15255.
- Xing P., Robertson G.P., Guiver M.D., Mikhailenko S.D., Wang K., Kaliaguine S. (2004) *Synthesis and characterization of sulfonated poly(ether ether ketone) for proton exchange membranes*, Journal of Membrane Science **229**, 95-106.
- Zaidi S.M.J. (2003) *Polymer Sulfonation – A versatile route to prepare proton-conducting membrane material for advanced technologies*, Arabian Journal for Science and Engineering **28**, 183-194.



## Efecto del añejamiento en las propiedades de transporte de un polímero comercial versus un polímero de nueva generación

R. Garfias Meza\*, J. Ortiz Espinoza, F.A. Ruiz Treviño

Universidad Iberoamericana, Prolongación Paseo de la Reforma 880, Santa Fé, Zedec Sta Fé,  
Álvaro Obregón, 01219 Ciudad de México, CDMX.

\* Autor de correspondencia: ricardogarfiasmeza@gmail.com

**Palabras clave:** Membranas poliméricas; polímeros poxinar; permeabilidad y selectividad; envejecimiento físico; polisulfona.

### Introducción

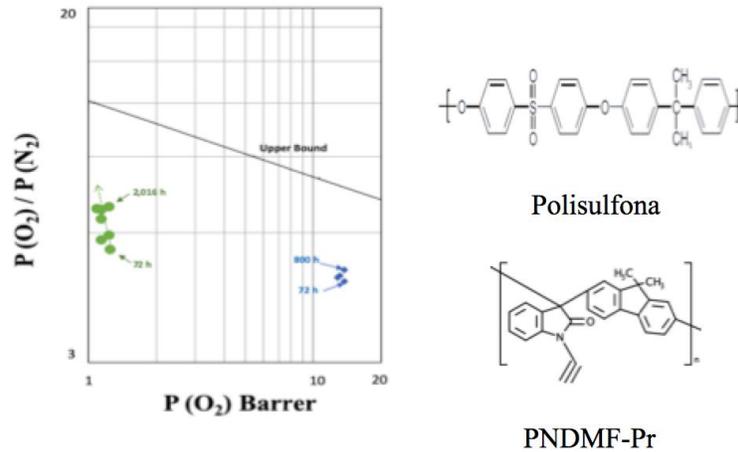
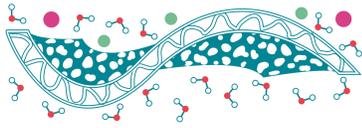
Las membranas poliméricas son una alternativa sustentable en procesos de separación de gases; sin embargo, presentan ciertas limitantes como el envejecimiento físico e inestabilidad. Algunos polímeros como los POXINAR y los PIM's, cuya estructura posee una gran cantidad de volumen libre y rigidez, parecieran contar con una cierta resistencia al proceso de densificación. En este trabajo se evaluó el cambio en las propiedades de permeabilidad y selectividad de membranas elaboradas de polisulfona y otras con un polímero poxinar basado en dimetilfluoreno (PNDMF-Pr). Se observaron los cambios en permeabilidad y selectividad de membranas con y sin tratamiento térmico y su respectivo añejamiento a distintas condiciones de presión (vacío de  $10^{-3}$  Torr versus presión atmosférica).

### Materiales y Métodos

La polisulfona se obtuvo de "Sigma-Aldrich" y el polímero poxinar fue sintetizado siguiendo una metodología previamente establecida en la literatura. Se determinó la FVV y el  $d$ -spacing para ambos polímeros. Las propiedades de transporte de gases puros ( $H_2$ ,  $O_2$ ,  $N_2$ ,  $CH_4$ , y  $CO_2$ ) en las distintas membranas se evaluaron a  $35\text{ }^\circ\text{C}$  y 2 atm de presión en una celda de permeación estándar. Finalmente, las membranas fueron añejadas dentro de las celdas de permeación a  $35\text{ }^\circ\text{C}$ : unas de ellas a presión atmosférica y las otras a un vacío de  $10^{-3}$  Torr.

### Resultados y Discusiones

La membrana de polisulfona añejada a vacío de  $10^{-3}$  Torr mostró un aumento en la selectividad del 23% para el par de gases  $O_2/N_2$ , mientras que en la membrana de polisulfona añejada a presión atmosférica mostró un aumento de la selectividad del 2%. Lo anterior hace evidente la forma como disminuye y reacomoda el volumen del polímero y, en consecuencia, la forma en la que cambian sus propiedades de transporte. Análogamente, las membranas de PNDMF-Pr, tanto la añejada a un vacío de  $10^{-3}$  Torr como la añejada a presión atmosférica, mostraron un comportamiento estable en sus propiedades de transporte. Por último, tal y como lo muestra la Figura 1, la estructura molecular del PNDMF-Pr le permite a la membrana de este polímero (cuadros azules) ser más permeable pero ligeramente menos selectiva que la membrana de polisulfona (cuadros verdes).



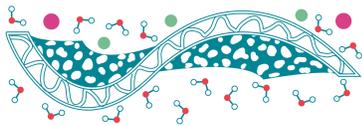
**Figura 1.** Evolución de las propiedades de transporte durante el tiempo de añejamiento de membranas poliméricas: una de ellas hecha de polisulfona y la otra de PNDMF-Pr.

## Conclusiones

Añejar al vacío las membranas de polisulfona con espesores entre 8 y 10  $\mu\text{m}$  podría ser una estrategia efectiva para mejorar sus propiedades de transporte. Asimismo, las membranas de PNDMF-Pr resultan atractivas para obtener mayores permeabilidades con una ligera pérdida de selectividad.

## Referencias

Huang Y., Paul D. R. (2004). *Physical aging of thin glassy polymer films monitored by gas permeability*, Polymer **45**(25), 8377-8393.



## Modificación de membranas de silicona con fragmentos acrílicos mediante radiación gamma para aplicaciones biomédicas

M.A. Velazco-Medel\*, L.A. Camacho-Cruz, E. Bucio

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

\* Autor de correspondencia: mvelazcomedel@gmail.com

**Palabras clave:** Poli(dimetil siloxano); acrilatos; hinchamiento; biopelícula bacteriana; pH crítico.

### Introducción

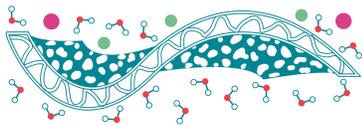
La silicona es un polímero utilizado en la fabricación de materiales de uso médico, como tubos y catéteres. Sin embargo, uno de los problemas que presenta cuando se utiliza en pacientes hospitalizados es que tiende a contaminarse por bacterias, provocando una infección sistémica. La contaminación de estos materiales es principalmente por bacterias y hongos que comienzan a adoptar la superficie del polímero como lugar de crecimiento, formando una película. Esto se atribuye al carácter hidrofóbico de la silicona, esto puede evitarse con la adición de moléculas pequeñas y polímeros injertados en su superficie, con el objetivo de añadir propiedades antimicrobianas, o hidrofiliidad a la superficie polimérica.

El Acido Acrílico (AAc) y otros acrilatos se han injertado sobre la silicona para proveerle un carácter hidrofílico, y para evitar la adhesión bacteriana. Dichas modificaciones se han realizado mediante diversos métodos, entre ellos el plasma y la radiación ionizante (Yang & Hsiue, 1996). La radiación gama ha permitido el injerto de AAc mediante el método de pre-irradiación oxidativa, el cual consiste en exponer la silicona a la radiación para generar rupturas homolíticas que conduzcan a la formación de radicales libres los cuales posteriormente reaccionen con un monómero vinílico y se lleve a cabo una reacción de injerto (Cabana *et al.*, 2017).

En el presente trabajo se reporta la modificación de membranas de silicona con AAc utilizando un método simultáneo de polimerización, generando injertos sobre la superficie en una reacción iniciada por radiación gamma.

### Materiales y Métodos

A diferentes ampollas de vidrio con la membrana de silicona (SM) en el interior, se le agregó una mezcla AAc:EGDMA. En cada una se hizo una variación del disolvente, la concentración y fueron expuestas a distintas dosis de radiación- $\gamma$ , las membranas modificadas se purificaron y secaron a vacío para ser pesadas y calcular el grado de injerto. Se evaluó el hinchamiento de las membranas modificadas en solución acuosa y biológica simulada. También su comportamiento en distintas soluciones de pH fue analizado, sometiendo las películas a cambios de pH.



## Resultados y Discusiones

En el proceso de polimerización se encontró que el grado de injerto depende directamente de la cantidad de dosis absorbida y de la concentración de monómeros. Los resultados muestran que mediante polimerización simultánea se producen injertos bajos en comparación con los que se obtienen cuando se utiliza el método de pre-irradiación oxidativa reportado por Cabana (2017). Sin embargo, este comportamiento es distinto al aumentar la concentración y mantener constante la dosis en 10 kGy, ya que hay un incremento en el grado de injerto, alcanzando casi el 100%, ya que al aumentar la concentración hay más contacto entre los radicales formados en la SM y los monómeros.

El comportamiento de las SM modificadas en solución comprueba la presencia del AAc sobre la superficie de la membrana. El hinchamiento límite de las SM modificadas en agua desionizada y en solución de fosfatos fue distinta, atribuyendo esto a la presencia del agente entrecruzante, ya que ese comportamiento es único en las membranas que lo contienen.

En los ensayos de variación de pH se identificó el pH crítico alrededor de 8. Se demostró que es necesaria la presencia de un agente entrecruzante para dotar de estabilidad a la membrana, ya que la membrana modificada únicamente con AAc sufre degradación. Además, se demuestra que el grado de hinchamiento está directamente relacionado con la concentración de ácido acrílico para la reacción. Mediante titulaciones potenciométricas se evaluó la disponibilidad de grupos ácidos en la superficie de las membranas y se corroboró con las pruebas de hinchamiento. Lo cual demostró que la reacción de injerto procede en mayor proporción en el bulto de la membrana.

## Conclusiones

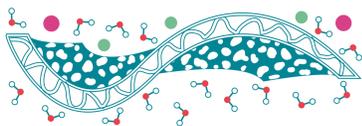
Se demostró la modificación de membranas de silicona con ácido acrílico y otros acrilatos mediante radiación gamma, utilizando el método simultáneo. Además, se demuestra la importancia del agente entrecruzante para proveer de estabilidad a la membrana en solución. El pH crítico alrededor de 8, permite que la membrana pueda ser utilizada en pH fisiológico.

## Agradecimientos

A la CONACyT beca de M. A. V. M. (CVU 696062) y al proyecto PAPIIT IN20232o.

## Referencias

- Cabana S., Lecona-Vargas C.S., Meléndez-Ortiz H.I., Contreras-García A., Barbosa S., Taboada P., Magariños B., Bucio E., Concheiro A., Alvarez-Lorenzo C. (2017). *Silicone rubber films functionalized with poly(acrylic acid) nanobrushes for immobilization of gold nanoparticles and photothermal therapy*, *Journal of Drug Delivery Science and Technology* **42**, 245–254.
- Yang J.S., Hsiue G.H. (1996). *Synthesis of Acrylic Acid Grafted Silicone Rubber via Preirradiation Graft Copolymerization and its Physical and Dielectric Properties*, *Journal of Applied Polymer Science* **61**, 221-229.



## Desarrollo de membranas antimicrobianas y reguladoras de pH a través del injerto de *N*-vinilimidazol mediante radiación gamma

L.A. Camacho-Cruz\*, M.A. Velazco-Medel, E. Bucio

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

\* Autor de correspondencia: 95.luis.camacho@gmail.com

**Palabras clave:** poli(*N*-vinilimidazol); gasas; amortiguadores de pH; película bacteriana; radiación ionizante.

### Introducción

Las gasas de algodón con aplicaciones médicas son herramientas extremadamente importantes, tanto en la atención de primeros auxilios como en la atención hospitalaria. A pesar de las características benéficas de estos dispositivos, las gasas de algodón no pueden evitar la contaminación de las heridas debido a la presencia de microorganismos en el área de piel periférica a la herida.

Teniendo en cuenta el problema de salud que son las infecciones en heridas cutáneas, es de interés el desarrollo de apósitos capaces de disminuir de manera local estas infecciones (Sarheed *et al.*, 2016, Luna-Straffon *et al.* 2014). Siguiendo esta línea de pensamiento, la inclusión de polímeros funcionales que puedan tener propiedades antibacteriales intrínsecas es un tema interesante.

En consecuencia, este proyecto busca producir una gasa médica antibacterial a través de la modificación de una gasa convencional con el polímero poli(*N*-vinilimidazol) (PNVIm). Esta modificación pretende obtener un material que sea compatible con el pH natural de la piel humana y que, además, evite el crecimiento de películas bacterianas en su superficie. Específicamente, el PNVIm cumple este objetivo debido a sus propiedades de amortiguamiento ácido-base con una constante de acidez  $pK_a \approx 7$ , y a las propiedades antibacteriales que se han reportado para este polímero.

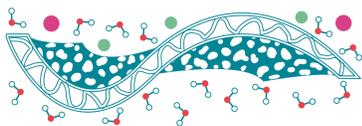
### Materiales y Métodos

El injerto de PNVIm se realizó utilizando radiación ionizante (radiación  $\gamma$ ) como método de iniciación de polimerización, utilizando diferentes dosis de radiación y disolventes. Posteriormente, se realizaron pruebas mecánicas para evaluar el efecto de la radiación y el injerto en los materiales finales y se sometieron a pruebas microbiológicas. Adicionalmente, se evaluó la capacidad amortiguadora de los materiales mediante titulaciones potenciométricas.

### Resultados y Discusiones

De acuerdo con los resultados de la reacción de injerto por los dos métodos, se obtuvieron los siguientes resultados. En condiciones equivalentes, el método directo permite obtener materiales con porcentajes de injerto mucho mayores y por lo tanto se concluye que este método es el más conveniente para injertos que alteren significativamente las propiedades funcionales de la gasa.

Para los experimentos realizados con una concentración de PNVIm de 80% V/V, por método directo, se obtuvieron materiales con una funcionalización muy elevada en comparación a lo que se obtiene a



menores dosis de irradiación; sin embargo, estos materiales pierden su funcionalidad como gasas debido a que se endurecen completamente, lo cual fue comprobado a través de las pruebas mecánicas correspondientes.

Está reportado que los polímeros antimicrobianos más eficientes son aquellos que presentan cargas positivas en su estructura. Principalmente, polímeros catiónicos derivados de aminas cuaternizadas, han demostrado mejor eficiencia en la inhibición del crecimiento bacteriano. De acuerdo con las pruebas microbiológicas se confirmó una diferencia significativa en el crecimiento bacteriano entre los medios que contenían una gasa sin modificar (gasa inicial) y aquellos que contenían una gasa cuaternizada, por tanto, las gasas cuaternizadas sí inhiben el crecimiento de *E. coli*, de *S. aureus* y de *P. aeruginosa*. Para *S. aureus*, las gasas injertadas también muestran efectividad en inhibir el crecimiento bacteriano (para este nivel de confianza) en comparación a la gasa inicial.

Adicional a esto, se determina la capacidad amortiguadora de pH del sistema que tuvo un valor máximo local en pH=5.6, lo cual indica una constante de acidez aparente del sistema de aproximadamente pKa=5.6.

## Conclusiones

Fue posible obtener copolímeros de injerto de PNVIIm en gasas de algodón utilizando radiación y como método de iniciación de polimerización a través del método directo. Los resultados de pruebas de esfuerzo a la elongación permitieron concluir que las propiedades mecánicas de las gasas iniciales, injertadas y cuaternizadas no cambian de manera considerable.

Las pruebas microbiológicas permiten concluir que los materiales cuaternizados son efectivos inhibiendo el crecimiento de *E. coli*, de *S. aureus* y de *P. aeruginosa*, siendo especialmente efectivos inhibiendo el crecimiento de *S. aureus*, uno de los agentes principales de infecciones cutáneas.

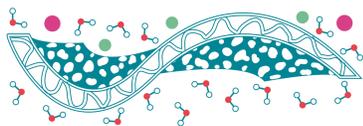
Se encontró que el polímero injertado presenta propiedades de amortiguamiento de pH, con una constante de acidez aparente de aproximadamente 5.6 (pKa≈5.6); esto, además de permitir que los materiales sean compatibles con la piel humana, sería benéfico, pues se ha encontrado que un pH ácido tiende a ayudar en un correcto sanado de las heridas cutáneas.

## Agradecimientos

Los autores agraden al proyecto PAPIIT IN20320 por el apoyo para la realización de este trabajo y a CONACYT por las becas de maestría de Luis Camacho (916557) y Marlene Velazco (696062/ 583700)

## Referencias

- Luna-Straffon M.A., Contreras-García A., Brackman G., Coenye T., Concheiro A., Alvarez-Lorenzo C., Bucio E. (2014). *Wound Debridement and Antibiofilm Properties of Gamma-Ray DMAEMA-Grafted onto Cotton Gauzes*, *Cellulose* **21**(5), 3767-3779.
- Sarheed O., Ahmed A., Shouqair D., Boateng J. (2016). *Antimicrobial Dressings for Improving Wound Healing*, *Wound Healing - New insights into Ancient Challenges*. Croacia, InTech.



## Polymeric electrolytic membrane of Trimethylsulfonium Bis (trifluoromethylsulfonyl) imide I Sodium perchlorate I Poly (ethylene oxide) for sodium batteries

J. Guzmán Torres<sup>1</sup>, L.L. Garza Tovar<sup>1</sup>, L.C. Torres González<sup>1</sup>, I. González Martínez<sup>2</sup>,  
E. González Juárez<sup>1</sup>, E.M. Sánchez Cervantes<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup> Universidad Autónoma de Nuevo León, Facultad de Ciencias Químicas, Laboratorio de Materiales II,  
Av. Universidad S/N Ciudad Universitaria, San Nicolas de los Garza, C.P. 66451, Nuevo León, México.

<sup>2</sup> Departamento de Química, Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa, AP 55-534, 09340  
Iztapalapa, Cd. de México.

\* Corresponding author: eduardo.sanchezcv@uanl.edu.mx

**Keywords:** Polymeric electrolytic membrane; Ionic liquid; Eldfellite.

### Introduction

The rechargeable batteries are based on chemical energy. As for Na ion batteries, safety problems may be related to the high reactivity of organic liquid electrolytes. Therefore, the use of them is not suitable for application in secondary large-scale sodium batteries. For further improvements in terms of reliability, research aimed at reducing the safety risks in Na batteries is considered in order to develop polymeric electrolytic membrane (PEM), with good electrochemical performance, relatively safer compared to organic liquid electrolytes (Delmas, 2018).

### Materials and Methods

To synthesize the M<sub>3</sub>STFSI ionic liquid (IL), two precursors were used, Trimethylsulfonium Iodide (M<sub>3</sub>SI) and Bis(trifluoromethane)sulfonimide lithium salt (LiTFSI) in a 1: 1.3 molar ratio using water as a solvent. The preparation of the PEM was carried out using a ternary system of type M<sub>3</sub>STFSI/NaClO<sub>4</sub>/PEO. Finally, the active material known as Eldfellite (NaFe(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>) was synthesized using two precursors iron sulfate (FeSO<sub>4</sub>) and sodium sulfate (NaSO<sub>4</sub>) in a 1: 1 molar ratio in water for application as cathode in sodium batteries (Goodenough *et al.*, 2015).

### Results and discussions

Asymmetric sodium ion prototype batteries were built (Na/PEM/NaFe(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>) resulting in a specific capacity of 73 mAh/g at C/10 after 60 cycles (Figure 1). With the Na/PEM/SS configuration it was obtained a electrochemical stability of up to 4.6 V. On the other hand, the symmetric sodium ion prototype batteries (Na/PEM/Na) resulted in a  $t_{Na^+} \sim 0.15$  whit a coulombic efficiency  $\sim 96\%$  whose value is good by highlighting the fact that a PEM was used instead of a conventional organic liquid electrolyte.

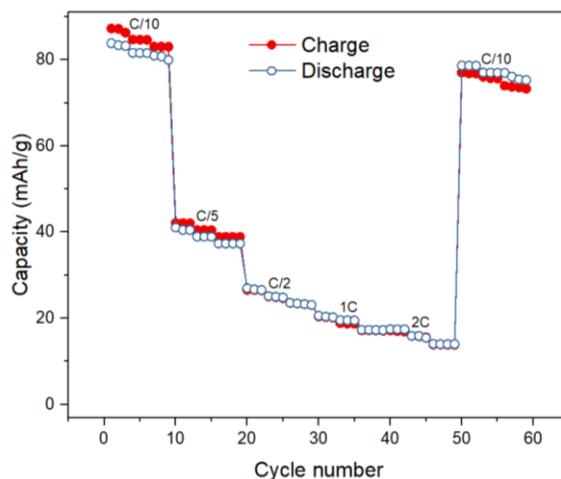
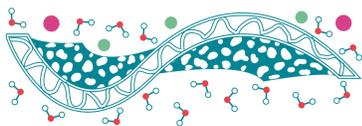


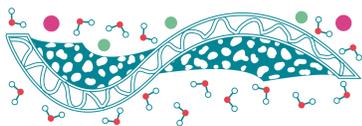
Figure 1. Capacity at different C rates (C/10, C/5, C/2, 1C, 2C and C/10).

## Conclusions

The XRD results of the M<sub>3</sub>STFSI and the PEM revealed the crystalline nature of the IL and its semiamorph structure respectively which is a benefit for the diffusion of the Na ions within the polymeric membrane, by FTIR it was possible to find their characteristic bands of the functional groups of both samples. The PEM was capable of withstanding up to 70 cycles in a deep cycling so it is a good alternative to use in prototypes of sodium ion batteries.

## References

- Delmas C. (2018). *Sodium and Sodium-Ion Batteries: 50 Years of Research*, Advanced Energy Materials **8**(17), 1703137.
- Singh P., Shiva K., Celio H., Goodenough J.B. (2015). *Eldfellite, NaFe(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>: an intercalation cathode host for low-cost Na-ion batteries*, Energy & Environmental Science **8**(10), 3000-3005.



## Polymeric nanocomposites with SrTiO<sub>3</sub> nanoparticles

J.M. Antonio-Cadena\*, J.G. Luna-Barcenas, E. Prokhorov

Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del IPN, Unidad Querétaro 76230, Qro., México

\* Corresponding author: jose.antonio@cinvestav.mx

**Keywords:** dielectric properties, nanocomposite, SrTiO<sub>3</sub>, functionalization.

### Introduction

The investigation of polymer nanocomposites is in great attention due to their application in the electronics industry for development of low cost, flexible elements for high energy storage, supercapacitance, biosensors, transistors, etc. For such applications, as a rule, combination of flexible polymers with ceramic fillers have been proposed. However, most of the nanoparticles demonstrate the agglomeration due to their poor solubility that limits their applications. Therefore, in the literature have been proposed different methods of nanoparticles functionalization that must enhance particle-polymer interaction and their dispersion in polymer matrix. (Ramesh *et al.*, 2003; Zhou *et al.*, 2011; Fu *et al.*, 2015)

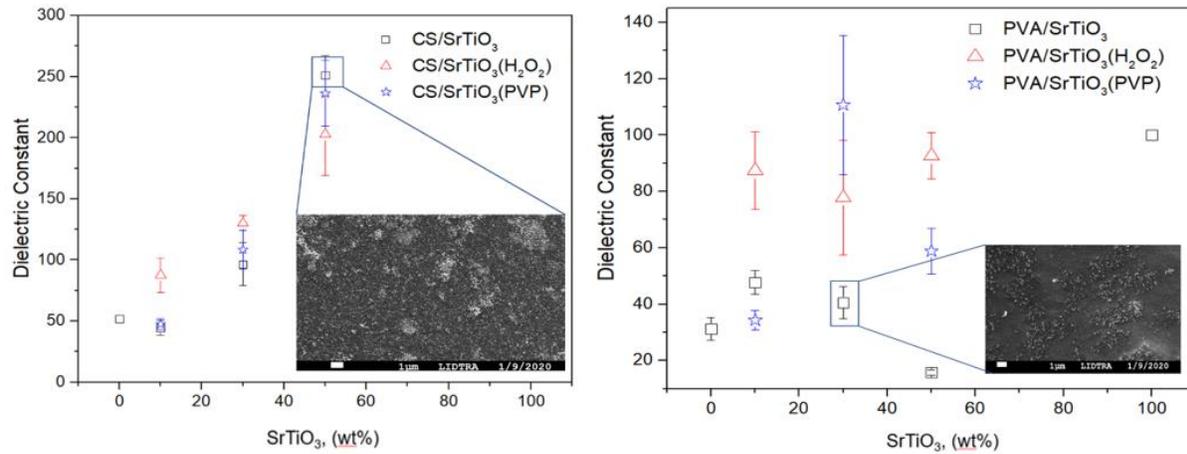
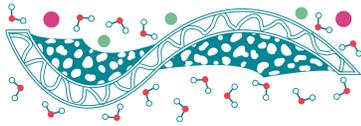
The aim of this work is to obtained nanocomposite with high dielectric constant for applications in the flexible electronics. To achieve this goal, we study the effect of incorporating functionalized and non-functionalized SrTiO<sub>3</sub> nanoparticles (with dimension *ca.* 40 nm and dielectric constant *ca.* 150) in three different polymers: chitosan, PVA and PVDF.

### Materials and methods

In this work new nanocomposites based on chitosan (CS), PVA and PVDF matrixes with SrTiO<sub>3</sub> nanoparticles (with concentration 10-60% w/w filling ratio) have been synthesized. To achieve a homogeneous distribution the SrTiO<sub>3</sub> NPs have been functionalized by treatment in H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> and PVP solutions. The microstructure, surface morphology, interaction of surface modified nanoparticles with polymers matrixes and their dielectric properties have been investigated using SEM, XRD, FTIR and dielectric spectroscopy measurements.

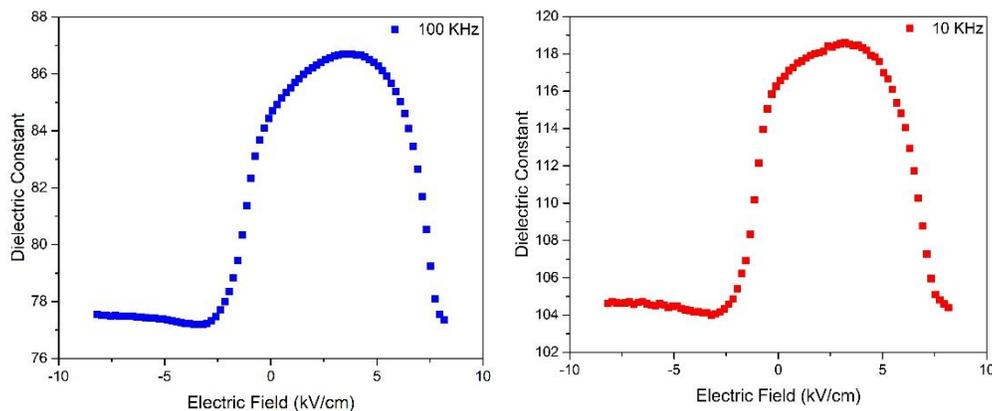
### Results and discussions

It was shown that in CS/SrTiO<sub>3</sub> and PVA/SrTiO<sub>3</sub> films, the highest dielectric constant (*ca.* 250 and 120 respectively) has been observed in films with SrTiO<sub>3</sub> NPs functionalized by PVP as shown on Figure 1. The values of obtained dielectric constant are much higher compare with values reported in the literature (Lee *et al.*, 2010; Yu *et al.*, 2015).



**Figure 1.** Dependence of dielectric constant measured at 1 kHz on NPs wt. % obtained in PVA/SrTiO<sub>3</sub> and CS/SrTiO<sub>3</sub> composites.

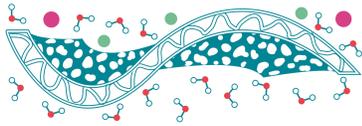
Additionally, for first time, dielectric tunability (change of dielectric constant with applying DC bias) was observed in CS/SrTiO<sub>3</sub> films. A good tunability coefficient of 11.49% at low electric fields of 10 kV/cm has been measured at the frequency 10 kHz and 100 kHz. (Figure 2). The mechanism of tunability, probably, is related with Maxwell-Wagner-Sillars (MWS) interfacial polarization due to incorporation of the high dielectric constant ceramic fillers into the polymer matrix.



**Figure 2.** Dielectric constant as a function of applied DC electric field in CS/SrTiO<sub>3</sub> films.

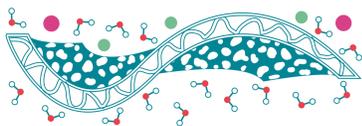
## Conclusions

The incorporation of SrTiO<sub>3</sub> nanoparticles to different polymer has shown a notable increasing of the dielectric constant due to their interaction and good dispersion in polymers matrix. Additionally, for the first time, we reported an electrical tunability of CS/SrTiO<sub>3</sub> films. Results presented may be of great importance in the development of different types of flexible organic transistors, membranes for energy conversion and storage, supercapacitance, etc.



## References

- Fu J., Hou Y., Zheng M., Wei Q., Zhu M., Yan H. (2015). *Improving Dielectric Properties of PVDF Composites by Employing Surface Modified Strong Polarized BaTiO<sub>3</sub> Particles Derived by Molten Salt Method*, ACS Applied Materials and Interfaces **7**(44), 24480-24491.
- Lee D.H., Lee J.H., Kim D.W., Kim B.K., Je H.J. (2010). *Enhanced dielectric constant of polymer-matrix composites using nano-BaTiO<sub>3</sub> agglomerates*, Journal of the Ceramic Society of Japan **118**(1373), 62-65.
- Ramesh S., Shutzberg B.A., Huang C.C., Gao J., Giannelis E.P. (2003). *Dielectric nanocomposites for integral thin film capacitors: Materials design, fabrication and integration issues*, IEEE Transactions on Advanced Packaging **26**(1), 17-24.
- Yu D., Xu N.X., Hu L., Zhang Q.L., Yang H. (2015). *Nanocomposites with BaTiO<sub>3</sub>-SrTiO<sub>3</sub> hybrid fillers exhibiting enhanced dielectric behaviours and energy-storage densities*, Journal of Materials Chemistry C **3**(16), 4016-4022.
- Zhou T., Zha J.W., Cui R.Y., Fan B.H., Yuan J.K., Dang Z.M. (2011). *Improving dielectric properties of BaTiO<sub>3</sub>/ferroelectric polymer composites by employing surface hydroxylated BaTiO<sub>3</sub> nanoparticles*, ACS Applied Materials and Interfaces **3**(7), 2184-2188.



## Modificación de membranas de algodón con polímeros pH-sensibles mediante radiación ionizante

D.A. Romero Fierro<sup>1\*</sup>, S.P. Hidalgo<sup>1</sup>, E. Bucio<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Departamento de Química, Escuela de Ciencias Químicas e Ingeniería, Universidad Yachay Tech, Urcuquí, Ecuador

<sup>2</sup> Departamento de Química de Radiaciones y Radioquímica. Instituto de Ciencias Nucleares. Universidad Nacional Autónoma de México, Ciudad de México 04510, México.

\* Autor de correspondencia: david.romero@yachaytech.edu.ec

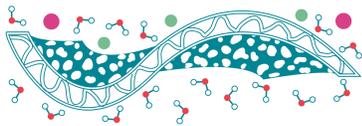
**Palabras clave:** Membranas de algodón; Acido acrílico; Acido metacrílico; pH sensible; Biomateriales.

### Introducción

El interés en los polímeros sensibles al estímulo, que tienen una conformación dependiente de las variables fisicoquímicas de los medios, ha experimentado un crecimiento exponencial en los últimos veinte años debido al enorme potencial que contienen como componentes de los sistemas inteligentes de administración de fármacos (Alvarez-Lorenzo *et al.*, 2013). Entre ellos, aquellos que sufren cambios reversibles dentro de los rangos fisiológicos de variables como el pH, la temperatura o la fuerza iónica, son especialmente útiles como componentes de formas de dosificación con la capacidad de liberar fármacos en respuesta a variables fisiológicas o la aplicación de un estímulo externo (Almeida *et al.*, 2012). Es por esta razón que se ha estudiado la forma de modificar las superficies de membranas para combinar sus propiedades con las de los polímeros de estímulo sensibles (Meléndez-Ortiz *et al.*, 2015). Una de las formas más exitosas ha sido la modificación superficial por radiación gamma (Ramos-Ballesteros *et al.*, 2019). En este sentido, el objetivo principal de este trabajo fue sintetizar un biomaterial de algodón que contenga un polímero que responde al pH, mediante un injerto inducido por radiación gamma.

### Materiales y Métodos

El injerto de los polímeros estímulo sensibles en la membrana de algodón mediante una polimerización radicalaria mediante el método de pre-irradiación oxidativa. Se prepararon ampollitas de vidrio con las membranas de algodón. Estas ampollitas sin sellar (en presencia de aire) se sometieron a las dosis requeridas de irradiación gamma. Posteriormente se agregaron las disoluciones de monómero de ácido acrílico o metacrílico a las membranas irradiadas. Las ampollitas se sellaron en atmósfera inerte. Las ampollitas se colocaron en un baño a temperatura requerida por un tiempo de reacción seleccionado en el experimento. Una vez que se concluyó esta etapa, las ampollitas son abiertas y se extrajo el homopolímero de las membranas modificadas con una mezcla de solventes. Estos nuevos biomateriales, se secaron en una estufa de vacío para eliminar disolvente y humedad y se calculó el porcentaje de injerto.



## Resultados y Discusiones

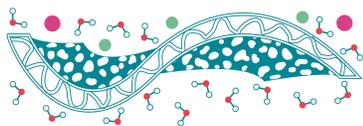
Los injertos fueron confirmados mediante varias técnicas de caracterización. Se evaluó el efecto de las condiciones de reacción en el injerto de ácido acrílico y ácido metacrílico. La prueba SEM permitió identificar que el injerto se produjo tanto de manera superficial como en masa. Mediante FTIR-ATR se pudo comprobar la aparición de grupos funcionales en el injerto en comparación con la membrana sin injertar. Los análisis térmicos se realizaron usando TGA y DSC. La técnica TGA comprobó la complejidad que adquirieron los nuevos biomateriales mostrando tres etapas de descomposición asociadas con los polímeros injertados. Se evaluó el pH crítico de las membranas injertadas encontrando un pH crítico cercano a 4, lo cual indicaría que se puede aplicar en heridas. Finalmente se realizaron los estudios de carga de vancomicina mostrando que las membranas injertadas presentan capacidad de portar el fármaco en su estructura debido a interacciones entre los grupos funcionales injertados y el polímero.

## Conclusiones

La modificación de la membrana de algodón se realizó mediante el uso de radiación gamma ionizante. De esta manera, fue posible injertar polímeros sensibles al pH en la estructura de celulosa. El proceso es reproducible y el porcentaje de injerto dependerá de las condiciones de reacción que se utilicen. Los monómeros injertados tienen la propiedad de sensibilidad al pH, que se conserva después del injerto en la membrana de algodón. El valor crítico en el que se produce un cambio en la estructura del material modificado oscila entre  $\text{pH} = 4.6-4.9$  que coincide con los valores de  $\text{pK}_a$  de los monómeros. El injerto da nuevas funcionalidades a la membrana de algodón. El material modificado contiene grupos carboxílicos que le permiten interactuar con fármacos como la vancomicina. En este proyecto se evaluó la capacidad de carga de vancomicina del nuevo material, sin embargo, es necesario realizar pruebas de liberación controlada de fármacos, así como pruebas antimicrobianas para evaluar su potencial aplicación como biomaterial.

## Referencias

- Almeida H., Amaral M.H., Lobao P. (2012). *Temperature and pH Stimuli-responsive polymers and their applications in controlled and self-regulated drug delivery*, Journal of Applied Pharmaceutical Science **2**(6), 1-10.
- Alvarez-Lorenzo C., Concheiro A. (2013). *From dosage forms to intelligent drug-delivery systems: A change of paradigm*. Smart Materials for Drug Delivery: Volume 1. Alvarez-Lorenzo C., Concheiro A., UK, The Royal Society of Chemistry.
- Meléndez-Ortiz H.I., Varca G.H.C., Lugao A.B., Bucio E., Paulo S. (2015). *Smart Polymers and Coatings Obtained by Ionizing Radiation: Synthesis and Biomedical Applications*, Open Journal of Polymer Chemistry **5**, 17-33.
- Ramos-Ballesteros A., Pino-Ramos V.H., López-Saucedo F., Flores-Rojas G.G., Bucio E. (2019)  *$\gamma$ -Rays and Ions Irradiation*, Surface Modification of Polymers: Methods and Applications. Pinson J., Thiry D., Germany, Wiley-VCH.



## Síntesis y caracterización de películas híbridas preparadas a partir de polidimetilsiloxano y trietoxifenilsilano

F.J. Xix Novelo, Y. Pérez Padilla\*

Facultad de Ingeniería Química, Universidad Autónoma de Yucatán, Periférico Norte Km 33.5, Tablaje Catastral 13615, Col. Chuburná de Hidalgo Inn, C.P. 97203. Mérida, Yucatán, México.

\* Autor de correspondencia: yamile.perez@correo.uady.mx

**Palabras clave:** sol-gel; polímeros híbridos; caracterización.

### Introducción

En las últimas décadas, se han llevado a cabo importantes avances en el campo de la ciencia de los materiales, esto debido al desarrollo de nuevas aplicaciones que intervienen en diversos procesos químicos, mejorando su rendimiento y generando menores costos y tiempos (Rodríguez *et al.*, 2016). Uno de estos desarrollos es el uso de membranas como adsorbentes, pues permiten la separación de compuestos de la matriz y resultan más eficaces por su bajo costo y la mínima cantidad de residuos que generan en comparación con otros métodos de separación. Las membranas pueden intervenir en distintos procesos extractivos tales como, separación de gases, ósmosis inversa, cromatografía de líquidos, entre otras (Ladewig & Al-Shaeli, 2017).

En esta investigación, se propone determinar condiciones idóneas para la síntesis de membranas híbridas poliméricas a partir de polidimetilsiloxano (PDMS) y trietoxifenilsilano (TEFS) mediante el método Sol-Gel, así como realizar su caracterización fisicoquímica mediante, espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR), análisis termogravimétrico (TGA), estabilidad frente a solventes y a diversas condiciones de pH.

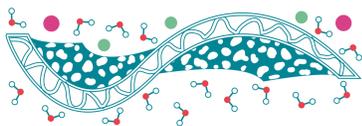
### Materiales y Métodos

Para este trabajo se utilizaron como materiales: polidimetilsiloxano con hidróxidos terminales PM 550 (PDMS-OH), trietoxifenilsilano (TEFS), diclorometano (DCM), ácido trifluoroacético (TFA) al 95% (v/v), acetona, acetonitrilo, metanol, isooctano, acetato de etilo, hidróxido de sodio, y ácido clorhídrico.

Se prepararon membranas de 6 y 8 mL de PDMS/TEFS en relación molar 3:1 mediante el método Sol-Gel, utilizando DCM como medio de reacción y ácido TFA como catalizador. Las membranas obtenidas se caracterizaron por FTIR, ángulo de contacto, TGA, y estabilidad química frente a los siguientes solventes: metanol, acetonitrilo, isooctano, acetato de etilo, acetona y agua. y a las siguientes condiciones de pH: 1, 3, 6, 9, 12.

### Resultados y Discusiones

Se obtuvieron membranas con una consistencia homogénea, y libre de poros y fracturas (Figura 1). Al realizar el análisis por FTIR, se pudo detectar que la reacción se llevó a cabo, de acuerdo a la literatura (Medina Cetina, 2016). En la prueba de ángulo de contacto se obtuvo un valor menor a 90°, lo que



indica que la membrana posee características hidrofílicas (Bracco & Holst, 2013). Respecto a las pruebas de estabilidad química frente a solventes, se observó mayor resistencia en metanol, acetonitrilo y agua. Además, las membranas presentan buena estabilidad para todos los medios ácidos y básicos por al menos 48 horas (Figura 2). Por último, en el análisis termogravimétrico, se reportó una estabilidad térmica de hasta 300 °C.



**Figura 1.** a) Solución PDMS-TEFS depositada en molde de teflón; b) Membrana polimérica curada.



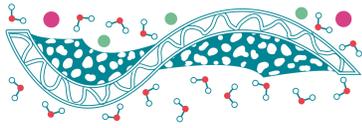
**Figura 2.** Porcentajes promedio de pérdidas de masa de la membrana PDMS-TEFS frente a diversos pH

## Conclusiones

Se logró obtener la síntesis de membranas híbridas poliméricas, sin fracturas, libres de poros, y con un comportamiento hidrofílico. Se comprobó la existencia de un enlace entre el anillo polimérico de TEFS y el silicio del PDMS mediante la prueba de FTIR. Se observó una estabilidad química a metanol, acetonitrilo y agua, a un amplio rango de diferentes soluciones ácidas y básicas por espacio de 48 horas, así como una estabilidad térmica a 300 °C.

## Referencias

- Bracco G., Holst B. (2013). *Surface science techniques*. Nueva York, Springer
- Ladewig B., Al-Shaeli M.N.Z. (2017). *Fundamentals of membrane processes*, Fundamentals of Membrane Bioreactors. Springer, Singapore.
- Medina Cetina, S.A. (2016). *Síntesis y caracterización de polímeros híbridos para su aplicación potencial en la extracción con barras de agitación*. Universidad Autónoma de Yucatán.



## Biorreactor híbrido para la remoción de fármacos presentes en aguas residuales municipales

T. Gutierrez-Macias<sup>1</sup>, P. Mijaylova Nacheva<sup>2,\*</sup>

<sup>1</sup> CONACYT- POSGRADO IMTA. Paseo Cuauhnáhuac 8532, Progreso, 62550 Jiutepec, Morelos.

<sup>2</sup> IMTA. Instituto Mexicano de Tecnología del Agua, Paseo Cuauhnáhuac 8532, Progreso, 62550 Jiutepec, Morelos

\* Autor de correspondencia: [tgutierrez@posgrado.imta.edu.mx](mailto:tgutierrez@posgrado.imta.edu.mx)

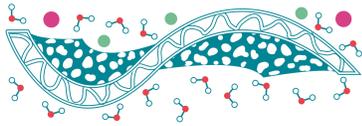
**Palabras clave:** Híbrido; fármacos; biorreactor.

### Introducción

Actualmente está demostrada la presencia de contaminantes emergentes (CE) en las aguas residuales, cuya principal característica es la baja concentración a las cuales son detectados ya sea en  $\text{ng}\cdot\text{L}^{-1}$  o  $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$  (D'Alessio *et al.*, 2018; Gu *et al.*, 2018; Peng *et al.*, 2019). Los CE se clasifican en grupos como productos de higiene personal, plaguicidas, hormonas, fármacos, retardantes de llama entre otros. Actualmente las plantas de tratamiento de aguas residuales convencionales no están diseñadas para tratar y/o eliminar estos CE (Joss *et al.*, 2004; Clara *et al.*, 2005; Grenni *et al.*, 2013; Gutierrez-Macias y Mijaylova., 2015), es por ello que en las últimas décadas se han estudiado sistemas alternos conocidos como nuevas tecnologías las cuales incluyen el uso de reactores híbridos, es decir la combinación de dos o más sistemas. Dentro de este rubro se encuentran los biorreactores de membrana (BRM) y los reactores empacados con materiales de soporte para el desarrollo de biomasa, estos sistemas han reportado altas remociones de CE en comparación a los sistemas de tratamiento convencionales, brindando beneficios como una baja generación de lodos y un efluente de calidad. El objetivo de esta investigación fue evaluar la remoción de tres contaminantes emergentes fluoxetina (FLX), metoprolol (MTP) y ácido mefenámico (AC.MFN) en un reactor híbrido conformado por una membrana su zona superior y una zona empacada en la zona inferior utilizando agua residual municipal real.

### Materiales y Métodos

El sistema experimental fue constituido por un reactor de acrílico transparente de flujo ascendente a escala piloto con un volumen total de 10 L, distribuyéndose en dos partes: inferior y superior. En la parte inferior del reactor se colocaron 4 difusores de aire de piedra porosa, con el objetivo de mantener un oxígeno disuelto mayor a 2 mg/L. El reactor fue empacado con 1,152 cubos de poliuretano con un área específica del lecho de  $900 \text{ m}^2/\text{m}^3$ . Posterior a los cubos (zona superior) se colocó una membrana de ultrafiltración de polisulfona y fibra hueca con un tamaño de poro de 300 kDa, la cual operó con ciclos de succión y retrolavado y una concentración de sólidos suspendidos totales en el licor mezclado (SSTLM) de 1,000-2,000 mg/L. El reactor operó por un periodo de 140 días, dividido en tres fases experimentales de acuerdo a las cargas orgánicas volumétricas (COV) utilizadas: Fase 1 (2 kgDQO/ $\text{m}^3\text{d}$ ), Fase 2 (1 kgDQO/ $\text{m}^3\text{d}$ ) y Fase 3 (0.7 kgDQO/ $\text{m}^3\text{d}$ ), cada una con diferentes condiciones de operación como tiempo de retención hidráulica (TRH) y tiempo de retención de sólidos (TRS). Durante el monitoreo del reactor se analizaron parámetros de campo (pH, temperatura,



conductividad, sólidos disueltos totales) y fisicoquímicos como demanda química de oxígeno (DQO), nitrógeno amoniacal (N-NH<sub>3</sub>), sólidos suspendidos totales (SST), sólidos suspendidos volátiles (SSV) y los fármacos en estudio mediante cromatografía de gases. Las muestras analizadas fueron tomadas en el influente, licor mezclado y permeado.

## Resultados y Discusiones

Como se puede observar en la Figura 1 el fármaco con mayor remoción fue el MTP con  $99.7 \pm 0.3\%$  (b) seguido de la FLX con  $99.3 \pm 1.2$  (a) y el AC.MFN con  $95.6 \pm 1.2$  (c), esto se puede atribuir al diferente consorcio de microorganismos presentes en el área de empaque, el cual favorece a su degradación. Con respecto a Las concentraciones DQO en el influente durante toda la operación del sistema oscilaron en un rango de 350 a 530 mg/L, de 50 a 200mg/L en el licor mezclado y menores a 50 mg/L en el permeado y remociones del 93, 92 y 96% para la fase 1, 2 y 3 respectivamente.

Algunos autores como Sui *et al.* (2010), mencionan que los altos TRS (mayor a 30 d) contribuyen a incrementar la remoción de los fármacos, por lo que para este estudio en la fase 3 se ve reflejado al obtener las mayores remociones con el mayor TRS aplicado (42 d). Las remociones que se obtuvieron en el presente estudio fueron mayora los reportados por autores como Kovalova *et al.* (2012) donde sus remociones fueron del 55 % utilizando un BRM con membranas de ultrafiltración sumergidas y zonas anóxica y aerobia en el reactor.

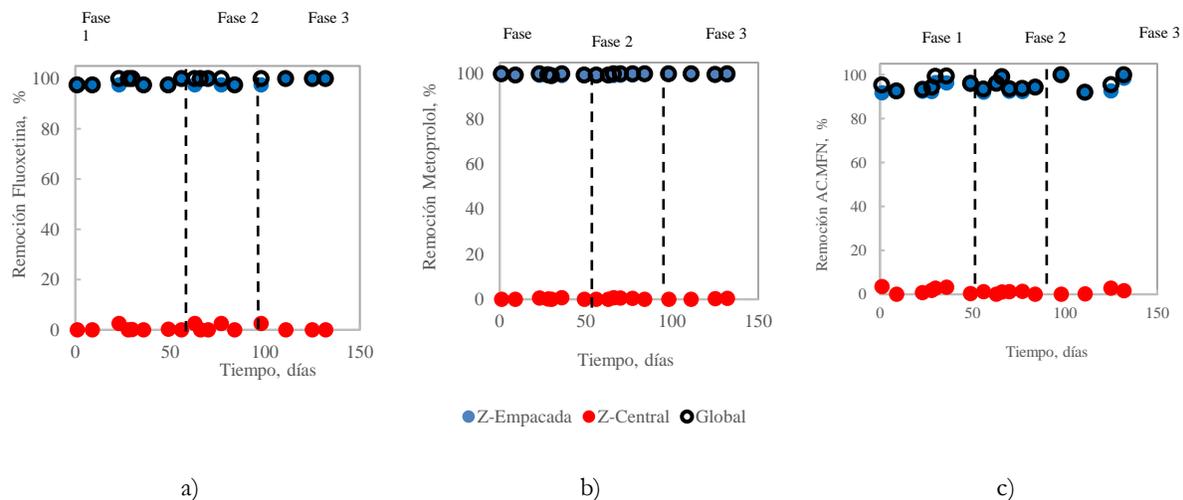
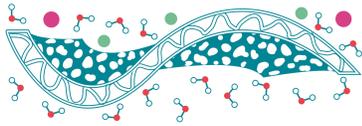


Figura 1. Remocion de los fármacos durante la experimentación.

## Conclusiones

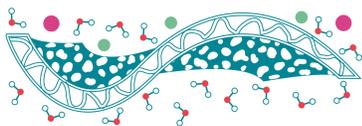
- Las mayores remociones para los 3 fármacos se obtuvieron con la menor carga orgánica aplicada 0.7 kgDQO/m<sup>3</sup>d y mayor TRS 42 d.
- El AC.MFN demostró ser el compuesto más difícil de remover (96%).



- La remoción de materia orgánica (DQO) y nitrógeno amoniacal presentó remociones superiores al 95% en todas las fases.
- La combinación del sistema reactor empacado y MBR favorecen la remoción de compuestos fármacos y ayudan a disminuir el ensuciamiento de la membrana.

## Referencias

- Clara M., Strenn B., Gans O., Martinez E., Kreuzinger N., Kroiss H. (2005). *Removal of selected pharmaceuticals, fragrances and endocrine disrupting compounds in a membrane bioreactor and conventional wastewater treatment plants*, Water Research **39**, 4797-4807.
- D'Alessio M., Onanong S., Snow D., Ray C. (2018). *Occurrence and removal of pharmaceutical compounds and steroids at four wastewater treatment plants in Hawai'i and their environmental fate*, Science of the Total Environment **631-632**, 1360-1370.
- Grenni P., Patrolecco L., Ademollo N., Tolomei A., Caracciolo A.B. (2013). *Degradation of Gemfibrozil and Naproxen in river water ecosystem*, Microchemical Journal **107**, 158-164.
- Gu Y., Huang J., Zeng G., Shi L., Shi Y., Yi K. (2018). *Fate of pharmaceuticals during membrane bioreactor treatment: Status and perspectives*, Bioresource Technology **268**, 733-748.
- Gutierrez-Macias T., Mijaylova N.P. (2015). *Clofibric acid and Gemfibrozil removal in membrane bioreactors*, Water Science & Technology **71**(8), 1143-1150.
- Joss A., Zabczynski S., Göbel A., Hoffmann B., Löffler D., McArdell C., Ternes T., Thomsen A., Siegrist H. (2006). *Biological degradation of pharmaceuticals in municipal wastewater treatment: Proposing a classification scheme*, Water Research **40**, 1686-1696.
- Kovalova L., Siegrist H., Singer H., Wittmer A., McArdell C.S. (2012). *Hospital Wastewater Treatment by Membrane Bioreactor: Performance and Efficiency for Organic Micropollutant Elimination*, Environmental Science Technology **46**, 1536-1545.
- Peng J., Wang X., Yin F., Xu G. (2019). *Characterizing the removal routes of seven pharmaceuticals in the activated sludge process*, Science of the Total Environment **650**, 2437-2445.
- Sui Q., Huang J., Deng S., Yu G., Fan Q. (2010). *Occurrence and removal of pharmaceuticals, caffeine and DEET in wastewater treatment plants of Beijing, China*, Water Research **4**(4), 417-426.



## Separación y conversión de CO<sub>2</sub> y O<sub>2</sub> a altas temperaturas mediante el uso de reactores de membrana metal/cerámico-carbonato

J.A. Fabián Anguiano\*, B. Zeifert, J. Ortiz Landeros

Departamento de Ingeniería en Metalurgia y Materiales, IPN-ESIQIE, UPALM, Zacatenco, C.P. 07738, CDMX, México

\* Autor de correspondencia: josefabang32@gmail.com

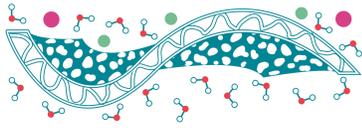
**Palabras clave:** Separación selectiva de CO<sub>2</sub> y O<sub>2</sub>; membrana metal/cerámico-carbonato; reactor de membrana; oxi-reformado con CH<sub>4</sub>.

### Introducción

En la actualidad, la cantidad de emisiones de dióxido de carbono en la atmósfera ha incrementado drásticamente debido a la demanda de combustibles fósiles para la producción de energía, transporte y otras industrias importantes tales como las cementeras y acereras (Chung *et al.*, 2018; Lott *et al.*, 2018). Por lo tanto, las medidas ambientales que han sido establecidas durante los últimos años para tratar de controlar la problemática en el medio ambiente a nivel mundial han promovido la intensificación en la actividad científica para el desarrollo de nuevos materiales con capacidad de separar y convertir emisiones antropogénicas de CO<sub>2</sub> (Chen *et al.*, 2020; Martínez *et al.*, 2018; Tang *et al.*, 2010). La tecnología de membranas inorgánicas es un ejemplo del actual desarrollo para la separación de CO<sub>2</sub> a altas temperaturas. De manera más específica, los sistemas de membranas inorgánicas compuestas por una fase metálica y una fase de carbonato fundido permiten separar CO<sub>2</sub> y O<sub>2</sub> de manera selectiva a partir de 600 °C (Chung *et al.*, 2005; Xu *et al.*, 2012). Además, la fabricación de reactores de membrana a través de acoplar reacciones por reformado con CH<sub>4</sub> promueven la producción de H<sub>2</sub> y CO que eficientizan los procesos industriales y de generación de energía manteniéndolos libres de emisiones antropogénicas de CO<sub>2</sub> (Zhang *et al.*, 2017). En este trabajo, se estudió la integración de materiales compuestos por una fase metálica (Ag) y una fase cerámica ( $\gamma$ -LiAlO<sub>2</sub>) para desarrollar reactores de membranas inorgánicas densas conformadas por una fase metal/cerámico y una fase de carbonato fundido (Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>/Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>/K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) para separar de manera selectiva CO<sub>2</sub> y O<sub>2</sub> a altas temperaturas (>700 °C) y subsecuentemente evaluar su conversión con CH<sub>4</sub> mediante la reacción por oxi-reformado alimentando 5 % volumen de CH<sub>4</sub> dentro del reactor de membrana para la producción de H<sub>2</sub> y CO.

### Materiales y Métodos

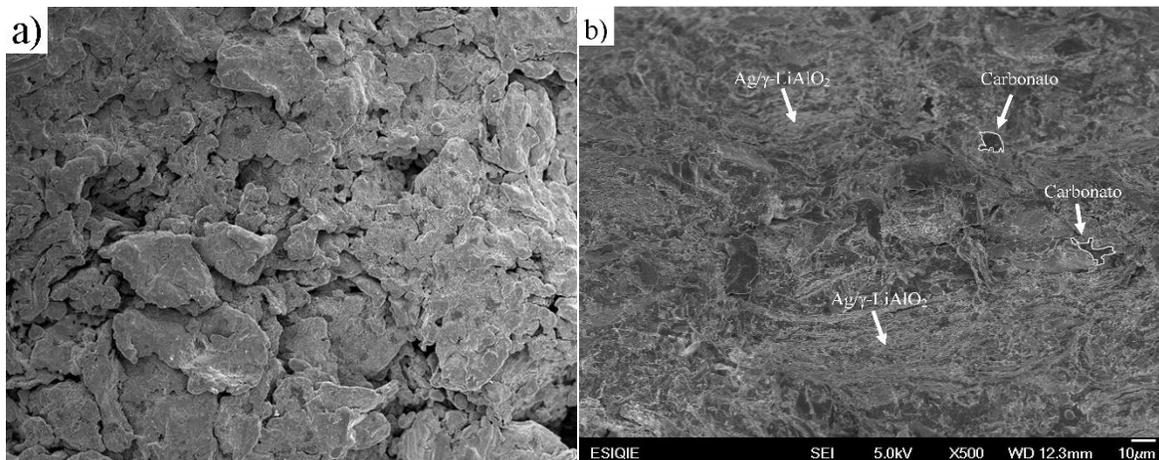
Se preparó una membrana inorgánica densa. Por lo tanto, inicialmente se sintetizaron polvos cerámicos de composición  $\gamma$ -LiAlO<sub>2</sub> siguiendo la ruta por citrato-EDTA (Ovalle-Encinia *et al.*, 2019). Posteriormente, se fabricaron polvos metal/cerámico (50:50 % vol.) mediante molienda mecánica de alta energía usando cantidades estequiométricas de Ag y  $\gamma$ -LiAlO<sub>2</sub>. Los polvos Ag/ $\gamma$ -LiAlO<sub>2</sub> fueron prensados de manera uniaxial con PVA al 1% en peso para obtener un soporte en forma de disco que posteriormente fue sinterizado de manera incipiente a 875 °C. El soporte parcialmente sinterizado fue



infiltrado con una mezcla ternaria de  $\text{Li}_2\text{CO}_3/\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{K}_2\text{CO}_3$  con relación en porcentaje mol de 43.5, 31.5, 25 respectivamente, siguiendo la ruta de preparación reportada (Ortiz-Landeros *et al.*, 2013). Las pruebas de permeación de  $\text{CO}_2$  y  $\text{O}_2$  a través de la membrana, así como su posterior conversión con 5 % vol. de  $\text{CH}_4$  dentro del reactor de membrana fueron realizados en intervalos de temperatura de entre 725-850 °C.

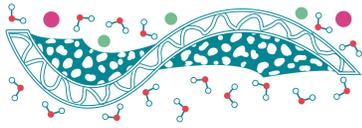
## Resultados y Discusiones

La Figura 1 muestra las imágenes meb del soporte de membrana  $\text{Ag}/\gamma\text{-LiAlO}_2$  (50:50 % vol.) y de la membrana inorgánica densa infiltrada con la mezcla ternaria de carbonatos fundidos de  $\text{Li}_2\text{CO}_3/\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{K}_2\text{CO}_3$ . Como se observa, en la Figura 1 a), el soporte metal/cerámico que fue sinterizado de manera incipiente a 875 °C está conformado por poros de alrededor de 10  $\mu\text{m}$  que representaron un valor total de porosidad del 34 %. Por otra parte, la imagen meb de la Figura 1 b), demuestra que la fase de carbonatos fundidos ocupó por completo la porosidad del soporte metal/cerámico para dar a la formación de la membrana densa metal/cerámico-carbonato.

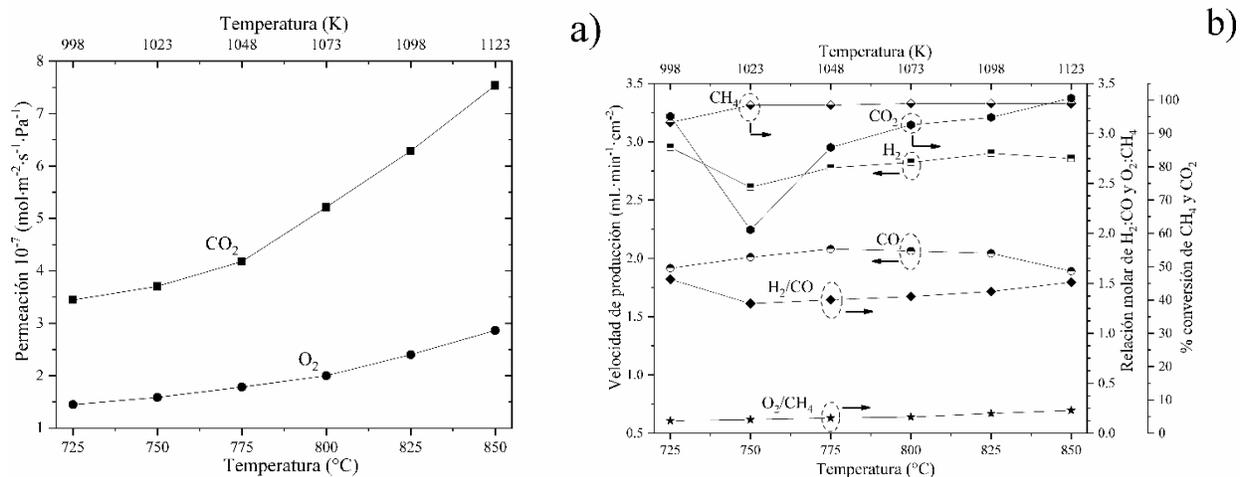


**Figura 1.** Imágenes meb del soporte de membrana  $\text{Ag}/\gamma\text{-LiAlO}_2$  (50:50 % vol.) y de la membrana inorgánica densa infiltrada con la mezcla ternaria de carbonatos fundidos de  $\text{Li}_2\text{CO}_3/\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{K}_2\text{CO}_3$ .

La Figura 2 muestra las propiedades de permeación de  $\text{CO}_2$  y  $\text{O}_2$  a través de la membrana  $\text{Ag}/\gamma\text{-LiAlO}_2$ , así como su posterior conversión con  $\text{CH}_4$  por oxi-reformado dentro del reactor de membrana entre un intervalo de temperatura de 725-850 °C. Como se observa en la Figura 2 a), la membrana densa experimenta en función de la temperatura un incremento en la permeación de  $\text{CO}_2$  y  $\text{O}_2$ . Este incremento simultáneo es debido a la activación térmica del principal mecanismo de transporte que presenta la membrana densa y que está representado por la siguiente reacción electroquímica:  $\text{CO}_2 + \frac{1}{2}\text{O}_2 + 2e^- \leftrightarrow \text{CO}_3^{2-}$ . La membrana exhibió valores altos de permeación de  $\text{CO}_2$  y  $\text{O}_2$  de 7.5 y  $2.8 \times 10^{-7} \text{ mol} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$  respectivamente a 850 °C. Por otra parte, la Figura 2 b), demuestra que al acoplar en el reactor de membrana la reacción por oxi-reformado alimentando 5 % volumen de



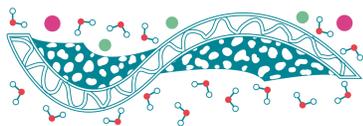
CH<sub>4</sub>, se promovió la producción de H<sub>2</sub> y CO conforme aumenta la temperatura. La producción de H<sub>2</sub> inicialmente sufrió una disminución de 2.95 a 2.60 mL·min<sup>-1</sup>·cm<sup>-2</sup> a 750 °C, Sin embargo, conforme incrementa la temperatura la producción de H<sub>2</sub> se vio favorecida hasta alcanzar una velocidad máxima de producción de 2.90 mL·min<sup>-1</sup>·cm<sup>-2</sup> a 825 °C. Por otra parte, la producción del CO aumento en función de la temperatura hasta alcanzar un valor máximo de producción de 2.04 mL·min<sup>-1</sup>·cm<sup>-2</sup> a 825 °C. El incremento en ambas especies representó un valor máximo de producción de gas de síntesis (H<sub>2</sub>+CO) de 4.94 mL·min<sup>-1</sup>·cm<sup>-2</sup>. El acoplamiento de la reacción por oxi-reformado permitió modular la relación de gas de síntesis de 1.54 a 1.51 que resulta adecuado para ser suministrado como materia prima en la síntesis de hidrocarburos a través de procesos químicos tales como Fischer-Tropsch (Cañete *et al.*, 2014; Lögberg *et al.*, 2009).



**Figura 2.** propiedades de permeación de CO<sub>2</sub> y O<sub>2</sub> a través de la membrana Ag/γ-LiAlO<sub>2</sub>, así como su posterior conversión con CH<sub>4</sub> por oxi-reformado dentro del reactor de membrana entre un intervalo de temperatura de 725-850 °C.

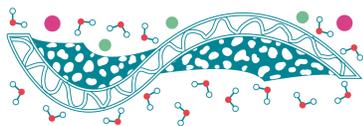
## Conclusiones

La fabricación de polvos compuesto metal/cerámico de composición Ag/γ-LiAlO<sub>2</sub> (50:50 % vol.) para desarrollar membranas densas de tipo metal-cerámico-carbonato fue exitosa mediante el uso de molienda mecánica de alta energía. Además, se logró exitosamente la fabricación de la membrana densa mediante la infiltración de carbonatos fundidos de Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>/Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>/K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. Dentro del reactor, la membrana exhibió valores tan altos de permeación de CO<sub>2</sub> y O<sub>2</sub> de 7.5 y 2.8×10<sup>-7</sup> mol·m<sup>-2</sup>·s<sup>-1</sup>·Pa<sup>-1</sup> respectivamente a 850 °C. Adicionalmente, se logró de manera exitosa la integración de la reacción por oxi-reformado alimentando 5 % volumen de CH<sub>4</sub> dentro del reactor, asegurando una alta producción de gas de síntesis (H<sub>2</sub>+CO) de 4.94 mL·min<sup>-1</sup>·cm<sup>-2</sup> cuando la temperatura en el reactor alcanzó 825 °C.



## Referencias

- Cañete B., Gicola C.E., Brignole N.B. (2014). *Synthesis Gas Processes for Methanol Production via CH<sub>4</sub> Reforming*, Industrial & Engineering Chemistry Research **53**, 7103-7112.
- Chen T., Wang Z., Liu L., Pati S., Wai M.H., Kawi S. (2020). *Coupling CO<sub>2</sub> separation with catalytic reverse water-gas shift reaction via ceramic-carbonate dual-phase membrane reactor*, Chemical Engineering Journal **379**, 122182.
- Chung S.J., Park J.H., Li D., Ida J.I., Kumakiri I., Lin Y.S. (2005). *Dual-phase metal-carbonate membrane for high-temperature carbon dioxide separation*, Industrial & Engineering Chemistry Research **44**, 7999-8006.
- Chung W., Roh K., Lee J.H. (2018). *Design and evaluation of CO<sub>2</sub> capture plants for the steelmaking industry by means of amine scrubbing and membrane separation*, International Journal of Greenhouse Gas Control **74**, 259-270.
- Lott M. C, Pye S., Dodds P.E. (2017). *Quantifying the co-impacts of energy sector decarbonisation on outdoor air pollution in the United Kingdom*, Energy Policy **101**, 42-45.
- Lögdberg S., Tristantini D., Borg Ø., Ilver L., Gevert B., Järås S., Blekkan E.A., Holmen A. (2009). *Hydrocarbon production via Fischer-Tropsch synthesis from H<sub>2</sub>-poor syngas over different Fe-Co/γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic catalysts*, Applied Catalysis B: Environmental **89**, 167-182.
- Martínez I., Arias B., Grasa G.S., Abanades J.C. (2018). *CO<sub>2</sub> capture in existing power plants using second generation Ca-Looping systems firing biomass in the calciner*, Journal of Cleaner Production **187**, 638-649.
- Ortiz-Landeros J., Norton T., Lin Y.S. (2013). *Effects of support pore structure on carbon dioxide permeation of ceramic-carbonate dual-phase membranes*, Chemical Engineering Science **104**, 891-898.
- Ovalle-Encinia O., Pfeiffer H., Fabián-Anguiano J.A., Ortiz-Landeros J. (2019). *Nanosized lithium aluminate (γ-LiAlO<sub>2</sub>) synthesized by EDTA-citrate complexing method, using different thermal conditions*, Journal of the Mexican Chemical Society **63**, 229-245.
- Tang Z., Kim S.J., Reddy G.K., Dong J., Smirniotis P. (2010). *Modified zeolite membrane reactor for high temperature water gas shift reaction*, Journal of Membrane Science **354**, 114-122.
- Xu N., Li X., Franks M.A., Zhao H., Huang K. (2012). *Silver-molten carbonate composite as a new high-flux membrane for electrochemical separation of CO<sub>2</sub> from flue gas*, Journal of Membrane Science **401-402**, 190-194.
- Zhang P., Tong J., Huang K. (2017). *Dry-Oxy Methane Reforming with Mixed e<sup>-</sup>/CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> Conducting Membranes*, ACS Sustainable Chemistry & Engineering **5**, 5432-5439.



## Synthesis of pH sensitive hydrogels for biomedical applications using gamma rays

M.R. Bustamante-Torres<sup>1,\*</sup>, V.H. Pino Ramos<sup>2</sup>, S.P. Hidalgo Bonilla<sup>3</sup>, E. Bucio Carrillo<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Departamento de Biología e Ingeniería Biomédica, Universidad de Ciencias Experimental Yachay Tech, Hacienda San José s/n y Proyecto Yachay (Ciudad del conocimiento Yachay) Urcuquí, 100650, Imbabura, Ecuador.

<sup>2</sup> Departamento de Química de Radiaciones y Radioquímica, Instituto de Ciencias Nucleares, Universidad Nacional Autónoma de México, Circuito Exterior, Ciudad Universitaria, CDMX, C.P. 04510, México.

<sup>3</sup> Departamento de Química e Ingeniería Química, Universidad de Ciencias Experimental Yachay Tech, Hacienda San José s/n y Proyecto Yachay (Ciudad del conocimiento Yachay) Urcuquí. 100650, Imbabura, Ecuador.

\* Corresponding author: moises.bustamante@yachaytech.edu.ec

**Keywords:** Hydrogel; polymers; crosslinking; gamma-irradiation; characterization; biomaterials.

### Introduction

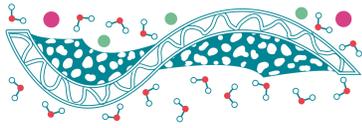
A novel approach to study simultaneously multiple stimuli by the polymer are hydrogels. Hydrogels are three-dimensional, hydrophilic, polymeric networks that have become popular in the last years due to their unique properties such as capability to absorbing huge amounts of water or biological fluids inside its network; they commonly present flexibility biocompatibility, and softness (Caló & Khutoryanskiy, 2015). During last two decades, natural hydrogels were gradually replaced by synthetic hydrogels which has long service life, high capacity of water absorption, and high gel strength (Ahmed, 2015). AAc is one of the principal superabsorbent polymers and a typical pH-responsive polyelectrolyte. Agar is a mixture of agarose and agarpectin fractions in variable proportions depending on the original raw material and the manufacturing process employed (Armisen & Gaiatas, 2009). The purpose of the present study was to prepare Agar/AAc hydrogel by free radical polymerization method by using gamma rays as crosslinking agent.

### Materials and Methods

Agar was dissolved on distilled water with constant stirring. Then, different amounts of this solutions were mixed with different amount of Aac, until a homogeneous mixture was obtained. This solution was placed on petri dishes, which were subjected to several irradiation doses. The results consisted of a polymeric matrix known as hydrogel. The hydrogel was subjected to lyophilization for a posterior analysis based on different characterization techniques. Besides, silver nanoparticles (AgNPs) was synthesized to load in the matrix in order to determine its antimicrobial activity. Finally, the hydrogel was loaded with AgNPs and ciprofloxacin and subjected against bacteria strains (*E. Coli* and *Methilicin Resistant Staphylococcus Aureus*).

### Results and Discussion

The hydrogel was analyzed using several characterization techniques. The effect of monomer concentrations and doses applied was evaluated using limit swelling, pH cycles, mechanical tests. Thermic analysis was employed using DSC and TGA techniques. The critical pH was determined



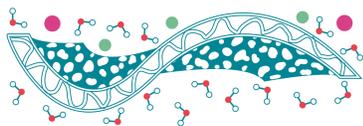
close to 5, which support the idea of its use on skin. Finally, hydrogel loaded with antimicrobial compounds, showed good antimicrobial activity, mainly *E.coli*, reducing almost 98% of the bacteria strains.

## Conclusions

A new kind of hydrogels were synthesized by crosslinking a biopolymer with a highly reactive monomer obtaining poly(Agar-co-AAc) structures with excellent mechanical properties, softness and ability to absorb 5000% on weight of water without undergo mechanical deformation. Poly(Agar-co-AAc) hydrogels exhibited a critical pH close to 5 which is because of PAAc present on the system. The hydroxyls groups (-OH) that are present into the agar structure readily react in presence of radiation with the acrylic acid, which takes place during the crosslinking process forming the 3D structure.

## References

- Ahmed E.M. (2015). *Hydrogel: Preparation, characterization, and applications: A review*, Journal of Advanced Research **6**, 105-121.
- Armisen R., Gaiatas F. (2009). *Agar*, Handbook of Hydrocolloids (2nd ed.), Phillips G.O., Williams P.A., North America, Woodhead Publishing Limited.
- Caló E., Khutoryanskiy V. (2015). *Biomedical applications of hydrogels: A review of patents and commercial products*, European Polymer Journal **65**, 252-267.



## Caracterización Calorimétrica de Membranas de Poli(alcohol vinílico) Reticuladas con Anhídrido Maleico

**D.A. Salgado Chavarría, J. Palacios Alquisira\***

Laboratorio de Fisicoquímica Macromolecular, Posgrado Facultad de Química,  
Universidad Nacional Autónoma de México, Ciudad de México, México

\* Autor de correspondencia: polylab1@unam.mx

**Palabras clave:** Calorimetría Diferencial de Barrido; Contribución de Grupos; Fox-Loshaek; Poli(alcohol vinílico-co-anhídrido maleico); Transiciones de Fase.

### Introducción

La calorimetría diferencial de barrido (DSC), es una de las técnicas más utilizadas para conocer algunas de las propiedades de las membranas, como: la temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ) y la temperatura de fusión ( $T_m$ ). Dichas propiedades, son útiles para determinar las temperaturas de operación de las membranas, así pudiendo establecer intervalos de uso al momento de emplearlas en los distintos procesos de separación.

En ocasiones, no es posible la realización de pruebas experimentales para obtener valores de  $T_g$  y  $T_m$ , y por esto, se han desarrollado modelos que permiten predecir tales transiciones de fase.

En este trabajo, se pretende observar la influencia de la concentración de agente reticulante sobre la  $T_g$  y la  $T_m$  de un polímero reticulado de poli(alcohol vinílico)/anhídrido maleico (PVA/MA), mediante datos recabados experimentalmente empleando la técnica de DSC; comparar los resultados de  $T_g$  y  $T_m$  obtenidos a través de la reticulación mediante calentamiento convencional (CH) e irradiación por microondas (MW); predecir los valores de  $T_g$  y  $T_m$ , utilizando el método de contribución de grupos y estudiar el efecto de la reticulación sobre la  $T_g$ , a través del empleo de la ecuación de Fox-Loshaek.

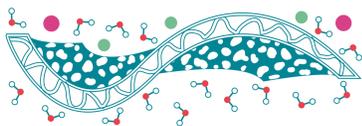
### Materiales y Métodos

#### *Materiales*

Poli(alcohol vinílico) (PVA, Mw 89,000-98,000, 99%+ hidrolizado, Sigma-Aldrich); anhídrido maleico (MA, 99%, Sigma-Aldrich) (utilizado como agente reticulante); ácido sulfúrico concentrado (95%-98% Sigma-Aldrich); agua desionizada.

#### *Preparación de la membrana por técnica de calentamiento convencional (CH) y activación por microondas (MW)*

Una disolución de PVA (10% w/v) se preparó con agua desionizada y se calentó en un baño de aceite entre 85-90 °C bajo agitación constante durante 1 hora. Luego de la disolución del PVA, se agregó el agente reticulante y la cantidad del mismo varió entre el 5% y el 30% w/w con respecto al peso del PVA; se agregaron 4 gotas de ácido sulfúrico concentrado, como catalizador, y se mantuvo



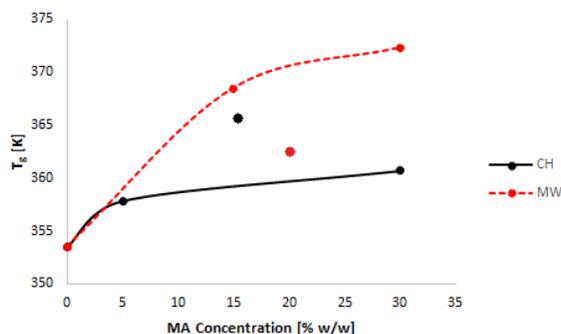
agitación constante durante 3 horas. Para formar las películas, la solución resultante se colocó, con la ayuda de una espátula en placas de vidrio templado con un tamaño de 20 × 20 cm. Las películas fueron secadas en un horno a 40 °C por 24 horas. Transcurrido este tiempo, las películas fueron reticuladas en un horno a una temperatura de 120 °C durante 2 horas. El mismo procedimiento fue empleado para preparar las membranas que se reticularon por MW, excepto que éstas fueron ingresadas a un horno de microondas y fueron activadas por 23 minutos a 200 W de potencia (Salgado-Chavarría & Palacios-Alquisira, 2020).

### *Calorimetría diferencial de barrido (DSC)*

Tanto la  $T_g$  como la  $T_m$ , fueron obtenidas mediante DSC. La determinación se llevó a cabo en atmósfera de nitrógeno ( $N_2$ ), con una rampa de calentamiento de 10 °C/min, en un intervalo de temperatura de 25 °C a 500 °C, empleando el equipo DSC 3+ (Mettler Toledo).

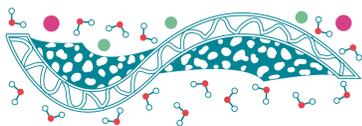
## Resultados y Discusiones

La Figura 1, muestra el efecto de la concentración de agente reticulante sobre la  $T_g$ , al emplear membranas reticuladas de PVA/MA, activadas tanto por CH como por MW.



**Figura 1.** Influencia de la concentración de MA sobre la  $T_g$ , en membranas reticuladas de PVA/MA mediante CH y activación por MW.

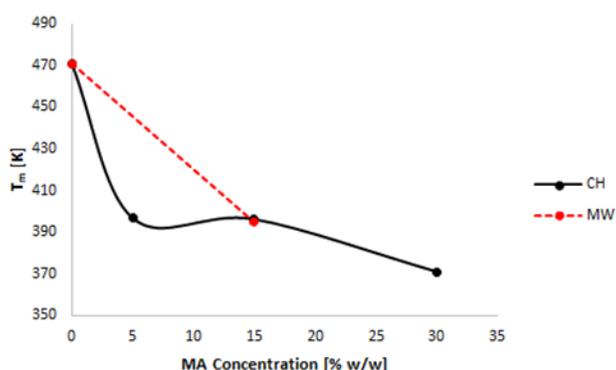
En la Figura 1, se observa que conforme incrementa la concentración de MA, el valor de la  $T_g$  va aumentando, pero alcanza un punto en el que un aumento adicional de la concentración de AM tiene muy poco efecto sobre la  $T_g$ , siendo este, un ejemplo de una propiedad límite. También se observa que las membranas asistidas por MW dan como resultado valores de  $T_g$  más altas en comparación con las muestras activadas con CH y esto se debe a que el mecanismo de calentamiento por MW es diferente al calentamiento por convección. Las diferencias se han clasificado en dos categorías: (1) efectos de microondas “específicos” y (2) efectos de microondas “no térmicos” (de la Hoz *et al.*, 2005; Hoogenboom *et al.*, 2016). Los efectos térmicos y no térmicos han sido previamente estudiados en nuestro laboratorio, observándose menores tiempos de reacción bajo calentamiento de MW debido a



menores energías de activación calculadas a partir de la ecuación de Arrhenius y efectos físicos como puntos calientes (Mendoza Tellez *et al.*, 2011).

Diferentes trabajos de investigación han concluido que el grado de reticulación, rendimiento de reacción y eficiencia es mayor cuando se emplea la activación de MW (Cook *et al.*, 2012; Sonker & Verma, 2018).

La Figura 2, muestra los valores experimentales de  $T_m$  para las membranas PVA / MA, ambas activadas usando CH y MW.



**Figura 2.** Influencia de la concentración de MA sobre la  $T_m$ , en membranas reticuladas de PVA/MA mediante CH y activación por MW.

Como era de esperar, en ambos casos, el valor de  $T_m$  se reduce cuando aumenta la concentración de MA. La efectividad de la activación de MW se ve en la Figura 2, donde las muestras asistidas por MW no muestran  $T_m$  después de una concentración del 15% w / w, como una indicación de que el polímero perdió cristalinidad debido a que formó una red 3D.

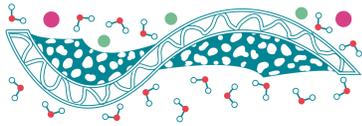
### ***Predicción de la temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ) y la temperatura de fusión ( $T_m$ )***

#### *Método por contribución de grupos*

Los valores de  $T_g$  y  $T_m$ , se predijeron mediante un método por contribución de grupos (van Krevelen & te Nijenhuis, 2009). La  $T_g$  se calculó de acuerdo con la función de transición vítrea molar expresada en la ecuación (1):

$$T_g = \frac{\sum_i Y_{gi}}{M} = \frac{Y_g}{M} \quad (1)$$

donde  $Y_g$  es la función de transición vítrea molar (unidades de K kg mol<sup>-1</sup>) y M es el peso molecular de la unidad estructural (kg mol<sup>-1</sup>). Por otro lado, y en analogía con  $T_g$ , el valor para  $T_m$  se predijo siguiendo la función de transición de fusión molar, mostrada en la ecuación (2):



$$T_m = \frac{\sum_i Y_{mi}}{M} = \frac{Y_m}{M} \quad (2)$$

donde  $Y_m$  es la función de transición de fusión molar (unidades de  $\text{K kg mol}^{-1}$ ) y  $M$  es el peso molecular de la unidad estructural ( $\text{kg mol}^{-1}$ ).

La Tabla 1, presenta los resultados obtenidos al emplear el método de contribución de grupo para predecir los valores de  $T_g$  y  $T_m$  del PVA y de la membrana reticulada de PVA/MA.

**Tabla 1.** Valores de  $T_g$  y  $T_m$ , obtenidos mediante el método de contribución de grupos.

	PVA	PVA/MA
$T_g$ (K)	356	364
$T_m$ (K)	539	639

Los valores de  $T_g$  estimados para los polímeros son similares a los observados en las Figuras 1 y 2. Dado que la ecuación (1) se basa en la unidad repetitiva del polímero, supone que todos los grupos hidroxilo de PVA están esterificados, lo que significa que hay un alto grado de reticulación, pero como se mencionó anteriormente, la  $T_g$  es una propiedad límite y, por lo tanto, independientemente de la concentración, se obtuvieron valores experimentales y estimados similares. Por otro lado, los valores de  $T_m$  están sobreestimados ya que la fórmula no considera los efectos debidos a la cristalinidad del polímero.

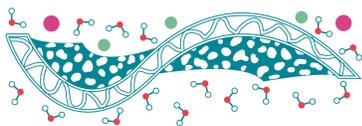
#### *Efecto de la reticulación: Ecuación de Fox-Loshaek*

Como resultado de la restricción del movimiento segmentario de largo alcance, la reticulación eleva la  $T_g$ . La forma de la relación entre  $T_g$  y la densidad de entrecruzamiento suele estar dada por la ecuación de Fox-Loshaek (Fried, 2014), que se muestra en la ecuación (3):

$$T_g^c = T_g^o + k_c \rho_c \quad (3)$$

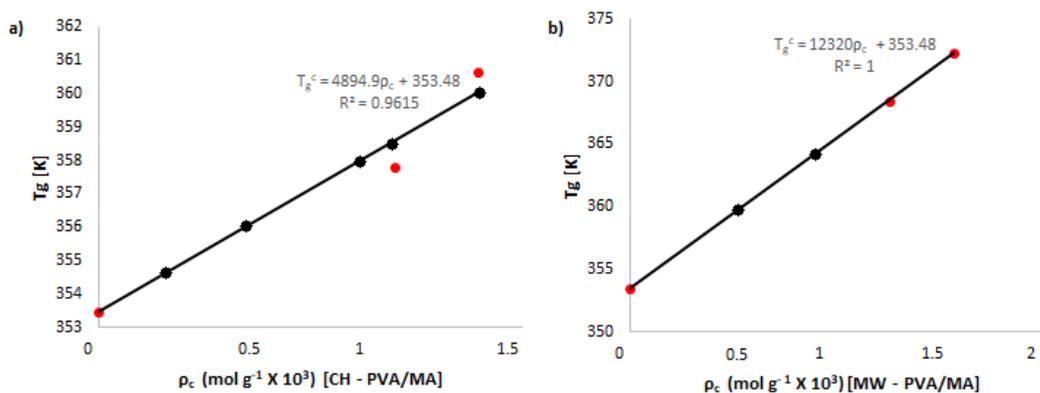
donde  $T_g^c$  es la temperatura de transición vítrea del polímero reticulado,  $T_g^o$  es la temperatura de transición vítrea del polímero no reticulado (353 K),  $k_c$  es una constante específica para cada polímero, y  $\rho_c$  representa el número de retículos por gramo.

Los resultados de la predicción de la  $T_g$ , considerando el efecto de reticulación, se observan en la Tabla 2. A partir de los resultados de la Tabla 2, se observa que el modelo de Fox-Loshaek muestra buenas predicciones de los valores de  $T_g$ , esto se puede cuantificar observando el error porcentual. Los errores están por debajo del 2.92% y como se mencionó anteriormente, la tendencia es que los errores para la activación de MW, sean menores que los calculados para el calentamiento convectivo; esto también se puede ver en la Figura 3, donde el modelo de Fox-Loshaek tiene un mejor ajuste en muestras asistidas por MW.



**Tabla 2.** Resultados de la estimación de los valores  $T_g$  y  $T_m$ , considerando el efecto de la reticulación a través de la ecuación Fox-Loshaek.

MA (% w/w)	Medio de Activación	$T_g$ (Experimental) [K]	$T_g$ (Estimada) [K]	Error (%)
5	CH	357.82	358.61	0.22
15	CH	364.82	359.51	1.46
30	CH	360.66	360.04	0.17
15	MW	368.48	368.54	0.02
20	MW	361	371.54	2.92
30	MW	372.31	372.26	0.01

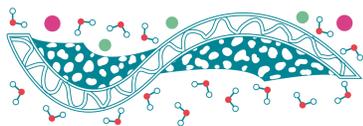


**Figura 3.** Ecuación de Fox-Loshaek, los puntos rojos representan resultados experimentales y los puntos negros representan valores teóricos; a) Membranas de PVA / MA activadas con CH; b) Membranas PVA / MA activadas por MW.

## Conclusiones

Membranas de poli(alcohol vinílico) (PVA), con concentraciones de anhídrido maleico (MA) entre el 5% w/w y 30% w/w, fueron preparadas y reticuladas a través de dos medios de activación diferentes: calentamiento convencional (CH) e irradiación por microondas (MW). Bajo ambos métodos de calentamiento, las membranas aumentaron su temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ), conforme incrementaba la concentración de agente reticulante, debido a la aparición de grupos éster provenientes de la reacción de reticulación del poli(alcohol vinílico) con el anhídrido maleico. Por el contrario, la temperatura de fusión ( $T_m$ ) de las membranas disminuyó con el aumento de concentración de agente reticulante, provocado por la pérdida de la cristalinidad en las películas.

Al utilizar activación por MW, se observaron mayores temperaturas de transición vítrea y ausencia de temperatura de fusión en las membranas de PVA/MA. Ambos efectos son causados por la diferencia de mecanismos de calentamiento entre CH y MW, demostrando que la reticulación mediante MW, es más efectiva.

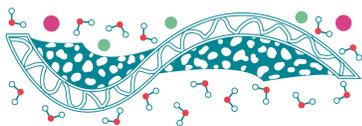


El método por contribución de grupos es un medio práctico para conocer tanto a la  $T_g$ , como a la  $T_m$ . Sin embargo, se pueden observar desviaciones de los datos experimentales debido a que el modelo no considera el efecto de la concentración de agente reticulante, el grado de reticulación ni la cristalinidad de las membranas.

La ecuación de Fox-Loshaek, modela adecuadamente el efecto de la reticulación en los polímeros. En ambos tipos de calentamiento (CH y MW), el modelo presentó un buen ajuste de los datos, con factores de correlación ( $r^2$ ) mayores a 0.96 y, por ende, demostrando que este modelo es más exacto que el empleado por contribución de grupos.

## Referencias

- Cook J.P., Goodall G.W., Khutoryanskaya O.V., Khutoryanskiy V.V. (2012). *Microwave-Assisted Hydrogel Synthesis: A New Method for Crosslinking Polymers in Aqueous Solutions*. Macromolecular Rapid Communications **33**, 332-336.
- Fried J. R. (2014). *Polymer Science & Technology*. United States, Pearson Education, Inc.
- Hoogenboom R., Schubert U.S., Wiesbrock F. (2016). *Microwave-Assisted Polymer Synthesis*. Switzerland, Springer International Publishing.
- de la Hoz A., Díaz-Ortiz Á., Moreno A. (2005). *Microwaves in organic synthesis. Thermal and non-thermal microwave effects*, Chemical Society Reviews **34**, 164-178.
- Mendoza Tellez H., Palacios Alquisira J., Rius Alonso C., López Cortés J. G., Alvarez Toledano C. (2011). *Comparative Kinetic Study and Microwaves Non-Thermal Effects on the Formation of Poly(amic acid) 4,4'-(hexafluoroisopropylidene)diphthalic Anhydride (6FDA) and 4,4'-(hexafluoroisopropylidene)bis(p-phenyleneoxy)dianiline (BAPHF). Reaction Activated by Microwave, Ultrasound and Conventional Heating* International Journal of Molecular Sciences **12**, 6703-6721.
- Salgado-Chavarría D., Palacios-Alquisira J. (2020). *Poly(vinyl alcohol) Membranes Cross-linked with Maleic Anhydride and 2,5-Furandicarboxylic Acid: Conventional Heating and Microwave Irradiation*, ChemistrySelect **5**, 4826-4838.
- Sonker A.K., Verma V. (2018). *Influence of Crosslinking Methods Toward Poly(vinyl alcohol) Properties: Microwave Irradiation and Conventional Heating*, Journal of Applied Polymer Science **135**, 46125.
- van Krevelen D.W., te Nijenhuis K. (2009). *Properties of Polymers: Their Correlation with Chemical Structure; their Numerical Estimation and Prediction from Additive Group Contribution*. Amsterdam, Elsevier.



## Elaboración de membranas de poli (éter sulfona) con incrustación de óxido de grafeno modificado con grupos zwitteriónicos

**R. Castellanos Espinoza<sup>1,\*</sup>, B.L. España Sánchez<sup>1</sup>, L.V. González Gutiérrez<sup>1</sup>,  
J.J. Pérez Bueno<sup>1</sup>, S. Fernández-Tavizón<sup>2</sup>, U.A. Sierra Gómez<sup>2</sup>**

<sup>1</sup> Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica, Parque Tecnológico Querétaro, Sanfandila, Pedro Escobedo Querétaro, C.P. 76703, México.

<sup>2</sup> Centro de Investigación en Química Aplicada (CIQA) Blvd. Enrique Reyna Hermosillo No. 140, Fracc. San José de los Cerritos, Saltillo, Coahuila. C.P. 25294, México

\* Autor de correspondencia: rcastellanos@cideteq.mx.

**Palabras clave:** Membranas; Incrustaciones; Propiedades.

### Introducción

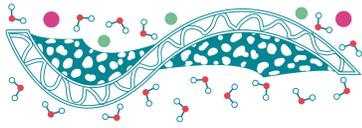
Una membrana es una barrera selectiva entre dos fases, estas están hechas principalmente de materiales poliméricos (Saleh & Gupta, 2016). Uno de los polímeros de mayor interés en la fabricación de membranas de separación es la poli éter sulfona (PES) , ya que presentan buen desempeño físico mecánico (Ahmed *et al.*, 2010), con la limitante de que son hidrofóbicas, por lo que presentan problemas de ensuciamiento (Zhu *et al.*, 2016). Con el objetivo de mejorar la funcionalidad de las membranas, se han incorporado nanomateriales, que además de mejorar las propiedades antiincrustantes, incrementan las propiedades térmicas y mecánicas (Zhu *et al.*, 2015). Un nanomaterial utilizado para mejorar estas propiedades es el óxido de grafeno (GO) (Óxido de grafeno), el cual dota a la membrana de propiedades antiincrustantes (Rezaee *et al.*, 2015). El presente trabajo la preparación de membranas de base PES con incrustaciones de GO, GO-Arg (GO modificado con arginina) y GO-Lys (GO modificado con lisina), con el objetivo de evaluar las propiedades de las membranas con incrustaciones que presentan comportamiento zwitteriónico, con potencial aplicación en la separación selectiva de efluentes de la industria textil.

### Materiales y Métodos

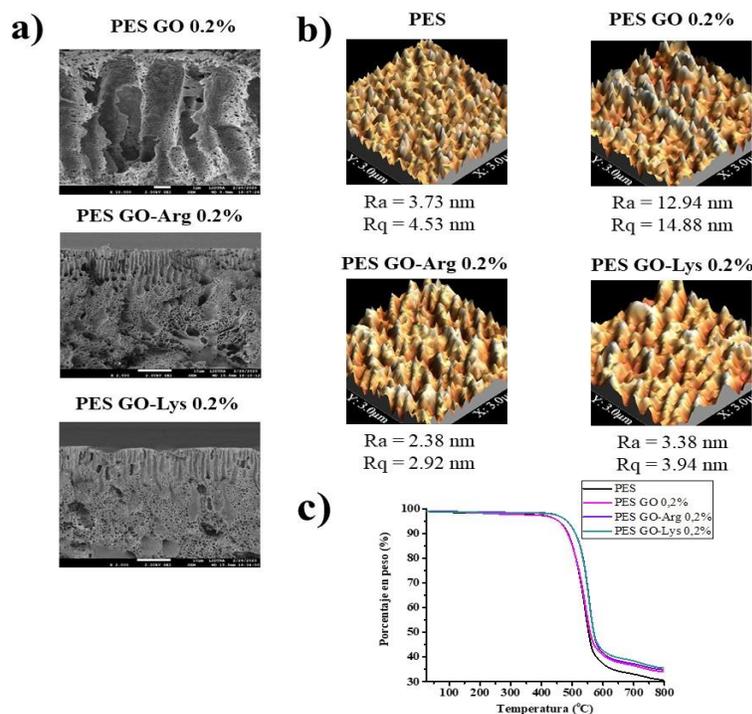
El método usado para la elaboración de las membranas de PES con incrustaciones de GO, GO-Arg y GO-Lys, fue por Inversión de Fase (Irfan *et al.*, 2017; Strathmann, 1985). Para ello se utilizó el PES como soporte, Dimetilforamida (DMF) como solvente y agua desionizada como no solvente. Las proporciones de la solución fueron de PES 20 % en peso, DMF 78.2 % y 0.2 % de GO, GO-Arg y GO-Lys. Para la caracterización de las membranas se empleó microscopía electrónica de barrido (SEM), microscopía de fuerza atómica (AFM) en modo no contacto y análisis termogravimétrico (TGA) para determinar la estabilidad térmica.

### Resultados y Discusiones

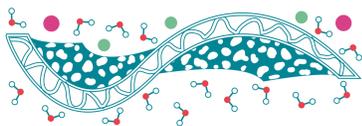
En la Figura 1a, se muestra la morfología de la sección transversal de las membranas obtenidas, donde la membrana de PESGO 0.2% presenta cavidades tipo dedos, al elaborar las membranas con el



GO-Arg 0.2% y GO-Lys 0.2% estas cavidades aparecen solo en la piel de membrana, predominando una morfología tipo esponja, esta morfología favorece la retención de sales (Guillen *et al.*, 2011). Para evaluar la topografía superficial y el análisis de rugosidad de las membranas, se usó AFM. En la Figura 1b, se muestran imágenes tridimensionales de las cuatro membranas donde las áreas brillantes exhiben los puntos más altos y las zonas oscuras representan los valles o poros de las membranas. Además, la Figura 1b presenta los diferentes parámetros de rugosidades de las membranas. La rugosidad de la membrana pura de PES es mayor que las membranas modificadas con GO-Arg 0.2% y GO-Lys 0.2%, pero es menor a la membrana de GO 0.2%. Al reducir la rugosidad se crea una superficie más lisa por lo que mejoran las propiedades anticrustantes (Rezaee *et al.*, 2015). La estabilidad térmica de las membranas se realizó por la técnica de TGA, la temperatura de descomposición (Td) de la membrana de PES fue de 543.3 °C, para las membranas con incrustaciones de GO (PES/GO 0.2%) está temperatura no se ve modificada (Td de 543.22 °C), pero al elaborar las membranas con incrustaciones de GO modificado, aumenta la estabilidad térmica de las membranas en 10° C aproximadamente, ya que la Td de estos materiales fue de 555.16 °C y 553.99 °C para PES/GO-Arg 0.2% y PES/GO-Lys 0.2% respectivamente (Figura 1c).



**Figura 1.** a) Imágenes SEM de las membranas obtenidas; b) Imágenes AFM de las membranas obtenidas, donde: Ra=Rugosidad superficial media y Rq= Rugosidad cuadrática media; c) Curvas TGA de las membranas obtenidas.

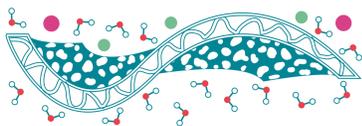


## Conclusiones

De acuerdo con los resultados obtenidos, se puede observar que al incrustar GO modificado con (GO-Arg y GO-Lys) prevalece una morfología tipo esponja mientras que las propiedades térmicas de las membranas mejoran, y los parámetros de rugosidad disminuyen haciendo la membrana más lisa, por lo que se dotan de mejores propiedades a las membranas con estas incrustaciones. Dichos resultados representan una plataforma para la preparación de membranas antiincrustantes con potencial aplicación en la separación selectiva de colorantes de la industria textil.

## Referencias

- Ahmed I., Kormin F., Idris A., Yunus R.B.M., Hassan Z.B., Prasad R. (2010). *Preparation of PES UF membranes using novel modified MW casting solution technique*, Applied Sciences **10**, 2733-2736.
- Guillen G.R., Pan Y., Li M., Hoek E.M.V. (2011). *Preparation and characterization of membranes formed by nonsolvent induced phase separation: A review*, Industrial and Engineering Chemistry Research **50**(7), 3798-3817.
- Irfan M., Basri H., Irfan M. (2017). *An experimental investigation: effect of phase inversion methods on membrane structure and its performance on PEG filtration*, Journal of Applied Membrane Science & Technology **17**(1), 17-23.
- Rezaee R., Nasser S., Mahvi A.H., Nabizadeh R., Mousavi S.A., Rashidi A., ... Nazmara S. (2015). *Fabrication and characterization of a polysulfone-graphene oxide nanocomposite membrane for arsenate rejection from water*. Journal of Environmental Health Science and Engineering **13**(1), 1-11.
- Saleh T.A., Gupta V.K. (2016). *Nanomaterial and Polymer Membranes*. USA, Elsevier.
- Strathmann H. (1985). *Production of microporous media by phase inversion processes*, Material Science of Synthetic Membranes. Lloyd D.R., Washington, ACS Symposium Series 269, American Chemical Society.
- Zhu J., Tian M., Hou J., Wang J., Lin J., Zhang Y., Liu J., Van der Bruggen B. (2016). *Surface zwitterionic functionalized graphene oxide for a novel loose nanofiltration membrane*, Journal of Materials Chemistry A **4**(5), 1980-1990.
- Zhu J., Zhang Y., Tian M., Liu J. (2015). *Fabrication of a mixed matrix membrane with in situ synthesized quaternized polyethylenimine nanoparticles for dye purification and reuse*, ACS Sustainable Chemistry & Engineering **3**(4), 690-701.



## Evaluación de SPEEK | Quitosano como Membrana de Intercambio de Protones en Bombeo Electroquímico de Hidrógeno

A. Martínez-Lazaro<sup>1</sup>, A. Rico-Zavala<sup>2</sup>, I. Murillo-Borbonio<sup>1</sup>, F.I. Espinosa<sup>1</sup>, M.P. Gurrola<sup>3</sup>,  
J. Ledesma-García<sup>1</sup>, L.G. Arriaga<sup>2,\*</sup>

<sup>1</sup> División de investigación y Posgrado, Facultad de Ingeniería, Universidad Autónoma de Querétaro, Cerro de las Campanas S/N, C.P. 76010, Querétaro, México.

<sup>2</sup> Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica S.C., Parque Tecnológico Querétaro, C.P. 76703, Sanfandila, Pedro Escobedo, Qro., México.

<sup>3</sup> CONACYT-Tecnológico Nacional de México/ I. T. Chetumal, Av. Insurgentes 330, CP. 77013, Chetumal, Quintana Roo, México.

\* Autor de correspondencia: larriaga@cideteq.mx

**Palabras clave:** Procesos electroquímicos asistidos por membranas; fenómenos de transporte; reactores asistidos por membranas.

### Introducción

En los últimos años, el cambio climático se ha vuelto más evidente, requiriendo el uso de fuentes de energía renovables. En este contexto, las tecnologías avanzadas de conversión de energía exigen una mayor atención de la comunidad científica e industrial para la transición a la llamada “Economía Global del Hidrógeno” basada en la hipótesis de que el hidrógeno puede jugar un papel como portador de energía (Vidal-Amaro *et al.*, 2015) debido a su alto contenido energético por unidad de peso.

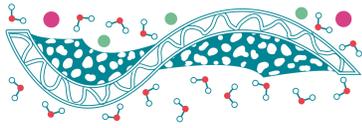
La Tecnología de Membranas de Intercambio de Protones (PEM-Technology) responde a diferentes problemas industriales a través de diferentes sistemas como el PEM-Electrolizador para producir hidrógeno (Lettenmeier *et al.*, 2017) o el Bombeo / Compresión Electroquímica de Hidrógeno (EHP / EHC) para purificar o comprimir hidrógeno para finalmente distribuirlo (Barbir & Görgün 2007; Hasani-Sadrabadi *et al.*, 2010; Ströbel *et al.*, 2002).

### Materiales y métodos

En el presente trabajo preparamos mezclas de SPEEK-Chitosan, y demostramos con caracterización fisicoquímica (SEM-EDS, TGA-DSC, Water Uptake, Proton Conductivity, etc.) las propiedades principales de las mismas.

### Resultados y Discusiones

Evaluamos la mejor mezcla de membranas S-CS 10% (SPEEK con un 80% de grado de sulfonación y un 10% de quitosano) en cronopotenciometría a diferente densidad de corriente. La membrana S-CS al 10% se comparó con las prístinas SPEEK y Nafion115. Nuestra mezcla de membranas exhibió bajo voltaje de celda a alta densidad de corriente. En la Figura 1 se muestran los resultados obtenidos mediante cronopotenciometría para tres membranas diferentes para un tiempo de funcionamiento continuo de  $t = 1$  hora  $T = 37.5$  °C y 100% de RH. De este gráfico, la membrana Nafion 115, al exigir una densidad de corriente de  $j = 1$  A  $\text{cm}^{-2}$  pierde estabilidad y no es capaz de cubrir la corriente



demandada; sin embargo, muestra cierta estabilidad cuando la demanda actual disminuye ( $j = 0.8 \text{ A cm}^{-2}$ ). Por otro lado, las membranas sintetizadas SPEEK y SQ al 10% presentan una mejor estabilidad con corrientes exigentes hasta  $j = 1 \text{ A cm}^{-2}$  y  $j = 1.3 \text{ A cm}^{-2}$ , respectivamente.

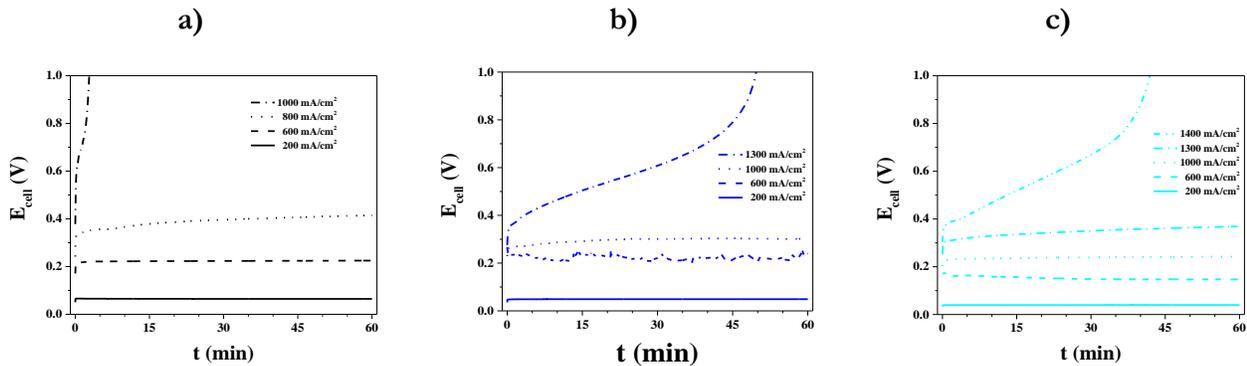


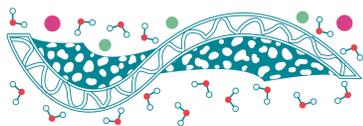
Figura 1. Cronopotenciometría EHP a diferentes densidades de corriente durante una hora a  $T_{\text{cell}} = 37.5 \text{ }^{\circ}\text{C}$ , RH = 100%, a) Nafion 115, b) SPEEK y c) S-CS10%.

## Conclusiones

El mejor rendimiento fue para S-CS 10% y esto se debe a que, dado que hay grupos sulfónicos que interactúan con el grupo amina protonado, se crea un efecto Zwitterion, lo que hace que las moléculas de agua queden fuertemente atrapadas en la membrana por un efecto electrostático, evitando que la membrana se deshidrate cuando se trabaja con densidades de corriente más altas y, por lo tanto, consume menos energía (Chu *et al.*, 2015).

## Referencias

- Barbir F., Görgün H. (2007). *Electrochemical Hydrogen Pump for Recirculation of Hydrogen in a Fuel Cell Stack*, *Journal of Applied Electrochemistry* **37**(3), 359-365.
- Chu F., Lin B., Feng T., Wang C., Zhang S., Yuan N., Liu Z., Ding J. (2015). *Zwitterion-coated graphene-oxide-doped composite membranes for proton exchange membrane applications*. *Journal of Membrane Science* **496**, 31-38.
- Hasani-Sadrabadi M.M., Dashtimoghadam E., Sarikhani K., Majedi F.S., Khanbabaei G. (2010). *Electrochemical investigation of sulfonated poly (ether ether ketone)/ clay nanocomposite membranes for moderate temperature fuel cell applications*, *Journal of Power Sources* **195**(9), 2450-2456.
- Lettenmeier P., Wang R., Abouatallah R., Saruhan B., Freitag O., Gazdzicki P., Morawietz T., Hiesgen R., Gago A.S., Friedrich K.A. (2017). *Low-cost and durable bipolar plates for proton exchange membrane electrolyzers*, *Scientific Reports* **7**(1), 1-12.
- Ströbel R., Oszcipok M., Fasil M., Rohland B., Jörissen L., Garcke J. (2002). *The compression of hydrogen in an electrochemical cell based on a PE fuel cell design*. *Journal of Power Sources* **105**(2), 208-215.
- Vidal-Amaro J.J., Østergaard P.A., Sheinbaum-Pardo C. (2015). *Optimal energy mix for transitioning from fossil fuels to renewable energy sources—The case of the Mexican electricity system*. *Applied Energy* **150**, 80-96.



## Metátesis de derivados sililados de norborneno: Estudio experimental y computacional

D. Zárate-Saldaña<sup>1</sup>, B. Landeros-Rivera<sup>2</sup>, J.A. Cruz-Morales<sup>1</sup>, S. Gutiérrez<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup> Facultad de Química, Universidad Nacional Autónoma de México, Apartado Postal 70-360, Ciudad Universitaria, Coyoacán, C.P. 04510, Ciudad de México, México

<sup>2</sup> Sorbonne Université & CNRS, Laboratoire de Chimie Théorique, UMR CNRS 7616, 4 Place Jussieu, F-75005, Paris, France.

\* Autor de correspondencia: sguierrezf@unam.mx

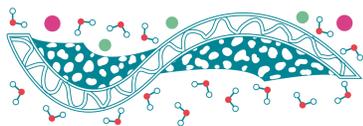
**Palabras clave:** Membranas poliméricas; Metátesis; Catalizadores de Rutenio-alquilideno; DFT; QTAIM; Derivados Sililados de Norborneno.

### Introducción

En el diseño de membranas poliméricas para la separación de gases, existen varias estrategias para obtener materiales adecuados para esta aplicación; dentro de las más usadas, está la adición de grupos pendantes voluminosos que influyan en el volumen libre, y por consiguiente que mejoren las propiedades de transporte (permeabilidad, difusividad, solubilidad). En ese sentido, la polimerización *via* metátesis por apertura de anillo (ROMP) es una ruta sintética poderosa ya que con el uso olefinas cíclicas tensionadas, es posible la incorporación de casi cualquier grupo pendante en el material polimérico. Con la ROMP se puede tener un control en la microestructura (tacticidad, estereoisomería) del polímero usando derivados de norborneno sustituidos en alguna posición, que sólo permitan una forma de coordinación entre éste y el centro activo de Ru. Es decir, con un mismo monómero sustituido en diferentes posiciones se pueden obtener diversos materiales poliméricos con diferentes propiedades físicas, pero sobre todo que difieran en su empaquetamiento debido al cambio en su microestructura, lo cual tendrá un efecto directo en las propiedades de transporte. En la actualidad no existen reportes de síntesis de polímeros *via* ROMP utilizando derivados de norborneno sustituidos en la posición 7 (puente) con grupos voluminosos, y por lo anteriormente dicho, es probable que tal sustitución de lugar a una nueva familia de membranas poliméricas con alto potencial para la separación de gases. Este trabajo se realizó un estudio comparativo, teórico y experimental, de la polimerización *via* ROMP de los conformeros *endo/exo*, *syn/anti* del monómero anhídrido 7-trimetilsilil-*cis*-norborneno-2,3-dicarboxílico (**1a**) y anhídrido *cis*-5-norborneno-2,3-dicarboxílico (**1b**), observando el efecto del grupo -Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub> en la polimerización para la obtención de materiales con microestructura controlada (Cruz-Morales *et al.*, 2016; Zárate-Saldaña *et al.*, 2020).

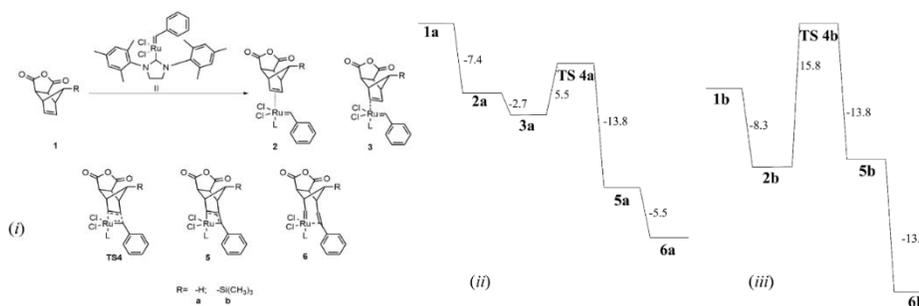
### Materiales y Métodos

Se realizó la síntesis de los monómeros **1a** y **1b**, y su posterior polimerización *via* ROMP empleando los catalizadores Ru-alquilideno de Grubbs 1<sup>era</sup> gen, de 2<sup>da</sup> gen, y Grubbs-Hoveyda 2<sup>da</sup> gen. (**I**, **II** y **III**), en un intervalo de temperaturas de 40 a 100 °C y un tiempo de reacción entre 0.5 a 24 horas. Para el estudio teórico se utilizó la teoría del funcional de la densidad (DFT) y la teoría cuántica de átomos en moléculas (QTAIM).



## Resultados y Discusiones

Se llevó a cabo la síntesis de los monómeros **1a** y **1b** (rendimientos 90 y 78 %; respectivamente). Posteriormente, se logró la polimerización vía ROMP del monómero **1b** con los catalizadores **I-III**, con diversas condiciones de reacción utilizadas (rendimientos > 90 %). En contraste, el monómero **1a**, donde se utilizaron altas concentraciones de catalizador ( $[C=C]/Ru=200$ ), altas temperaturas (100 °C) y tiempos prolongados de reacción (24 horas), no fue posible la obtención del polímero. Con el estudio teórico de la polimerización de ambos monómeros, **1a** y **1b**, se establecieron los perfiles energéticos y se elucidó el mecanismo de reacción (Figura 1), explicando los resultados experimentales: porque no se logró la polimerización de **1a**, pese a los diversos reportes que indican que los derivados de norborneno altamente tensionados, fácilmente polimerizan *vía* ROMP. Con el estudio, se obtuvo que para el monómero **1a**, el grupo voluminoso  $-Si(CH_3)_3$  en posición 7 impide estéricamente la coordinación del doble enlace C=C con el centro de Ru del catalizador, por lo cual la polimerización no procede. Para el monómero **1b** sin sustituyentes, la  $\Delta G^\circ$  es 10 kcal/mol menor, por lo cual la polimerización procede con altos rendimientos.



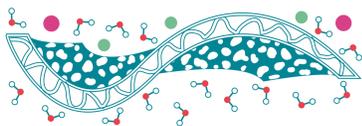
**Figura 1.** *i*) Mecanismo de reacción de los monómeros of **1a** (exo) and **1b** (syn/exo) con el catalizador **II**. Perfil de energía libre de Gibbs (kcal/mol) para *ii*) la metátesis de **1a** (exo) y *iii*) **1b** (syn/exo) con el catalizador **II**.

## Conclusiones

El grupo voluminoso  $-Si(CH_3)_3$  tiene un efecto estérico sobre la coordinación del derivado de norborneno sustituido en la posición 7 (**1a**), lo cual implica un aumento de 10 kcal/mol en el paso determinante de la reacción, comparada con su análogo no sustituido **1b**. Con la información teórico-experimental, se propone el uso de catalizadores más activos (Ru-enóicos), con los cuales existe una alta posibilidad de obtener una nueva familia de polímeros con propiedades de transporte mejoradas.

## Referencias

- Zárate-Saldaña D., Landeros-Rivera B., Cruz-Morales J.A., Gutiérrez S. (2020). *Metathesis of Norbornene-Derivatives Bearing Trimethylsilyl Groups Using Ru-Alkylidene Catalysts: An Experimental and Computational Study*, *Journal of Organometallic Chemistry* **913**, 121206.
- Cruz-Morales J.A., Vargas J., Santiago A.A., Vásquez-García S.R., Tlenkopatchev M.A., de Lys T., López-González M. (2016). *Synthesis and Gas Transport Properties of New Polynorbornene Dicarboximides Bearing Trifluoromethyl Isomer Moieties*, *High Performance Polymers* **28**(10), 1246-1262.



## Membranas de Nafion modificadas con SBA-15/Óxido de titanio con alta conductividad protónica a bajas humedades relativas

A. Rico Zavala<sup>1</sup>, L.G. Arriaga<sup>1</sup>, J. Ledesma-García<sup>2,\*a</sup>, A. Álvarez Lopez<sup>2,\*b</sup>

<sup>1</sup> Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica, Pedro Escobedo, Qro., C.P. 76703, México.

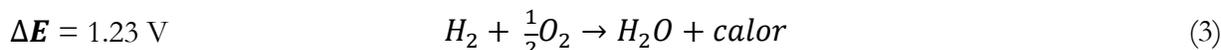
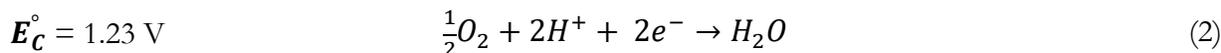
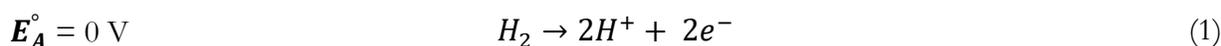
<sup>2</sup> Facultad de Ingeniería, División de Investigación y Posgrado, Universidad Autónoma de Querétaro, Centro Universitario Cerro de las Campanas, Querétaro, Qro., C.P. 76010, México

\* Autor de correspondencia: janet.ledesma@uaq.mx<sup>a</sup>, alejandra.alvarez@uaq.mx<sup>b</sup>

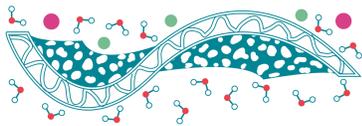
**Palabras clave:** Membrana de intercambio protónico, SBA15/Oxido de titanio, conductividad protónica.

### Introducción

El hidrógeno es una de los elementos más abundantes en todo el universo, sin embargo, esta molécula no se encuentra libre en la tierra, siempre la encontraremos combinada formando otras moléculas como agua o hidrocarburos, por lo que hay que generarla, almacenarla y posteriormente distribuirla (Gandía *et al.*, 2013). El hidrógeno obtenido puede ser utilizado en celdas de combustible de membrana de intercambio protónico (PEMFC, Proton Exchange Membrane Fuel Cell) (Rico-Zavala *et al.*, 2020). El inconveniente que surge en las PEMFC es que las reacciones de oxidación de hidrógeno (ecuación 1) y reducción de oxígeno (ecuación 2) que se llevan a cabo en la celda tienen como producto calor, dado que la reacción es exotérmica, además de la energía eléctrica aprovechada durante las reacciones (Bose *et al.*, 2014).



Por lo que, al aumentar la temperatura del sistema la humedad relativa a la que los gases entran al sistema va disminuyendo. Esta disminución en la humedad de los gases y aumento en la temperatura afectan directamente al polímero, ya que, es necesario la presencia de agua para que la membrana posea alta conductividad protónica (Saccà *et al.*, 2016). Por ello surge la necesidad de mejorar la retención de agua en la membrana a bajas humedades relativas. En esta investigación, se explora el uso de óxidos de silicio meso-porosos (SBA-15) modificando la síntesis de SBA-15 al incorporar el precursor isopropóxido de titanio a diferentes proporciones. Posteriormente los inorgánicos obtenidos se incorporan en la matriz polimérica de Nafion 115 y se estudia el efecto de la conductividad protónica a diferentes temperaturas y humedades relativas (HR).



## Materiales y Métodos

### *Síntesis de la sílice mesoporosa SBA-15*

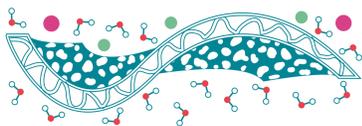
La sílice mesoporosa SBA-15 se sintetizó por el método sol-gel, empleando un copolímero anfifílico de tres bloques como agente director de la estructura y tetra-etil ortosilicato como fuente de sílice. Se mezcló el surfactante Pluronic P123 (EO<sub>20</sub>PO<sub>70</sub>EO<sub>20</sub>, BASF) con agua desionizada y solución de HCl 4 M, agitando vigorosamente hasta la disolución completa del surfactante. Después se agregó a la solución el tetraetil ortosilicato bajo agitación. El gel de sílice obtenido se maduró a 80 °C por 24 h sin agitación. El residuo sólido se recuperó por filtración, se lavó con agua desionizada y se secó a temperatura ambiente. Finalmente el material se secó a 110 °C por 18 h y se calcinó a 500 °C por 6 h.

### *Modificación de la Sílice Mesoporosa SBA-15 con Titanio (TiSBA-15)*

Se incorporaron diferentes cantidades de titanio en la SBA-15 utilizando como precursor isopropóxido de titanio, en las siguientes relaciones molares Si/Ti: 80, 60, 40 y 20. Los materiales obtenidos se denominaron 80TiSBA-15, 60TiSBA-15, 40TiSBA-15 y 20TiSBA-15, de acuerdo a la relación molar de Si/Ti. La síntesis de cada uno de los materiales anteriores se realizó empleando el mismo procedimiento para obtener la SBA-15; pero la cantidad de titanio para cada relación molar se introdujo durante su preparación mezclando los precursores de sílice y titanio y agregándolos a la mezcla de surfactante, agua y HCl. Los tiempos y temperaturas de reacción, madurado, secado y calcinado para preparar los soportes modificados con titanio fueron los mismos que se utilizaron en la síntesis de la SBA-15.

### *Incorporación del inorgánico en la matriz polimérica de Nafion*

Los óxidos metálicos sintetizados fueron utilizados para la preparación de las membranas compuestas con el método mencionado a continuación. Una solución alcohólica del ionómero Nafion® (5% w/w, Aldrich) fue seleccionada para la preparación de las membranas compuestas. La solución original fue reducida a una temperatura de 40 °C bajo vacío en un rotavapor obteniendo un residuo seco, sucesivamente fue solubilizado en dimetilacetamida (DMAc) en un 20% (w/w) en solución. La solución se usó para la elaboración de membranas por el método del Doctor-Blade. Para las membranas compuestas, una cantidad del 3% (w/w) de los compuestos orgánicos/inorgánicos respecto a la resina seca del Nafion fue adicionada; esta solución se dispersó en un baño ultrasónico. Después de una lenta reconcentración a temperatura de 80 °C en agitación, se obtiene una solución con la adecuada viscosidad para estratificarla en una lámina de vidrio con la ayuda de un filmógrafo. Las membranas fueron secadas en un plato caliente a temperatura de 80 °C por 3 horas para evaporar el solvente, estas membranas fueron retiradas del vidrio con agua destilada. Sucesivamente se realizó un tratamiento de prensado a una temperatura de 155 °C por 30 minutos para mejorar las características mecánicas, seguido de un tratamiento de limpieza química en HNO<sub>3</sub>/H<sub>2</sub>O (1:1) y 1M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> con lavados intermedios con agua desionizada a 80 °C por 30 minutos con pasos intermedios



en agua desionizada por 15 minutos (Alvarez, *et al.*, 2011). El tratamiento químico permite la purificación y la obtención de una alta capacidad de humectación en las membranas desarrolladas.

### ***Medición de la conductividad protónica mediante técnica de 4 puntas***

La conductividad protónica de las muestras fue determinada usando el método de cuatro puntas en la dirección longitudinal (Figura 1) en una celda de conductividad comercial (Bekktech). La celda se alimentó con un flujo constante de hidrógeno y se conectó a PGSTAT Autolab 302 Potenciostato / Galvanostato equipado con un refuerzo de 20 A (Metrohm®). La conductividad se determinó a  $T =$  temperatura ambiente y a diferentes humedades relativas la siguiente fórmula (Saccà *et al.*, 2016):

$$\sigma_{H^+} (S/cm) = \frac{L}{RWT} \quad (4)$$

En dónde  $\sigma_{H^+}$  es la conductividad protónica de la membrana evaluada en S/cm,  $L$  es la distancia entre los electrodos de Pt donde se mide el voltaje,  $R$  es la resistencia del polímero en  $\Omega$ ,  $W$  es el ancho de la muestra en cm y  $T$  es el espesor de la membrana en cm.

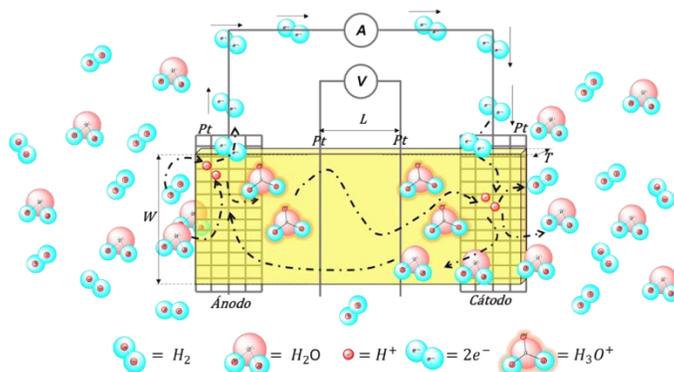
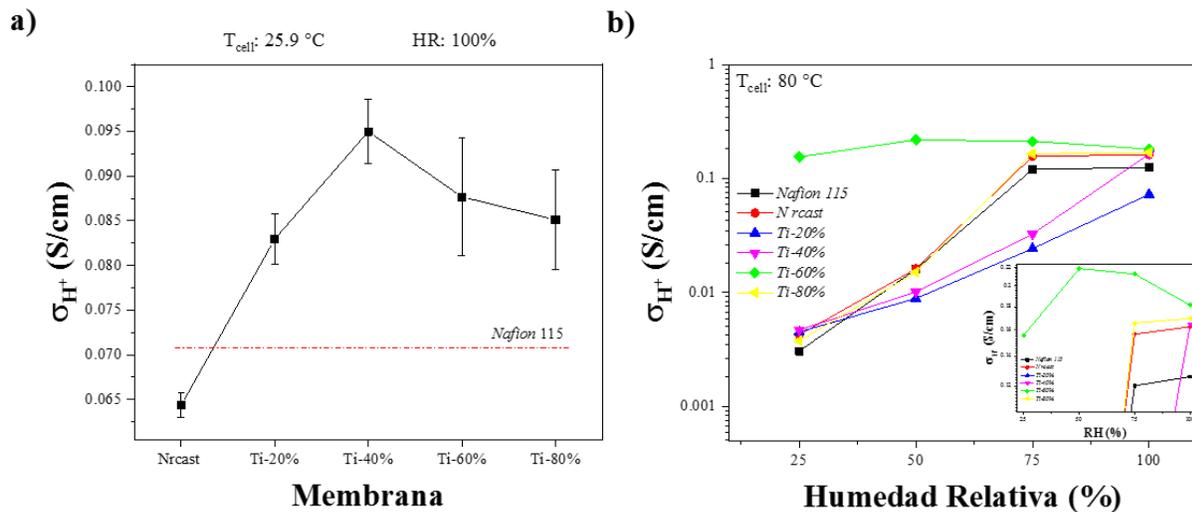
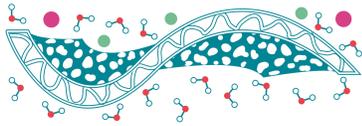


Figura 1. Medición de conductividad protónica en una membrana por el método de las cuatro puntas.

## **Resultados y Discusiones**

Se obtuvieron 4 inorgánicos con diferentes cargas de titanio, estos inorgánicos mesoporosos se mezclaron con Nafion 115 y se obtuvieron 4 membranas modificadas denominadas Ti-20%, Ti-40%, Ti-60% y Ti-80%, estas membranas fueron comparadas con Nafion 115 y con una membrana de Nafion obtenida a partir de la disolución del ionómero en DMAc denominada como N recast.

En la Figura 2 a) se muestra el comportamiento de las membranas preparadas con respecto a la membrana prístina de Nafion 115 y N recast a temperatura ambiente y HR= 100 %. Como se muestra la incorporación de los óxidos metálicos favorece la conducción de protones en la matriz polimérica, esto posiblemente se deba a que los inorgánicos sintetizados poseen grandes áreas superficiales de acuerdo a lo reportado (Alvarez *et al.*, 2011), presentando conductividades de 10-20 mS cm<sup>-1</sup> con respecto a Nafion 115 y N recast.



**Figura 2.** Conductividad protónica de las membranas sintetizadas a a) temperatura ambiente y 100 % de HR y b) 80 °C variando la HR del gas de entrada.

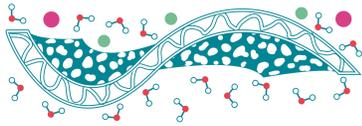
Por otro lado, en la Figura 2 b) se evaluaron las membranas a 80 °C con diferentes HR en donde se observa que la membrana Ti-60 % presenta conductividades de hasta  $222.85\text{ mS cm}^{-1}$  en HR= 50%. Por lo que, se comprueba que la mezcla Si-Ti en la preparación del SBA 15 al 60 % de Ti mejora considerablemente la resistencia de la membrana para conducir protones a bajas humedades relativas.

## Conclusiones

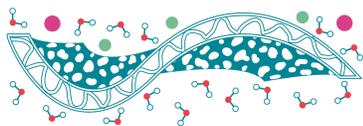
Se desarrollaron exitosamente membranas con inorgánicos mesoporosos SBA-15/óxidos de titanio que favorecen la conducción de protones en condiciones de 100 % de HR. Por otro lado, el inorgánico SBA-15/ óxido de titanio 60% con Nafion 115 presenta excelente performance a bajas humedades relativas. Es necesario realizar una caracterización completa del inorgánico modificado para comprender mejor porque esta relación de Si-Ti favorece la conducción. Además, es necesario probar las membranas en celda completa para tener un panorama completo del performance de la membrana en un sistema real.

## Referencias

- Alvarez A., Guzmán C., Carbone A., Saccà A., Gatto I., Pedicini R., Passalacqua E., Nava R., Ornelas R., Ledesma-García J., Arriaga L.G. (2011). *Composite membranes based on micro and mesostructured silica: A comparison of physicochemical and transport properties*, *Journal of Power Sources* **196**(13), 5394-5401.
- Alvarez A., Guzman C., Peza-Ledesma C., Godinez L.A., Nava R., Duron-Torres S.M., Ledesma-García J., Arriaga L.G. (2011). *Silica-based composite membranes for methanol fuel cells operating at high temperature*, *Journal of New Materials for Electrochemical Systems* **14**(2), 87-91.



- Bose A.B., Gopu S., Li W. (2014). *Enhancement of proton exchange membrane fuel cells performance at elevated temperatures and lower humidities by incorporating immobilized phosphotungstic acid in electrodes*, Journal of Power Sources **263**, 217-222.
- Gandía L.M., Arzamendi G., Diéguez P.M. (2013). *Renewable Hydrogen Energy: An Overview*. Renewable Hydrogen Technologies, Elsevier.
- Rico-Zavala A., Pineda-Delgado J.L., Carbone A., Saccà A., Passalacqua E., Gurrola M.P., Alvarez A., Rivas S., Ledesma-García J., Arriaga L.G. (2020). *Composite Sulfonated Polyether-Ether Ketone Membranes with SBA-15 for Electrochemical Energy Systems*, Materials, **13**(7), 1570.
- Saccà A., Carbone A., Gatto I., Pedicini R., Freni A., Patti A., Passalacqua E. (2016). *Composites Nafion-titania membranes for Polymer Electrolyte Fuel Cell (PEFC) applications at low relative humidity levels: Chemical physical properties and electrochemical performance*, Polymer Testing **56**, 10-18.



## Síntesis de membranas de Polibenzimidazol (PBI) modificadas con nanotubos de haloisita recubiertos de poli dopamina

J.M. Wrzosek-Cabrera<sup>1</sup>, A. Rico Zavala<sup>2</sup>, L.G. Arriaga<sup>2</sup>, J. Ledesma-García<sup>1,\*a</sup>,  
A. Álvarez Lopez<sup>1,\*b</sup>

<sup>1</sup> Facultad de Ingeniería, División de Investigación y Posgrado, Universidad Autónoma de Querétaro, Centro Universitario Cerro de las Campanas, Querétaro, Qro., C.P. 76010, México.

<sup>2</sup> Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica, Pedro Escobedo, Qro., C.P. 76703, México.

\* Autor de correspondencia: janet.ledesma@uaq.mx<sup>a</sup>, alejandra.alvarez@uaq.mx<sup>b</sup>

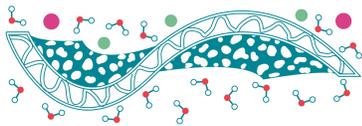
**Palabras clave:** PBI; nanotubos de haloisita; poli dopamina; membrana de intercambio protónico.

### Introducción

El creciente incremento de CO<sub>2</sub> (gas responsable del efecto invernadero) principal producto de la ignición de combustibles fósiles, ha llevado a replantearse las formas de obtención de energía a partir de dichos combustible (Vidal-Amaro *et al.*, 2015).

Las Celdas de Combustible de Membrana de Intercambio Protónico (PEMFC, *Proton Exchange Membrane Fuel Cell*), son dispositivos que aprovechan el potencial electroquímico de especies químicas con electroactividad para realizar un trabajo eléctrico (Kraytsberg & Ein-Eli, 2014). Estos dispositivos muestran numerosas ventajas como: alta densidad de potencia, alta eficiencia de conversión energética, rápido arranque, baja sensibilidad a la orientación y amigables con el medio ambiente (Zhang *et al.*, 2013).

Normalmente, las PEMFC son alimentadas con H<sub>2</sub> como combustible por la parte anódica (oxidado a través de catalizadores como el Pt, obteniendo H<sup>+</sup> y e<sup>-</sup>) y O<sub>2</sub> se introduce en el compartimiento catódico (donde es reducido para producir H<sub>2</sub>O, reacción limitante). Los protones viajan hacia el cátodo a través de un electrolito polimérico solido (SPE o PEM, *Solid Polymeric Electrolyte* o *Proton Exchange Membrane*), mientras que los electrones viajan mediante un circuito externo (Yuan *et al.*, 2010). Uno de los principales problemas en estos dispositivos, radica en la fuente de alimentación de H<sub>2</sub>, ya que, esta molécula no se encuentra libre en la tierra, siempre la encontraremos combinada formando otras moléculas como agua o hidrocarburos, de manera que es necesario generarla, almacenarla y posteriormente distribuirla (Gandía *et al.*, 2013). Aunque la molécula de hidrógeno posee mayor contenido de energía por unidad de peso que cualquier otro combustible conocido, la densidad energética volumétrica específica es hasta 12 veces más baja en comparación con la gasolina (Corbo *et al.*, 2011). Por lo que se requiere comprimir el hidrógeno a altas presiones, mejorando así su densidad energética volumétrica específica. Por lo que en este trabajo se sintetiza y se exploran las propiedades de conducción protónica a diferentes temperaturas y humedades relativas de membranas de PBI dopadas con ácido fosfórico y membranas de PBI con nanotubos de haloisita recubiertos de poli dopamina dopadas con el ácido anteriormente mencionado.

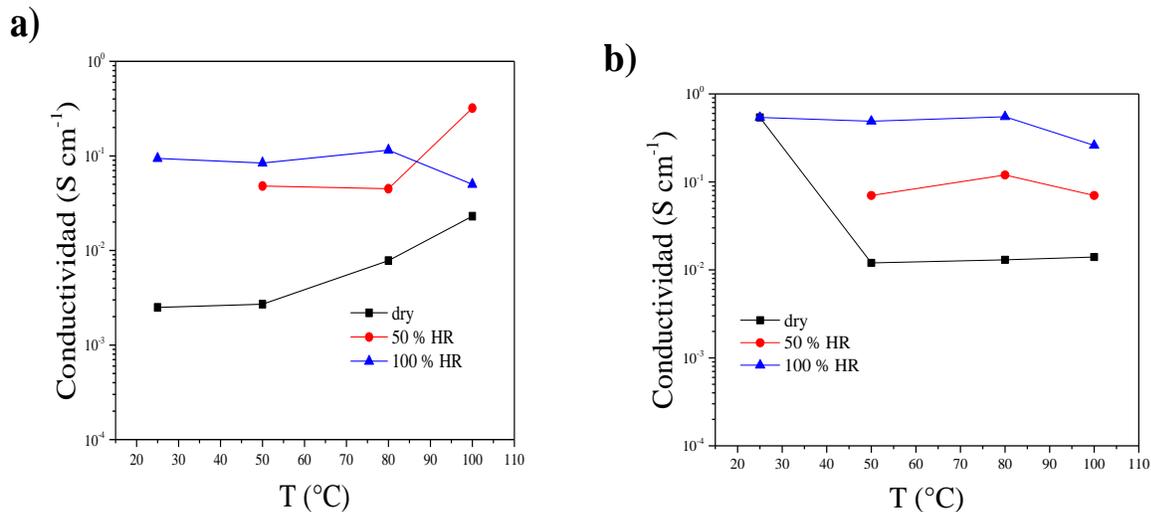
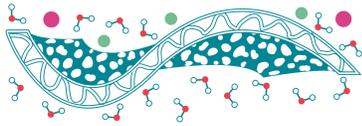


## Materiales y Métodos

Para la creación de la membrana se utilizó un filmógrafo Elcometer 4340. El polímero se disuelve al 5% (wt %) en dimetilacetamida (DMAc), en agitación constante a 70°C durante 24 h. Una vez disuelto el polímero se dejó evaporar el solvente hasta que la solución presentara una viscosidad adecuada. Se vierte la solución en un vidrio templado precalentado a 50 °C, para evitar un cambio brusco de temperatura entre la superficie del vidrio y la solución polimérica. Se configuró el aplicador de capa (Film applicator) para obtener un espesor de 100–120  $\mu\text{m}$  y se dejó en el filmógrafo a 50 °C por 2-3 días para que el solvente se evaporara por completo. Al pasar este tiempo se introdujo la membrana en agua desionizada a 100 °C durante 2 h para eliminar el posible solvente restante.

## Resultados y Discusiones

Se logró la síntesis de PBI y la fabricación de membranas a partir del polímero, una con dopado del 5% con nanotubos de haloisita dopados con dopamina. Las membranas de PBI presentaron una mayor concentración de ácido fosfórico en su matriz polimérica, teniendo una ganancia del 260% en peso, en comparación a una ganancia del 130% de las membranas con nanotubos (PBI + DHNTs); las membranas se sometieron a un lixiviado para obtener la impregnación de ácido, para la membrana de PBI se observa una mayor concentración de ácido fosfórico teniendo 1.2 mM contra 0.55 mM en la membrana de PBI + DHNTs. En el análisis de espectrometría de ultravioleta visible por los tres métodos de coloración, se puede observar que, de igual manera, la membrana de PBI + DHNTs retiene una mayor cantidad de ácido. El análisis termogravimétrico nos demuestra la similitud que se tiene entre la membrana de PBI sintetizada y las que manejan otros grupos de investigación, si bien existen algunas diferencias, estas se le atribuyen a la síntesis. Pero en general las membranas soportan una temperatura de 600 °C y esta se ve mejorar con la presencia del ácido fosfórico, de igual manera la presencia de los nanotubos de haloisita, ayudan a las propiedades térmicas y que la membrana no tenga una descomposición avanzada a estas temperaturas. La membrana de PBI + DHNTs presentó las mayores conductividades protónicas tanto en condiciones de gas sin humectación, como con 50 y 100% de humedad relativa. Bajo condiciones anhidras, la membrana de PBI + DHNTs presentó la mayor conductividad protónica a temperatura ambiente, en cambio la membrana de PBI presentó su mayor conductividad protónica a los 100 °C. Todas las membranas presentaron un comportamiento estable cuando se utilizaron los gases sin humectación y con el 50% de HR, hubo una variación importante en las mediciones cuando se trabajó con el 100% de humedad relativa. La diferencia de la membrana de PBI y PBI + DHNTs que se observa en las pruebas de conductividad protónica en 100 °C y 100% de humedad relativa, se atribuye el aumento de la conductividad protónica al comportamiento higroscópico de los nanotubos, por lo cual el agua del ambiente era retenida en la matriz del polímero de una mejor manera cuando estaban presentes los nanotubos, por consiguiente, teniendo el aumento de la CP de 0.05 a 0.26  $\text{S cm}^{-1}$  (ver Figura 1).



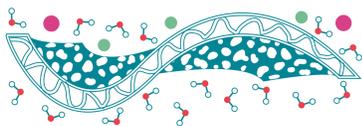
**Figura 1.** Conductividad protónica (CP) de la membrana de a)PBI y b)PBI + DHNT dopadas con H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> a diferentes condiciones de temperatura y humedad relativa.

## Conclusiones

Se puede concluir que la adición de nanotubos de haloisita con dopamina a la matriz de PBI tiene un efecto positivo en las pruebas, ya que mejora sus propiedades térmicas, su retención de humedad y por consiguiente brinda una conductividad protónica, bajo las condiciones probadas, como gases sin humectar, 50 y 100% de humedad relativa.

## Referencias

- Corbo P., Migliardini F., Veneri O. (2011). *Hydrogen fuel cells for road vehicles*. London, Springer Science & Business Media.
- Gandía L.M., Arzamendi G., Diéguez P.M. (2013). *Renewable Hydrogen Energy: An Overview*, Renewable Hydrogen Technologies, Elsevier.
- Kraytsberg A., Ein-Eli Y. (2014). *Review of advanced materials for proton exchange membrane fuel cells*, Energy & Fuels **28**(12), 7303-7330.
- Vidal-Amaro J.J., Østergaard P.A., Sheinbaum-Pardo C. (2015). *Optimal energy mix for transitioning from fossil fuels to renewable energy sources—The case of the Mexican electricity system*, Applied Energy **150**, 80-96.
- Yuan X.Z.R., Song C., Wang H., Zhang J. (2009). *Electrochemical impedance spectroscopy in PEM fuel cells: fundamentals and applications*. Springer Science & Business Media.
- Zhang J., Wu J., Zhang H. (2013). *PEM fuel cell testing and diagnosis*. Newnes.



## Remoción de ion $\text{Cr}^{6+}$ en efluentes acuosos por medio de un sistema de membranas Quitosano/magnetita/fullerenos

A.F. García-Morales, I. Olvera-Rodríguez, E.A. Elizalde-Peña, R. Nava, J. Ledesma-García, J.A. Rodríguez-Morales\*

Facultad de Ingeniería, Universidad Autónoma de Querétaro, Centro Universitario Cerro de las Campanas, Querétaro, Qro., C.P. 76010, México.

\* Autor de correspondencia: josealberto970@hotmail.com

**Palabras clave:** membrana; quitosano; magnetita; fullereno.

### Introducción

La contaminación por metales pesados ha sido un problema de alto impacto en el medio ambiente y en la salud pública en el mundo (Areco & dos Santos Afonso, 2011). Evaluaciones de calidad de aguas residuales han revelado altos niveles de contaminación por metales pesados debido, especialmente, a la dificultad de regular actividades antropogénicas relacionadas con el desecho de dichos materiales (Adimalla *et al.*, 2019).

Evaluaciones previas de calidad del agua revelaron altos niveles de contaminación por metales pesados debido, especialmente, a la dificultad de regular actividades antropogénicas relacionadas con el desecho de dichos materiales.

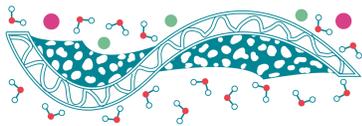
Aunque algunos metales pesados son esenciales para procesos biológicos, también se ha demostrado que una alta concentración en el organismo tiene un efecto citotóxico, lo cual puede causar, desde problemas metabólicos, hasta la muerte. Los más afectados son las personas expuestas a metales como el sodio, potasio, magnesio, calcio, vanadio, hierro, entre otros (Beeson *et al.*, 1999).

Hoy en día la presencia de iones metálicos que resultan de las actividades industriales, como lo es el cromo hexavalente ( $\text{Cr}^{6+}$ ), cuando se desecha sobre los efluentes acuosos y estos llegan a ser consumidos en actividades cotidianas pueden causar desde irritación en la piel hasta cáncer de estómago, es por esta razón que es de vital importancia que desarrollar métodos eficientes para la remoción de metales pesados (OEHHA, 2016).

### ***Recuperación de metales pesados***

En la actualidad existen una amplia variedad de tratamientos de aguas residuales, los cuales pueden ser efectivos para eliminar o remover contaminantes como los sólidos en suspensión, materia orgánica e inorgánica, metales pesados entre otros (Sun-Kou *et al.*, 2014).

Algunos de los métodos más utilizados para la remoción o eliminación de metales en el agua son la precipitación química, adsorción, electro-disposición, ósmosis inversa y filtrado con membranas, este último consiste en promover el paso del líquido a filtrar a través de esta, la cual está sobre un soporte sólido (Caviedes Rubio *et al.*, 2015).



La eficacia de este método depende de la clase de membrana que se esté utilizando, las membranas selectivas son una gran alternativa para usar en estos métodos ya que poseen la capacidad de dejar pasar las partículas que cumplen con ciertas características y las que no las tenga las retiene en su matriz, el motivo por el cual se usa este método es debido a su facilidad de uso y que las condiciones de experimentación las cuales son ambientales el flujo requerido es continuo y no requiere catalizadores para su funcionamiento, en adición es tan versátil que se puede utilizar con otras técnicas (Tuset, 2020).

### ***Justificación***

El quitosano es un material que proviene de la quitina la cual proviene de los exoesqueletos de crustáceos, es por esta razón que este material es el segundo polisacárido en abundancia después de la celulosa (Alzate & Valencia, 2015). La composición del quitosano hace que se un material muy versátil en su uso, uno de los usos más significativos del quitosano es el tratamiento de agua, ya que al ser un producto natural es degradable si llegase a dejar residuos durante el proceso de remoción (Lessa *et al.*, 2018).

La magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) es un mineral que es una combinación de óxidos de  $\text{Fe}^{2+}$  y  $\text{Fe}^{3+}$ . Su aplicación es muy versátil desde el uso médico hasta el tratamiento de agua, la magnetita nano particulada da en adición dos grandes ventajas ya que puede tener una aplicación directa como un agente recolector de los metales por medio de su campo eléctrico y el otro es funcionar como una trampa de iones por su naturaleza paramagnética (Lei *et al.*, 2000).

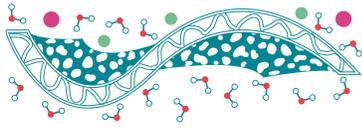
La obtención de nanoestructuras de carbono por medio de tratamientos térmicos es efectiva para la obtención de fullerenos. Una parte de este proyecto es ayudar y dar sustentabilidad a este mismo, es por esta razón que utilizar materia orgánica que puede considerarse como una plaga y que a su vez afecta el medio en el cual esta se desarrolla al removerla y tratarla se ayuda a la conservación de su medio ambiente, tal es el caso del lirio acuático (*Eichornia crassipes*), este se considera una plaga ya que crece desmesuradamente y causa problemas a su ambiente circundante afectando la flora y fauna de su alrededor (Vibrans, 2009).

### ***Objetivo***

Remover  $\text{Cr}^{6+}$  de aguas residuales utilizando un sistema de membranas de quitosano/magnetita/fullereno hasta tener los niveles permitidos de acuerdo a la NOM-001-ECOL-1996 (SEMARNAT, 1996).

### **Materiales y Métodos**

Para obtener el quitosano, se sintetiza por método de precipitación en una solución 0.5 M de NaOH usando como reactivos Quitosano peso molecular medio (Sigma Aldrich), ácido acético 0.4 M, KOH y Glicidilo Metacrilato.



Para la generación de magnetita se utiliza el método de coprecipitación química a partir de las sales de cloruro férrico y sulfato ferroso usando hidróxido de amonio como agente reductor.

Los fullerenos se obtienen mediante un tratamiento térmico calcinando materia orgánica después de un proceso de molienda y tamizado para obtener el tamaño de partícula deseado.

Al tener todos los materiales estos se disuelven en la solución de quitosano dejando que estos se distribuyan homogéneamente por medio de agitación, una vez obtenida la solución se procede a generar las membranas de este material.

## Resultados y Discusión

El agua residual problema que se utilizó proviene de una curtiduría ubicada en ciudad de León, Gto. Los análisis para su caracterización (Tabla 1) se realizaron en el Centro de Servicios Químicos en la ciudad de Querétaro, siendo este un laboratorio certificado.

**Tabla 3.** Caracterización del agua residual de curtiduría previo a tratamiento que se realizó en Servicios Químicos.

Parámetro	Valor
pH	7
Temperatura	24.5 °C
Cr <sup>6+</sup>	15.67 mg/L

Los resultados obtenidos de los análisis se muestran en la Tabla 2, donde además se comparan los valores obtenidos con el Límites Máximo Permissible (LMP) por la NOM-001-ECOL-1996, por lo que se puede evidenciar que el valor analizado está dentro de los LMP de la norma.

**Tabla 4.** Resultado del análisis del agua residual de curtiduría post tratamiento con la membrana Q/M/F.

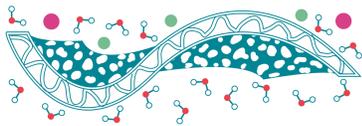
Parámetro	Resultado	LMP
pH	7	-
Temperatura	24.5 °C	-
Cr <sup>6+</sup>	< 0.100 mg/L	0.5 mg/L

## Conclusiones

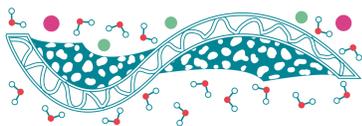
El uso del Sistema de membrana Quitosano/magnetita/fullereno demostró ser un material factible para la remoción de cromo en los efluentes acuosos, ya que al analizar el agua después del proceso, los niveles de Cr están por debajo de los niveles permisibles que marca la norma NOM-001-ECOL-1996.

## Referencias

Adimalla N., Qian H., Wang H. (2019). *Assessment of heavy metal (HM) contamination in agricultural soil lands in northern Telangana, India: an approach of spatial distribution and multivariate statistical analysis*, *Environmental monitoring and assessment* **191**(4), 246.



- Alzate L.F., Cuervo R., Valencia M.E. (2015). *Extracción y caracterización de quitosano fúngico experimental y comercial, como potencial biomaterial para aplicaciones en ingeniería de tejidos*, Revista Iberoamericana de Polímeros **16**(2), 112-124.
- Areco M.M., dos Santos Afonso M. (2011). *Biosorción: un método alternativo para el tratamiento de la contaminación ambiental por metales pesados*. Química y Civilización. Galagovsky L., Argentina, Asociación Química Argentina.
- Beeson D.R., Powell J.M., Lewis M.C. (1999). *Effects of Pollution on Freshwater Organisms*, Water Environment Research **71**(5), 1092-1100.
- Caviedes Rubio D.I., Muñoz Calderón R.A., Perdomo Gualtero A., Rodríguez Acosta D., Sandoval J. (2015). *Tratamientos para la remoción de metales pesados comúnmente presentes en aguas residuales industriales. Una revisión*, Ingeniería y Región **13**, 73-90.
- Lei W., Chua H., Lo W.H., Yu P.H.F., Zhao Y.G., Wong P.K. (2000). *A novel magnetite-immobilized cell process for heavy metal removal from industrial effluent*, Twenty-First Symposium on Biotechnology for Fuels and Chemicals. NJ, Humana Press, 1113-1126.
- Lessa E.F., Nunes M.L., Fajardo A.R. (2018). *Chitosan/waste coffee-grounds composite: An efficient and eco-friendly adsorbent for removal of pharmaceutical contaminants from water*, Carbohydrate Polymers **189**, 257-266
- OEHHA (2016). *Efectos del Cromo Hexavalente Sobre la Salud*, California Office of Environmental Health Hazard Assessment, USA.
- SEMARNAT (1996). *Norma Oficial Mexicana NOM-001-ECOL-1996 Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales*. Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales, México.
- Sun-Kou, M.R., Obregón-Valencia D., Pinedo-Flores Á., Paredes-Doig A.L., Aylas-Orejón J. (2014). *Adsorción de metales pesados empleando carbones activados preparados a partir de semillas de aguaje*, Revista de la sociedad Química del Perú **80**(4), 225-236.
- Tuset S. (2020). *Filtración mediante membranas para el tratamiento aguas residuales*.  
<https://blog.condorchem.com/membranas-tratamiento-aguas-residuales/>
- Vibrans H. (2009). *Eichhornia crassipes (Mart.) Solms Lirio acuático*.  
<http://www.conabio.gob.mx/malezasdemexico/pontederiaceae/eichhornia-crassipes/fichas/ficha.htm>



## Análisis de infrarrojo de una membrana de Q-Ag<sup>+</sup> y Q-NpAg

A.I. Millán-Sánchez, R.M. Gómez-Espinosa\*, R. Natividad-Rangel, R. Romero-Romero

Centro Conjunto de Investigación en Química Sustentable UAEM-UNAM, km 14.5 Carretera Toluca-Atlacomulco, San Cayetano, 50200 Toluca, México.

\* Autor de correspondencia: rosamarigo@gmail.com

**Palabras clave:** Quitosano; infrarrojo; Pearson.

### Introducción

Determinar la presencia de nanopartículas de plata y de iones plata en las membranas de quitosano. La quitina es un polímero natural que se encuentra en los exoesqueletos de crustáceos como el camarón y a partir de este se obtiene el quitosano a través de un proceso químico de N-desacetilación. El quitosano (Q) se compone de 2-acetamido-2-desoxi-  $\beta$ -D-glucosa (N-acetilglucosamina) unida a  $\beta$  (1 $\rightarrow$ 4). Debido a las propiedades funcionales y fisicoquímicas del quitosano, se ha podido identificar diversas aplicaciones que abarcan áreas tan variadas como: alimentación, medicina, agricultura, entre otras (Halleluyah *et al.*, 2016). Las nanopartículas (Np) se consideran aquéllas con un tamaño entre 1 y 100 nm. De acuerdo con la disminución del tamaño, el radio entre el área de superficie y el volumen se incrementa en forma muy importante, lo que lleva a modificaciones significativas en sus propiedades físicas, químicas y biológicas. Los grupos amino (NH) e hidroxilo (OH) del quitosano desempeñan un papel importante en la captación de iones plata (Ag<sup>+</sup>) por un mecanismo de quelación y sorción. Cuando la solución de quitosano está al 2% y se le adicionan NpAg, la solución se vuelve más viscosa, este fenómeno puede estar relacionado con el peso molecular y el estado de quelato del quitosano y los iones de plata, (Cao *et al.*, 2010). La técnica de caracterización de espectroscopia en el infrarrojo permite determinar la presencia de los iones plata en una membrana de quitosano.

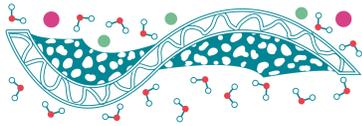
### Materiales y Métodos

#### *Síntesis de membranas de Q-NpAg*

Preparar una disolución de quitosano de marca Aldrich al 1% en ácido acético glacial (AAG) al 2%, el solvente que se utilizará es agua desionizada, a 45 °C en agitación. Se colocará la solución de cajas Petri. Se añadirá 5 mL de AgNO<sub>3</sub> al 1%, posteriormente 4 mL de NaBH<sub>4</sub> 0.1 M. Finalmente se coloca en un horno de secado a 45 °C.

#### *Síntesis de Membranas de Q-Ag<sup>+</sup>*

Preparar una disolución de quitosano de marca Aldrich al 1% en ácido acético glacial (AAG) al 2%, el solvente que se utilizará es agua desionizada, a 45 °C en agitación. Se colocará la solución de cajas Petri. Añadir 5 mL de AgNO<sub>3</sub> al 1%. Finalmente se coloca en un horno de secado a 45 °C.



### Caracterización

La caracterización de las membranas de Q-Ag<sup>+</sup> y Q-NpAg se llevó a cabo por la técnica FT-IR-ATR en un equipo Perkin-Elmer Spectrum TWO acoplado a ATR. Las condiciones fueron 64 escaneos con una ventana de 500 a 4000 cm<sup>-1</sup> y 2 cm<sup>-1</sup> de resolución.

### Resultados y Discusiones

El espectro de infrarrojo nos permitió conocer las diferencias en las membranas Q-Ag<sup>+</sup> y Q-NpAg corroborando las vibraciones presentes en el quitosano, conociendo que los grupos NH presentan vibraciones de flexión, el -OH muestra vibraciones de estiramiento y el enlace glucosídico representa una flexión en el plano. En la Figura 1 se percibe una vibración entre 3500 y 2500 cm<sup>-1</sup> que representan los grupos OH y NH<sub>2</sub> del quitosano, en 1645 a 1546 cm<sup>-1</sup> se encuentra el grupo amino (-NH) y entre la vibración de 1070 y 1012 cm<sup>-1</sup> representa el enlace C-O-C del enlace glucosídico de la molécula de quitosano.

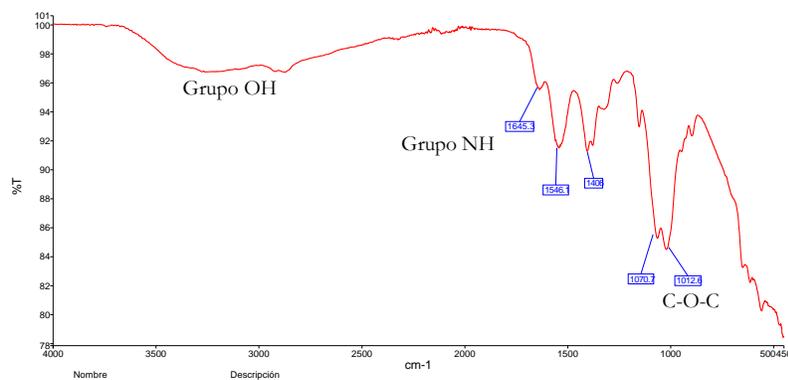


Figura 1. Espectro FT-IR-ATR de Quitosano.

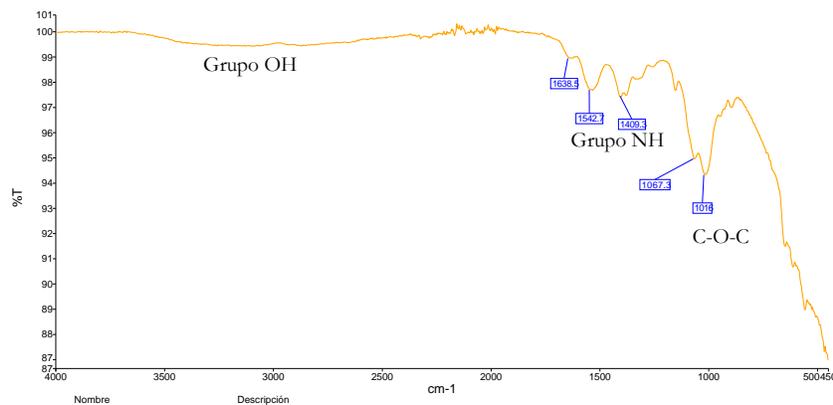


Figura 2. Espectro FT-IR-ATR de Q-NpAg.

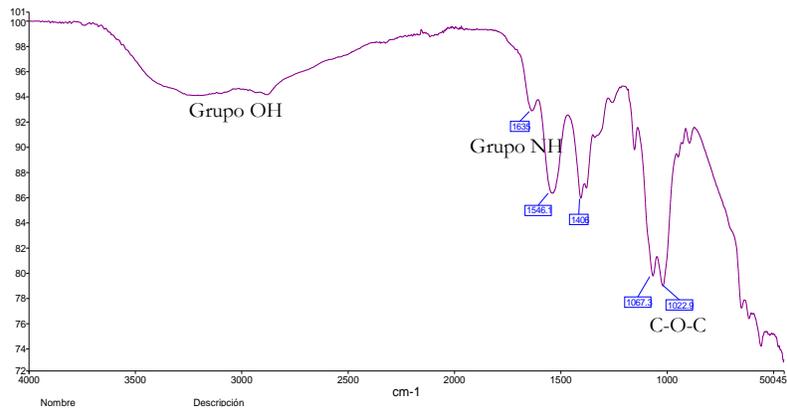
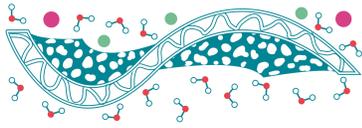


Figura 3. Espectro FT-IR-ATR de Q-Ag<sup>+</sup>.

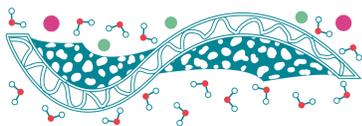
En la Figura 2, la región de 3500 a 2500  $\text{cm}^{-1}$  (OH y  $\text{NH}_2$ ) disminuyen considerablemente su intensidad, se ha atribuido a la interacción de las  $\text{NpAg}$  con dichos grupos. Esto se corrobora a lo largo del espectro observando una menor intensidad en todas las bandas asociadas a los grupos amino e hidroxilo presentes en el quitosano. En cambio en la Figura 3, observamos que en la membrana Q-Ag<sup>+</sup> la interacción es menor con los grupos -OH y - $\text{NH}_2$ , por lo que la intensidad de las señales es mayor con respecto a el espectro de la membrana Q-NpAg, este comportamiento se lo atribuimos a que los iones plata, que son considerados ácidos blandos, en base a la teoría de Pearson, interaccionan en menor manera con los grupos amino e hidroxilo, que son considerados bases duras, conociendo que la teoría de Pearson da información de la predicción del comportamiento de los iones en una reacción química.

## Conclusiones

La técnica de FT-IR-ATR permitió conocer las diferencias en las membranas de Q, Q-Ag<sup>+</sup> y Q-NpAg, corroborando una mayor interacción de la plata cero valente, en las nanopartículas de plata, con los grupos amino e hidroxilo presentes en el quitosano. En cambio, los iones plata corroboran su comportamiento con lo reportado en la teoría de Pearson.

## Referencias

- Cao X.L., Cheng C., Ma Y.L., Zhao C.S. (2010). *Preparation of silver nanoparticles with antimicrobial activities and the researches of their biocompatibilities*, Journal of Materials Science: Materials in Medicine **21**(10), 2861-2868.
- Halleluyah M.P., Sukari A.H., Zaharil A.M.S. (2016). *Chitosan: A promising marine polysaccharide for Biomedical Research*. School of Medical Sciences, University Sains Malaysia, Kubang Kerian. - 16150



## Preparación de membranas porosas de quitosano/sulfato de condroitina (CTS/CS) utilizando el DES ChCl:U como agente porógeno

L.H. Delgado-Rangel<sup>1</sup>, R.L. Ponce-Hernández<sup>1</sup>, J.D. Mota-Morales<sup>2</sup>, J.A. Aviña-Verduzco<sup>1</sup>,  
J.B. González-Campos<sup>1,\*</sup>

<sup>1</sup> Instituto de Investigaciones Químico Biológicas, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Ciudad Universitaria, 58030, Morelia Mich., México

<sup>2</sup> Centro de Física Aplicada y Tecnología Avanzada, Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM) Unidad Querétaro, Querétaro 76230, México.

\* Autor de correspondencia: jeny\_mor@yahoo.com.mx

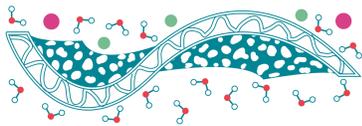
**Palabras clave:** DES; Quitosano; sulfato de condroitina; cloruro de colina; urea.

### Introducción

El quitosano (CTS) y el sulfato de condroitina (CS) son biopolímeros con aplicaciones en biomedicina e ingeniería de tejidos. Ambos biopolímeros han sido procesados en diferentes formas de manera individual o como materiales compuestos, tal es el caso de hidrogeles, membranas, colecciones de nanofibras y estructuras porosas, no obstante, su procesamiento dista de ser algo trivial. En particular, la generación de materiales porosos de quitosano es de amplio interés debido a que la arquitectura resultante puede llevar a una gran variedad de aplicaciones, no obstante, para su obtención se ha reportado el uso de disolventes como el ácido trifloro acético o el ácido fluorhídrico, además del uso de técnicas como la liofilización para la obtención de poros, lo que representan rutas de procesamiento poco amigables económica y ambientalmente hablando (Ruping *et al.*, 2008; Sung *et al.*, 2009; Young *et al.*, 2004; Zhending *et al.*, 2008). Como alternativa, la presente investigación propone la implementación de la metodología tipo EIPS (separación de fase inducida por evaporación), utilizando como no-solvente un disolvente eutéctico profundo (DES) constituido por cloruro de colina y urea (ChCl:U). La metodología implementada resulta sencilla, de bajo costo y poco riesgo para el experimentador, además de ser muy versátil ya que es posible obtener diferentes tamaños de poro. Aun cuando la metodología ya ha sido estandarizada dentro de nuestro grupo de trabajo, la incorporación de CS es algo nuevo con lo cual se busca mejorar algunas cualidades del material, como pueden ser la adhesión celular y la biocompatibilidad. Por lo que en este caso se presenta el uso de una combinación de quitosano con sulfato de condroitina para la obtención de membranas porosas utilizando el DES ChCl:U.

### Materiales y Métodos

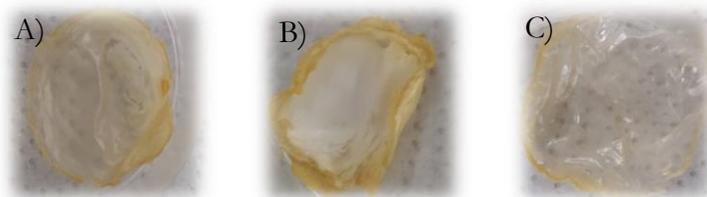
Se prepararon: una disolución de CTS al 2% p/v, una disolución de ácido acético al 40% v/v, y una disolución de CS al 2% p/v en agua destilada. Con las disoluciones anteriores se preparó una mezcla CTS/CS en proporción volumétrica 1:1. Estas disoluciones cumplen la función de sistema polímero/buen solvente. La metodología EIPS es un proceso que consta de tres etapas: 1) mezcla de soluciones de CTS/CS con ChCl:U, 2) evaporación de disolvente acuoso a 60 °C y 3) extracción del ChCl:U con un co-disolvente. Para este caso se usaron diferentes proporciones volumétricas de la



mezcla de los polímeros con respecto al DES, para lo cual se usaron en proporción 1:1, 2:1 y 3:1. La caracterización de las estructuras resultantes se realizó mediante microscopía electrónica de barrido por emisión de campo (FESEM).

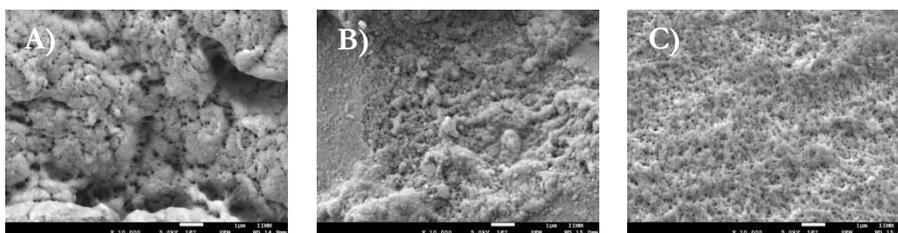
## Resultados y Discusiones

A partir de la implementación de la técnica EIPS empleando la combinación CTS/CS, se obtuvieron membranas de las tres combinaciones de la mezcla polimérica con el DES, las películas presentan un color amarillo transparente y son ligeramente flexibles (Figura 1).



**Figura 1.** Membranas producidas mediante el proceso EIPS de las diferentes proporciones CTS/CS: ChCl:U, A) 1:1, B) 2:1 y C) 3:1.

El análisis FESEM muestra que en los tres casos se presenta porosidad, observando un aumento en la cantidad de los poros al disminuir la proporción de ChCl:U (Figura 2), y poros de mayores dimensiones cuando se usa una mayor proporción de ChCl:U.



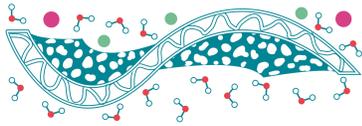
**Figura 2.** Imágenes FESEM de las membranas, A) combinación CTS/CS: ChCl:U en proporción 1:1, B) combinación CTS/CS: ChCl:U en proporción 2:1 y C) combinación CTS/CS: ChCl:U en proporción 3:1.

## Conclusiones

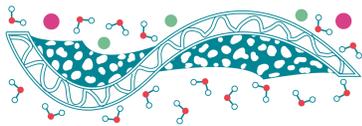
Se obtuvieron membranas porosas de la combinación CTS/CS utilizando la metodología EIPS previamente estandarizada con CTS, siendo este el comienzo para ampliar la investigación y buscar obtener poros de mayores dimensiones, con lo que sea posible favorecer el cultivo de células en 3D.

## Referencias

Ruping L., Hongzhen P., Jianding Q. (2008). *Fabrication, characterization, and application of potentiometric immunosensor based on biocompatible and controllable three-dimensional porous chitosan membranes*, Journal of Colloid and Interface Science **320**, 125-131.



- Sung-Wook C., Jingwei X., Younan X. (2009). *Chitosan-Based Inverse Opals: Three-Dimensional Scaffolds with Uniform Pore Structures for Cell Culture*, Advanced Materials **21**, 2997-3001.
- Young Y. Won H.P., Bub M.K., Byung-Moo M. (2004). *Effects of PVA sponge containing chitooligosaccharide in the early stage of wound healing*, Journal of Materials Science: Materials in Medicine **15**, 297-301.
- Zhending S., Bofeng Z., Chenrui J., Qingling F., Yingxin X.(2008). *Preparation and in vitro degradation of porous three-dimensional silk fibroin/ chitosan scaffold*, Polymer Degradation and Stability **93**, 1316-1322.



## Obtención y caracterización de un cátodo soportado en una membrana de PPy con paladio depositado por reducción autocatalítica para la posible aplicación a una PEM

**E. Mondragón Zarza, C. Hernández Tenorio\***

Tecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Toluca  
Av. Tecnológico s/n, Col. Agrícola Bellavista, Metepec, Edo. México, CP 52149.

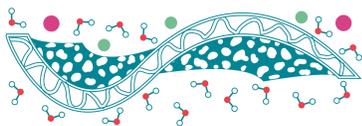
\* Autor de correspondencia: chernandezt@toluca.tecnm.mx

**Palabras clave:** Polipirrol (PPy); Síntesis electroquímica; Deposición; Paladio (Pd); Cátodo.

### Introducción

La creciente demanda de energía y el reconocimiento de los efectos del clima cambiante resultante del uso de combustibles fósiles requieren un cambio en el uso de las fuentes de energía. Al mismo tiempo la inminente escasez de los combustibles fósiles, indican la importancia de diversificar las fuentes de energía. La energía renovable se puede aprovechar de diferentes fuentes: energía solar, eólica, geotérmica, de biomasa, hidroeléctrica, de mareas, de olas y marina. En los últimos años, se ha prestado especial atención a las celdas de combustible como fuentes limpias de energía (Wilkinson *et al.*, 2009).

Desde el descubrimiento de las celdas de combustible de membrana de intercambio protónico se han empleado electrodos (ánodo y cátodo) de platino por su alta eficiencia y conductividad, desde entonces se ha tratado de reducir la utilización del catalizador de platino por su alto costo (Barbir, 2013). En el trabajo de (Senoo *et al.*, 2014) se desarrolló un cátodo para aplicaciones de celdas de combustible con nanopartículas de SnO<sub>2</sub> dopadas con Nb y cargado con nanopartículas de Pt, obteniendo una conductividad eléctrica a 25 °C de 0.013 S/cm, comparada con la conductividad eléctrica de un electrodo comercial de Pt soportado en carbón negro (Pt/CB) de 14 S/cm. También encontraron que la reacción de reducción de oxígeno en su cátodo aumentó, al aumentar la conductividad eléctrica. En el trabajo de (Kakinuma *et al.*, 2011), sintetizaron un catalizador de Pt soportado en partículas de nitruro de titanio de tamaño nanométrico (Pt/TiN) por el método de la nanocápsula. El soporte de nitruro de titanio (TiN), fue sintetizado por el método de plasma de radiofrecuencia (RF) y tuvo una alta conductividad eléctrica de hasta 850 S/cm a temperatura ambiente, por lo que concluyeron que podría ser un buen material de soporte para el cátodo de la celda de combustible de electrolito de polímero (PEFC). Actualmente, en las celdas de combustible de membrana de intercambio protónico, se busca desarrollar cátodos con materiales más económicos que puedan reemplazar el uso del platino, proporcionando una eficiencia y rendimiento mayor o igual a los cátodos empleados actualmente. El objetivo de este trabajo se basa en la obtención y caracterización de un cátodo para la aplicación a una PEM, empleando como soporte del cátodo una membrana polimérica de PPy sintetizada electroquímicamente con deposición de partículas de Pd y caracterizada mediante las técnicas de microscopía electrónica de barrido (SEM), análisis elemental EDS, espectroscopía de infrarrojo con



transformada de Fourier (FTIR), análisis de conductividad eléctrica y medición del espesor de los cátodos.

## **Materiales y Métodos**

### ***Materiales***

El pirrol (Py) se adquirió de Sigma-Aldrich, 98% de pureza, el sulfato de sodio de Fermont, 99.8% de pureza, el cloruro de estaño ( $\text{SnCl}_2$ ) de Sigma-Aldrich, 98% de pureza, nitrato de paladio ( $\text{Pd}(\text{NO}_3)_2$ ) en solución de Sigma-Aldrich, 99.99% de pureza, el ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) de Sigma-Aldrich, concentración al 55%, Se utilizó agua desionizada a lo largo de este estudio. Otros productos químicos eran de grado reactivo de laboratorio y se usaron sin purificación adicional.

### ***Síntesis de la membrana para el cátodo***

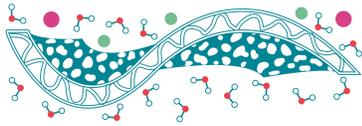
Se preparó una solución 0.1 M de pirrol ( $\text{C}_4\text{H}_5\text{N}$ ), 0.1 M de sulfato de sodio ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) y se aforó con agua desionizada hasta 100 ml. La solución fue llevada a agitación para conseguir su homogeneidad. La síntesis electroquímica de la membrana fue durante 120 min y se realizó en un reactor cilíndrico de tubo pyrex, con electrodos circulares de acero inoxidable de 6 cm de diámetro y 0.5 cm de espesor, la separación entre electrodos de 5 mm. Se aplicó un potencial eléctrico de 1.2 a 2.5 V con una densidad de corriente al electrodo de  $40 \text{ mA/cm}^2$  durante 120 minutos. La membrana obtenida se enjuagó con abundante agua desionizada para eliminar oligómeros residuales.

### ***Deposición de las partículas de paladio en las membranas de PPy***

Se llevó a cabo el proceso de sensibilización de las membranas de PPy durante 1 min con una solución de 0.3 g de cloruro de estaño y 2.11 ml de ácido clorhídrico (HCl) y se aforó con agua desionizada hasta 100 ml. La deposición del catalizador de paladio se llevó a cabo por reducción autocatalítica; se preparó una solución de 0.009 ml de nitrato de paladio ( $\text{Pd}(\text{NO}_3)_2$ ), 0.5 M de ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) y se aforó en 10 ml agua desionizada. Los tiempos de deposición fueron de 5 y 30 min. Posteriormente se llevó a cabo la eliminación del Sn, para esto se usó 2.11 ml de HCl la cual se aforó con 100 ml agua desionizada durante 2 minutos. Seguidamente la membrana se enjuagó con abundante agua desionizada.

### ***Caracterización***

La morfología del cátodo fue analizada mediante el microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-6610LV, la muestra fue fijada en una cinta de cobre aplicando un voltaje de 20 kV, con electrones secundarios a magnificaciones de  $\times 1000$  y  $\times 5000$ , con este mismo equipo se realizó el análisis EDS de los elementos químicos contenidos en las muestras. En la espectroscopia de infrarrojo se empleó un equipo FTIR marca AGILENT modelo VARIAN 640-IR en un rango de longitud de onda de  $4000$  a  $500 \text{ cm}^{-1}$ . La conductividad eléctrica, fue calculada mediante la medición de la resistencia

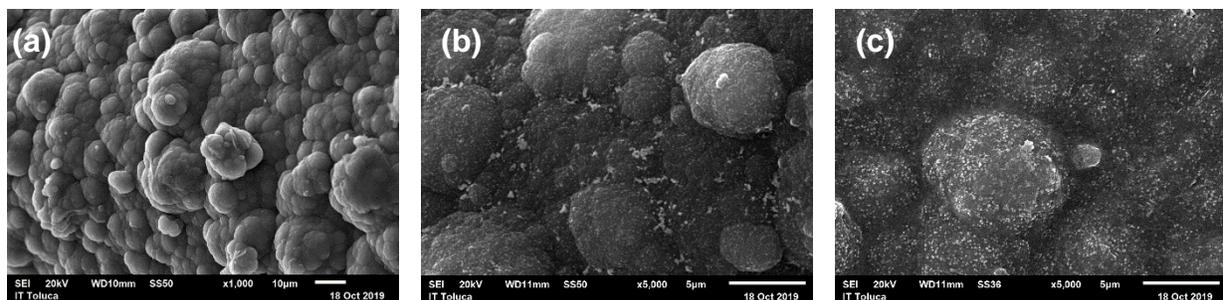


eléctrica por un dispositivo de placas paralelas con ayuda de un multímetro Steren modelo IEC61010-1. El espesor de los cátodos se midió con un comparador de caratula Mitutoyo.

## Resultados y Discusiones

### *Análisis de la morfología mediante microscopía electrónica de barrido (SEM)*

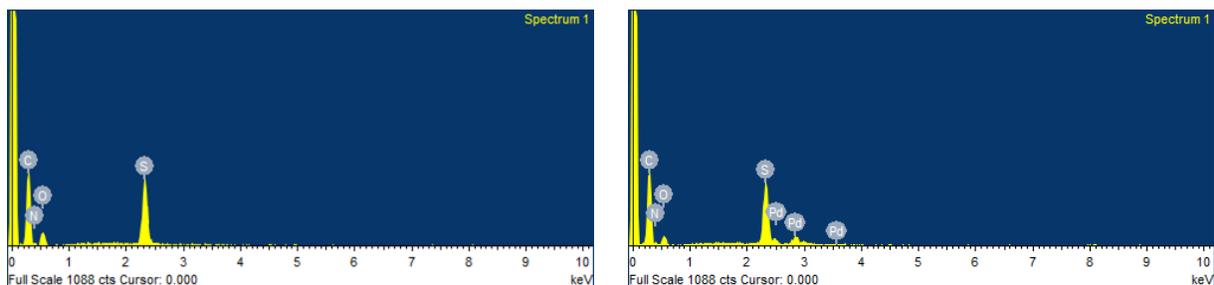
La morfología de la membrana de PPy y de los cátodos de PPy/Pd fue caracterizada por SEM con electrones secundarios. En la micrografía de la Figura 1(a), (b) y (c) se observan partículas aglomeradas tipo coliflor, constituidas de pequeñas partículas semigranuladas (Hernández de la Cruz *et al.*, 2018; Hernández-Tenorio *et al.*, 2018). En la Figura 1(b) se observa la presencia de pequeñas partículas brillantes blancas de Pd depositadas y distribuidas sobre la superficie del polímero. Asimismo, en la Figura 1(c) se visualiza una mayor presencia de partículas brillantes blancas de Pd distribuidas uniformemente sobre toda la superficie en comparación con la Figura 1(b) (Mourato *et al.*, 2010; Vasilyeva *et al.*, 2008; Yun *et al.*, 2012; Mangold *et al.*, 2004).



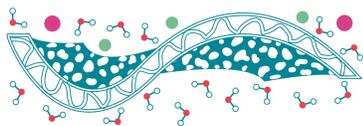
**Figura 1.** Micrografías de a) Membrana de PPy, b) Cátodo de PPy/Pd con 5 min de deposición de Pd y c) Cátodo de PPy/Pd con 30 min de deposición de Pd.

### *Análisis elemental (EDS)*

A continuación, se presenta el espectro EDS obtenido del análisis de la membrana de PPy y de los cátodos de PPy/Pd.



**Figura 2.** Espectros EDS a) Membrana de PPy, b) Cátodos de PPy/Pd.



En la Tabla 1 se presenta un resumen de los elementos presentes obtenido del análisis EDS de la membrana de PPy y de los cátodos de PPy/Pd.

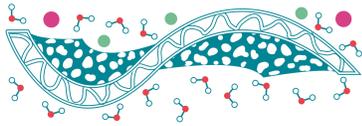
**Tabla 1.** Elementos químicos presentes en la membrana de PPy y los cátodos de PPy/Pd.

Compuesto	Tiempo deposición (minutos)	%Atómico C	%Atómico N	%Atómico O	%Atómico S	%Atómico Pd
a) PPy	---	52.37	25.59	17.42	4.59	---
b) PPy/Pd	5	54.50	25.62	15.46	4.31	0.11
c) PPy/Pd	30	53.05	25.62	16.27	4.86	0.20

La membrana de PPy y los cátodos de PPy/Pd están conformados de grandes cantidades de carbono, seguido de oxígeno, nitrógeno, y azufre en menor cantidad. La presencia de carbón y nitrógeno corresponde a la composición de la molécula de pirrol ( $C_4H_5N$ ), y el oxígeno posiblemente corresponde a los radicales liberados de la interacción plasma-líquido, la presencia de azufre en la membrana se debe a la solución electrolítica donde se utilizó sulfato de sodio ( $Na_2SO_4$ ) para crear el medio conductor de iones en la síntesis electroquímica. La concentración de Pd en los cátodos aumentó progresivamente conforme aumentó el tiempo de deposición, siendo el cátodo con tiempo de deposición de 30 min el que presentó la mayor concentración de Pd con 0.20 de % atómico.

### ***Espectroscopía de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR)***

La Figura 3 muestra los espectros infrarrojos de los compuestos de polipirrol antes y después de la deposición de Pd. El número de onda  $3400\text{ cm}^{-1}$  corresponde a las vibraciones del grupo funcional anhídrido (N-H), sin embargo, la ausencia del grupo N-H en a), b) y c), sugiere una deshidrogenación parcial de los anillos de pirrol, lo que puede originar aminas terciarias, si la posición dejada por el hidrógeno se llegase a unir a otro anillo de pirrol. Este tipo de aminas puede ser indicio del entrecruzamiento en el polímero (Gómez *et al.*, 2012). La vibración encontrada en  $2909\text{ cm}^{-1}$  en los espectros corresponde a la absorción C-H de la ruptura del anillo pirrólico. También se presentó la absorción en  $2360\text{ cm}^{-1}$  que son asociadas a vibraciones de dobles enlaces, que se podrían presentar en diferentes combinaciones entre C, N y O ( $N=C=C$ ,  $O=C=C$ ,  $C=C=C$ ) (Hernández-Tenorio *et al.*, 2018; González *et al.*, 2012). Los enlaces dobles individuales como  $C=O$ ,  $C=C$  y  $C=N$  pueden estar asociados con la absorción centrada en el intervalo de  $1660\text{ cm}^{-1}$  (Gómez *et al.*, 2012). Todos estos enlaces múltiples son indicación de la oxidación o deshidrogenación de los polímeros durante la síntesis electroquímica. Por otro lado, la absorción en  $1520\text{ cm}^{-1}$  es responsable del estiramiento del enlace doble  $C=C$  presente en la estructura del pirrol. Por otro lado, la absorción de  $1260\text{ cm}^{-1}$  se



asocia a enlaces C-N, C-C, la absorción en  $1130\text{ cm}^{-1}$ , corresponde al estiramiento del enlace C-H en diferentes modos de la estructura conjugada del pirrol (Gómez *et al.*, 2012).

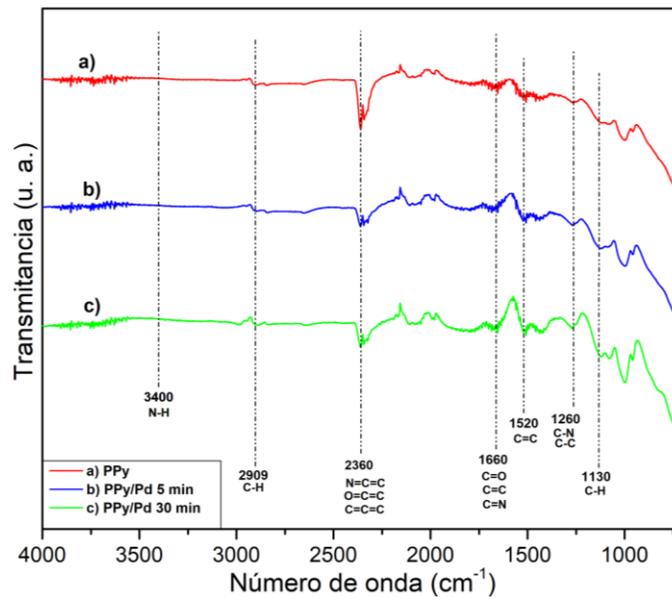


Figura 3. Espectro IR de las membranas a) PPy, b) PPy/Pd 5 min y c) PPy/Pd 30 min.

### Análisis de la conductividad eléctrica

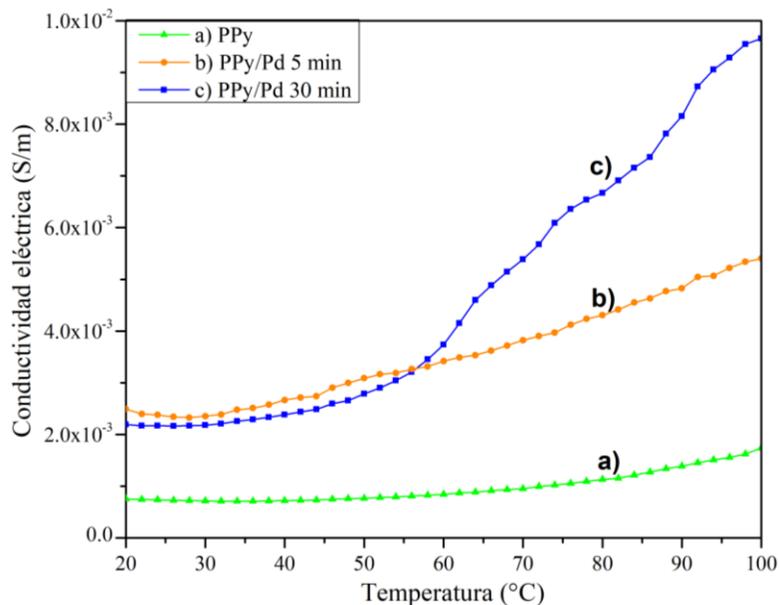
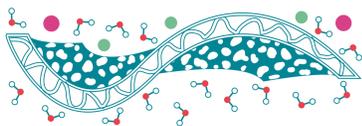


Figura 4. Conductividad eléctrica en función de la temperatura durante la etapa de calentamiento a) PPy, b) PPy/Pd 5 min y c) PPy/Pd 30 min.



Se midió la resistencia eléctrica de los cátodos al estimularlos con la variación de la temperatura de 20 a 100 °C. La conductividad eléctrica se calculó a partir de la resistencia eléctrica del material utilizando la ecuación  $\sigma=L/RA$ . En la Figura 4 se muestra el comportamiento de la conductividad eléctrica de los cátodos, al incrementar la temperatura. Los cátodos presentaron una conductividad que oscilaba entre 0.0024 S/cm y 0.0096 S/cm, este incremento se debe a un mayor tiempo de deposición de partículas de Pd.

El cátodo de PPy/Pd con 30 min de deposición de Pd, alcanzó la mayor conductividad (a 20 °C presentó la conductividad de 0.0021 S/cm y a 100 °C la conductividad de 0.0096 S/cm), este mostró un incremento de conductividad durante el aumento de la temperatura, por otro lado, el cátodo de PPy/Pd 5 min presentó una conductividad poco más baja (a 20 °C presentó la conductividad de 0.0024 S/cm y a 100 °C la conductividad de 0.0054 S/cm). Los cátodos presentaron un comportamiento de material semiconductor, ya que conforme aumentaba la temperatura aumentaba su conductividad, sin embargo, la conductividad fue menor a la conductividad de 0.013 S/cm reportada en el trabajo de (Senoo *et al.*, 2014).

#### ***Análisis del espesor de los cátodos***

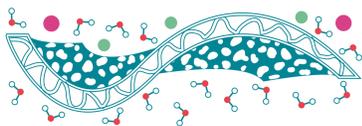
El espesor de los cátodos de PPy/Pd se determinó realizando medidas en diferentes puntos con el comparador de carátula LAKE FORESTIL 60045. El espesor de los cátodos de PPy/Pd fue constante siendo de 25.4  $\mu\text{m}$ .

### **Conclusiones**

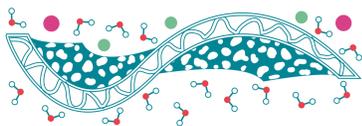
Se obtuvieron los cátodos soportados en una membrana de PPy, con tiempos de deposición de partículas de paladio de 5 y 30 min. Los resultados del análisis SEM y EDS confirmaron la presencia de partículas de Pd y de los elementos químicos presentes en la estructura del PPy, además de una morfología tipo coliflor. La concentración de Pd en los cátodos aumentó progresivamente conforme aumentaba el tiempo de deposición y el cátodo de PPy/Pd 30 minutos presentó la mayor concentración de partículas de Pd. El análisis FTIR permitió comprobar la presencia de los principales grupos funcionales del PPy (N-H, C-H, C-N, C=C), en la estructura del polímero. El aumento de la conductividad en los cátodos se atribuye a una mayor concentración de partículas de Pd depositadas en la superficie de las membranas de PPy. Los cátodos de PPy/Pd 5 min, y PPy/Pd 30 min tuvieron el comportamiento de un material semiconductor, ya que al incrementar la temperatura aumentó su conductividad, siendo el cátodo de PPy/Pd 30 min el que presentó la conductividad eléctrica de 0.0096 S/cm.

### **Referencias**

Barbir F. (2013). *PEM fuel cells: theory and practice*. Nueva York, Academic Press.



- Gómez L.M., Olayo M.G., Cruz G.J., López-Gracia O.G., González-Torres M., De Jesús C., González-Salgado F. (2012). *Effect of energy in the size of pyrrole-derived particles synthesized by plasma*, Superficies y vacío **25**(2), 88-91.
- González-Torres M., Cruz G.J., Olayo M.G., Gómez L.M., López O.G., Sánchez-Mendieta V., De Jesús C. (2012). *Plasma copolymerization of pyrrole and ethylenglycol to obtain porous polymers*, Superficies y vacío **25**(3), 179-182.
- Hernández de la Cruz T., Hernández Tenorio C., Villanueva Castañeda M., Moreno Saavedra H.M., Pacheco Sánchez J.H. (2018). *Effects produced by sodium dodecyl sulfate (SDS) surfactant on polypyrrole film electrochemically synthesized and doped with glow discharge plasma*, MRS Advances **3**(63), 3839-3846.
- Hernández-Tenorio C., Villanueva-Castañeda M., Balderas-Gutiérrez J.N., Moreno-Saavedra H., Pacheco-Sánchez J.H. (2018). *Electrochemical synthesis of polypyrrole films doped with iodine by luminescent discharge plasma*, MRS Advances **3**(63), 3847-3852.
- Kakinuma K., Wakasugi Y., Uchida M., Kamino T., Uchida H., Watanabe M. (2011). *Electrochemical activity and durability of platinum catalysts supported on nanometer-size titanium nitride particles for polymer electrolyte fuel cells*. Electrochemistry **79**(5), 399-403.
- Mangold K.M., Meik F., Jüttner K. (2004). *Polypyrrole/palladium composites for the electrocatalyzed Heck reaction*, Synthetic metals **144**(3), 221-227.
- Mourato A., Cabrita J.F., Ferraria A.M., do Rego A.M.B., Abrantes L.M. (2010). *Electrocatalytic activity of polypyrrole films incorporating palladium particles*, Catalysis Today **158**(1-2), 2-11.
- Senoo Y., Kakinuma K., Uchida M., Uchida H., Deki S., Watanabe M. (2014). *Improvements in electrical and electrochemical properties of Nb-doped SnO<sub>2-δ</sub> supports for fuel cell cathodes due to aggregation and Pt loading*. RSC Advances **4**(61), 32180-32188.
- Vasilyeva S.V., Vorotyntsev M.A., Bezverkhy I., Lesniewska E., Heintz O., Chassagnon R. (2008). *Synthesis and characterization of palladium nanoparticle/polypyrrole composites*, The Journal of Physical Chemistry C **112**(50), 19878-19885.
- Wilkinson D.P., Zhang J., Hui R., Fergus J., Li X. (2009). *Proton exchange membrane fuel cells: materials properties and performance*. Nueva York, CRC Press.
- Yun S., Lim H., Oyama S.T. (2012). *Experimental and kinetic studies of the ethanol steam reforming reaction equipped with ultrathin Pd and Pd-Cu membranes for improved conversion and hydrogen yield*, Journal of Membrane Science **409**, 222-231.



## Preparación de materiales compuestos a partir de PANi/Pluma de pollo a distintas concentraciones de ácido sulfúrico

J.L. Chong-Gonzalez<sup>1\*</sup>, C.M. De León Almazán<sup>2</sup>, J.L. Rivera-Armenta<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Tecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Ciudad Madero, Altamira, Tamaulipas. México.

<sup>2</sup> Magnekon Operaciones. S.A. de C.V. San Nicolas de los Garza, Nuevo León.

\* Autor de correspondencia: chong\_1950@hotmail.com

**Palabras clave:** PANi; Queratina; Propiedades conductoras.

### Introducción

En las últimas décadas, los trabajos de investigación se han desplazado hacia el campo de los materiales compuestos. Existe gran interés en el uso de polímeros conductores como la polianilina (PANi) por sus propiedades eléctricas, electroquímicas y ópticas; dichas propiedades le permiten tener atractivas aplicaciones en dispositivos electrónicos, sensores, celdas fotoquímicas, baterías recargables, entre otros (Martins *et al.*, 2008).

Las plumas de pollo provocan un problema de contaminación ambiental y potencial riesgo a la salud al no tener una utilidad posterior. La queratina presente en las plumas es un biopolímero de propiedades físicas y mecánicas excepcionales (Castillo-Castillo *et al.*, 2018). El uso de polímeros de origen natural como rellenos en materiales compuestos está convirtiéndose actualmente en una tendencia por la urgencia de disminuir el uso de materiales sintéticos.

### Objetivo

Obtener material compuesto a partir de PANi/Pluma de pollo y evaluar sus propiedades.

### Materiales y Métodos

La metodología empleada para la síntesis del compuesto PANi/Pluma de pollo y consiste en la adaptación de metodología reportada anteriormente en literatura (De León-Almazan *et al.*, 2018). La disolución de la pluma en ácido sulfúrico a distintas concentraciones. El procedimiento posterior para la reacción química, lavado y secado es el mismo que reportado anteriormente.

### Resultados y Discusiones

La disolución de la pluma de pollo y posterior síntesis con PANi se realizó exitosamente, así como lo muestra la Figura 1, donde se puede observar los cambios de coloración de la PANi a durante la reacción.

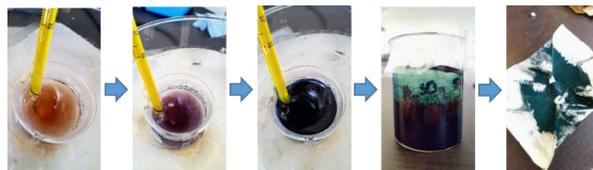
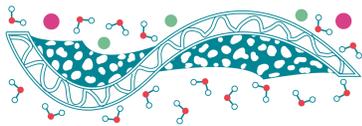


Figura 2. Cambios de coloración durante la reacción que muestra los distintos estados de oxidación de la PAni.

La síntesis con de PAni/Pluma de pollo se llevó a cabo a 3 concentraciones distintas de ácido sulfúrico además de una síntesis de PAni a 1 M. En la Figura 2 se muestran los resultados de la espectrografía Raman de cada muestra.

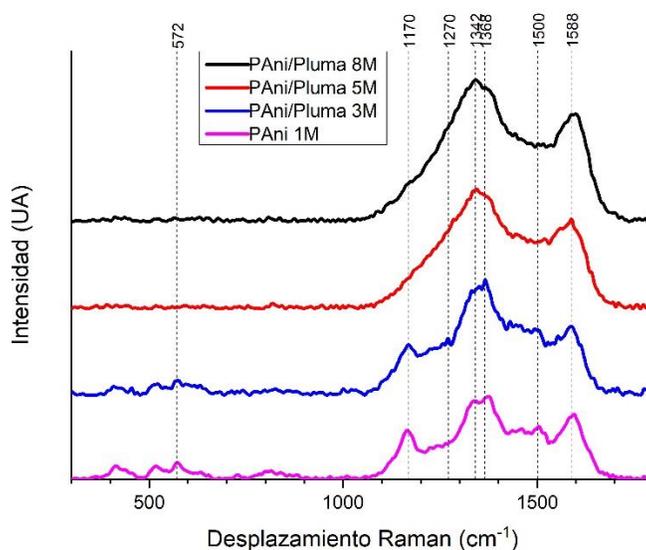
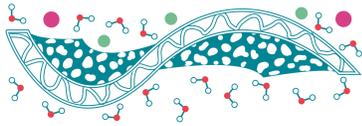


Figura 3. Comparación de los espectros Raman, se señalan picos más significativos de cada una de las síntesis preparadas.

## Conclusiones

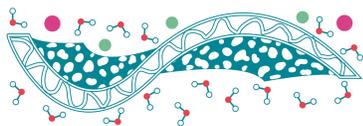
El espectro Raman muestra la presencia de picos característicos de la PAni como son 2 bandas cercanas a  $1588\text{ cm}^{-1}$  y  $1500\text{ cm}^{-1}$  atribuidas a estiramientos de los enlaces C=C aromáticos presentes en las estructuras bencenoide y quinoide. Así mismo, se identifica una señal a  $1342\text{ cm}^{-1}$  asociada al enlace C~N<sup>+</sup>, característico de los polarones deslocalizados de la forma emeraldina de la PAni (De León-Almazan *et al.*, 2018) y una señal a  $1160\text{ cm}^{-1}$  que se relaciona con la presencia de enlaces C-H.

La confirmación de la síntesis de PAni en presencia de pluma de pollo permite elegir la concentración de ácido sulfúrico a usar siendo 3 M, ya que una concentración menor de ácido no se logra solubilizar la pluma a temperatura ambiente.



## Referencias

- Castillo-Castillo C., Salazar-Cruz B.A., Rivera-Armenta J.L., Chávez-Cinco M.Y., Méndez-Hernández M.L., Estrada-Moreno I.A., Lara Cenicerros T.E. (2018). *Evaluation of Elastomeric Composites Reinforced with Chicken Feathers*, Futuristic Composites. Singapore, Springer, 297-318.
- De León-Almazan C.M., Estrada-Moreno I.A., Páramo-García U., Rivera-Armenta J.L. (2018). *Polyaniline/clay nanocomposites. A comparative approach on the doping acid and the clay spacing technique*, Synthetic Metals **236**, 61-67.
- Martins C.R., Rubinger C.P.L., Costa L.C., Rubinger R.M. (2008). *Dielectric properties of ternary melt processed blends*, Journal of Non-Crystalline Solids **354**(47-51), 5323-5325.



## Synthesis and characterization of a novel functionalized crosslinked polysiloxane for proton exchange membrane fuel cell

G.M. González Guerra<sup>1\*</sup>, M.A. Alatorre Ordaz<sup>1</sup>, G. González García<sup>1</sup>, J.S. Jaime Ferrer<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Universidad de Guanajuato, Depto. de Química, Noria Alta s/n, col. Noria Alta, C. P. 36050, Guanajuato, México.

<sup>2</sup> CIATEC, AC. Omega 201, col. Industrial delta, C.P. 37545, León, Gto, México

\* Corresponding author: gm.gonzalezguerra@ugto.mx

**Keywords:** Fuel cell; silicon-containing polymer; cationic exchange membrane

### Introduction

Fuel cells (FC) as direct energy converters find wide application in the use of ion exchange membranes. Proton exchange membrane (PEM) based FC are the most studied at low temperature. However, serious problems occurred with most commonly used membranes, such as: Nafion®, Aciplex® and Dow®, (Ying *et al.*, 2008) such as thermal and mechanical instability and ionic conductivity decrease, beside high costs of production due to catalysts as Pt. Looking for alternative membrane materials with lower production cost and easy access (Senoh *et al.*, 2008), this work presents the new synthesis and characterization of functionalized siloxane polymer with potential application as PEM in FC for their increased thermo-mechanical properties.

### Material and Methods

The preparation of functionalized polysiloxane material (fPSA) was carried using SiPhCl<sub>3</sub>, SiPh<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> and SiPh<sub>3</sub>Cl, (all of them 99%) as precursors, Tetrahydrofuran (anhydrous), methanol (99%) and distilled water as solvents and HSO<sub>3</sub>Cl (99%) for electrophilic substitution. All chemicals were supplied by Sigma Aldrich.

In a three-neck round bottom flask previously purged with nitrogen, 0.97 g of SiPhCl<sub>3</sub>, 5g of SiPh<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> and 0.56 g of SiPh<sub>3</sub>Cl (1:6:1) were firstly dissolved in 90 mL THF and agitated vigorously for 10 minutes. 85 mL distilled water is then added and the solution is maintained under agitation and reflux of nitrogen at 65°C for different times (2, 12 and 24 hours). The polysiloxane (PS) was then dried for 2 hours under vacuum extractor at 75 °C. In a beaker, PS was slowly dissolved in chloroform under agitation during 10 minutes. Functionalization was then carried out introducing HSO<sub>3</sub>Cl (1:1) previously dissolved in chloroform, drop by drop for 30 minutes under agitation. Resulting solution was maintained under reflux for 2h at 45 °C, and finally the solvent was extracted and the sulfonated polysiloxane material (SPS) dried under vacuum at 65 °C.

PS and SPS were further characterized through <sup>1</sup>H, <sup>13</sup>C and <sup>29</sup>Si liquids NMR, <sup>29</sup>Si solid NMR, FTIR-ATR, ATG-DSC, water uptake and cyclic voltammetry.

### Results and Discussion

<sup>29</sup>Si RMN revealed the crosslinking progress of chlorosilanes units (Figure 1), associated with the increasing water uptake of resulting PS (19%, 75% and 71% at 2, 12 and 24 h).

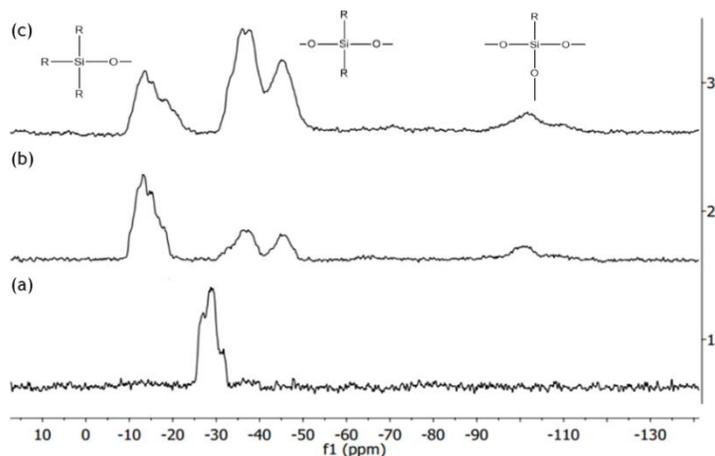
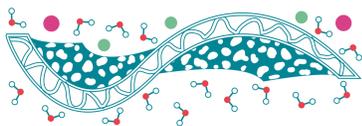


Figure 1. PS  $^{29}\text{Si}$  solid RMN spectra at 2h (a), 12h (b) and 24h (c) reflux times.

FTIR-ATR of SPS revealed the characteristic sulfonic group peaks at  $1284$  and  $1017\text{ cm}^{-1}$ , confirming the correct functionalization of polysiloxane. The voltammetric response of platinum electrode surface modified with SPS material compared with Nafion revealed an intermediate behaviour (Figure 2).

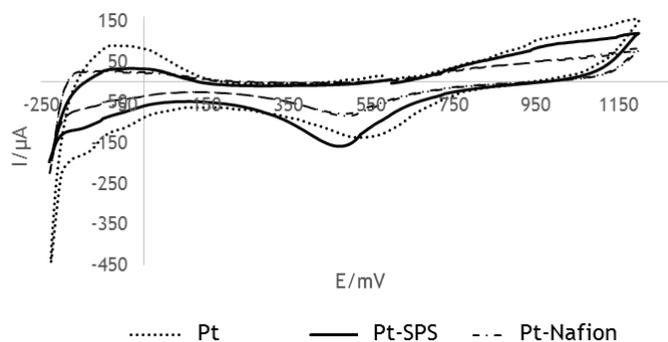


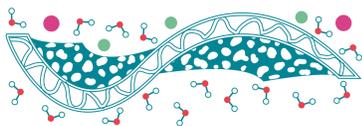
Figure 2. Voltammetry of  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.5 M on Pt electrode obtained under stationary conditions at voltage scan rates of  $100\text{ mV/S}$  at  $25\text{ }^\circ\text{C}$ .

## Conclusions

Functionalized crosslinked polysiloxane was prepared via crosslinking and sulfonation. The crosslink and water uptake increased with reflux time during first step.

## References

- Senoh H., Siroma Z., Fujiwara N., Yasuda K. (2008). *A fundamental study on electrochemical hydrogen generation from borohydrides*, *Journal of Power Sources* **185**(1), 1-5.
- Ying X., Jun F., Qing H.Z., Qing L.L. (2008). *Preparation and characterization of cross-linked quaternized poly (vinylalcohol) membranes for anion exchange membrane fuel cells*, *Journal of Membrane Science* **378**, 73-84.



## Funcionalización post-electrohilado de membranas de CTS con colágeno

A. Pérez Nava<sup>1</sup>, J.D. Mota Morales<sup>2</sup>, J.B. González Campos<sup>1,\*</sup>

<sup>1</sup> IIQB-Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo

<sup>2</sup> CEFATA-Universidad Nacional Autónoma de México

\* Autor de correspondencia: betzabe.gonzalez@yahoo.com.mx

**Palabras clave:** Nanofibras; electrospinning; biomateriales; funcionalización; quitosano (CTS); colágeno (COL).

### Introducción

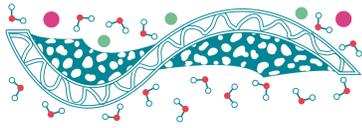
Las microarquitecturas integradas por nanofibras son altamente deseables para la ingeniería de tejidos. Atributos como la interconectividad y alta porosidad de las membranas conformadas por nanofibras mimetizan adecuadamente la matriz extracelular nativa, facilitando el cultivo celular y la regeneración de tejidos (Cheng *et al.*, 2014). Particularmente, las membranas de polímeros naturales son de gran importancia en el diseño de biomateriales debido a que ofrecen menor citotoxicidad, alta biocompatibilidad y biodegradabilidad, entre otras propiedades terapéuticas (Sionlowska *et al.*, 2017). En este sentido, el colágeno tipo I es uno de los biopolímeros de mayor relevancia para la producción de andamios, la obtención de membranas mediante electrohilado ha sido reportada con éxito. No obstante, la limitada solubilidad del colágeno obliga al uso de disolventes que deterioran su estructura, sacrificando significativamente su potencial actividad como restaurador de tejidos (Zeugolis *et al.*, 2008). Por otra parte, las funcionalizaciones de macromoléculas a través de estrategias de anclaje covalente o no covalente son alternativas que posibilitan la incorporación del colágeno a microentornos compuestos por nanofibras (Kratochvil *et al.*, 2017). Biopolímeros como el quitosano presentan versatilidad química que hace posible la funcionalización de colágeno a través de procesos de amidación. En el presente trabajo se detalla la obtención de biomateriales híbridos CTS/COL a través de la funcionalización covalente de nanofibras de CTS. El proceso de funcionalización se lleva a cabo en condiciones suaves de reacción buscando preservar la bioactividad de colágeno como promotor de regeneración tisular.

### Materiales y Métodos

Las membranas de quitosano se obtuvieron en un equipo de electrohilado NaBond Technologies, Inc., procesando las disoluciones bajo los siguientes parámetros de operación: velocidad de inyección 0.3 mL/h, temperatura ambiente, distancia aguja-colector 15 cm, voltaje 15 kV. La funcionalización fue realizada mediante el acoplamiento de colágeno vía la formación de enlaces amida, promovida por un sistema de acoplantes integrado por EDC/HOBt. El procedimiento fue realizado bajo atmósfera de argón a temperatura ambiente y con agitación continua durante 24 h.

### Resultados y Discusiones

Las variaciones en la morfología de las nanofibras y el material CTS/COL funcionalizado se aprecian en la Figura 1. La obtención del material híbrido CTS/COL fue corroborado mediante FT-IR, DSC y TGA, Figura 1. La membrana funcionalizada presenta modos de vibración correspondientes al



enlace carboxamida:  $1632\text{ cm}^{-1}$ ,  $1543\text{ cm}^{-1}$  y en  $1445\text{ cm}^{-1}$ , así como el estiramiento del enlace C-N que se aprecia en  $1083\text{ cm}^{-1}$ , deformando la vibración de enlace glucosídico del quitosano en  $1131$  y  $939\text{ cm}^{-1}$ . Los termogramas de DSC y TGA corroboran la obtención del material CTS/COL a través de las variaciones en los perfiles de degradación térmica respecto a los polímeros puros.

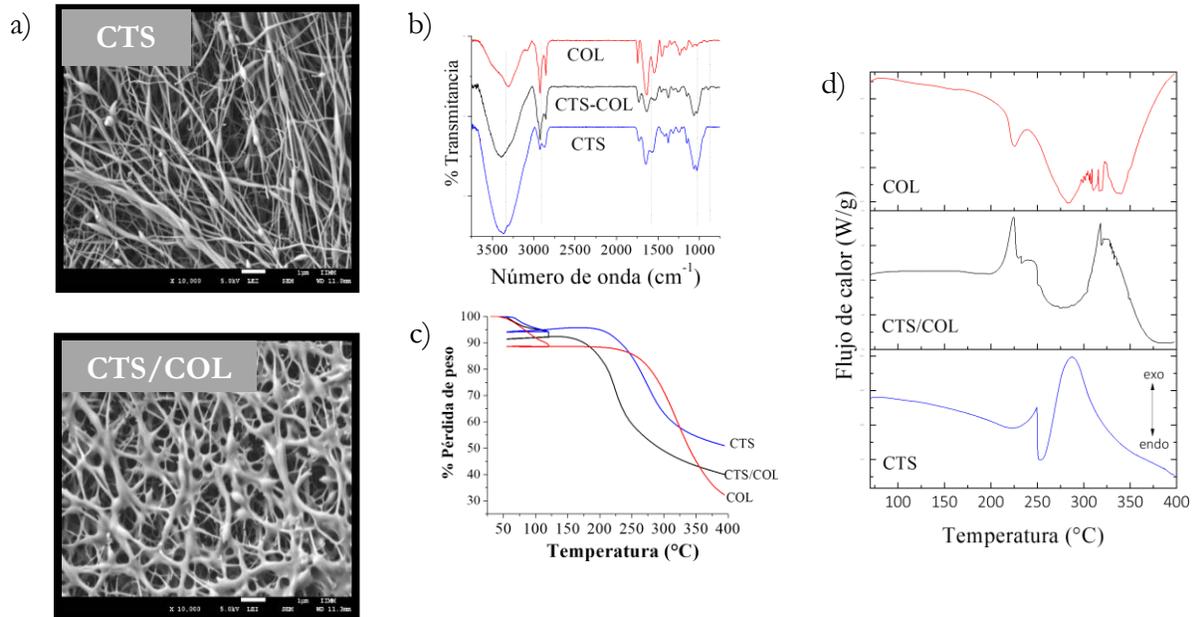


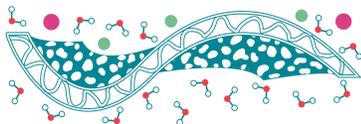
Figura 1. a) Imágenes de FE-SEM de los materiales, b) espectro FT-IR, termogramas de c) TGA y d) DSC.

## Conclusiones

La funcionalización vía carbodiimida promueve la incorporación de colágeno a membranas electrohiladas de quitosano. La funcionalización post-electrohilado de las membranas enriquece al material final, preservando la bioactividad del colágeno.

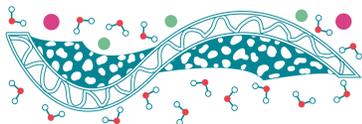
## Referencias

- Cheng Y., Ramos D., Lee P., Liang D., Yu X., Kumbar S.G. (2014). *Collagen Functionalized Bioactive Nanofiber Matrices for Osteogenic Differentiation of Mesenchymal Stem Cell: Bone Tissue Engineering*, *Journal of Biomedical Nanotechnology* **10**(2), 287-298.
- Kratochvil M.J., Carter M.C., Lynn D.M. (2017). *Amine-Reactive Azlactone-Containing Nanofibers for the Immobilization and Patterning of New Functionality on Nanofiber-Based Scaffolds*, *ACS Applied Materials & Interfaces* **9**(11), 10243-10253.
- Sionkowska A., Kaczmarek B. (2017). *Preparation and characterization of composites based on the blends of collagen, chitosan and hyaluronic acid with nano-hydroxyapatite*, *International Journal of Biological Macromolecules* **102**, 658-666.
- Zeugolis D.I., Khew S.T., Yew E.S.Y., Ekaputra A.K., Tong Y.W., Yung L.L., Huntmacher D.W., Seppard C., Raghunath M. (2008). *Electrospinning of pure collagen nanofibers. Just an expensive way to make gelatin?* *Biomaterials* **15**(29), 2293-2305.

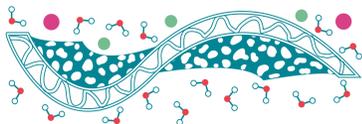


## Índice de Autores

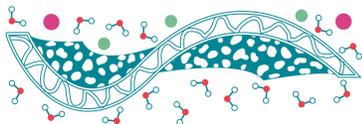
Abundez Barrera, I.M.	68
Aguilar Vega, M.J.	14, 17, 23
Aguilar-Lugo, C.	39, 42, 56
Aguilar-Martinez, E.	56
Alatorre Ordaz, M.A.	151
Alexandrova, L.	39, 42, 56
Almeida Escalante, O.	76
Alvarez Cerda, L.M.	47
Álvarez Lopez, A.	123, 128
Álvarez Sánchez, J.	63
Álvarez-Contreras, L.	61
Antonio-Cadena, J.M.	94
Arizmendi Coterio, D.	25
Arjona, N.	37, 61
Armendáriz Ontiveros, M.M.	63
Arriaga, L.G.	61, 119, 123, 128
Aviña-Verduzco, J.A.	138
Barbina Ruiz, K.	68
Béjar, J.	61
Belleville, M.P.	9
Benavides Cantú, R.	81, 83
Bucio Carrillo, E.	88, 90, 97, 108
Buitrago Ortiz, J.S.	28
Bustamante-Torres, M.R.	108
Camacho Cruz, L.A.	88, 90
Castellanos Espinoza, R.	116
Chong-Gonzalez, J.L.	148
Conejo Flores, R.	76
Correa Durán, M.S.	14
Cortes-Cano, H.G.	37
Coutiño-González, E.J.	51
Cruz-Morales, J.A.	121
Da Silva, L.	81, 83
De León Almazán, C.M.	148
Delgado Interrial, L.G.	81
Delgado-Rangel, L.H.	138
Díaz-Patiño, A.L.	61
Elizalde Peña, E.A.	54, 131
España Sánchez, B.L.	116
Espejel-Ayala, F.	51, 78
Espinosa, F.I.	119
Fabián Anguiano, J.A.	104
Félix-Navarro, R.M.	32



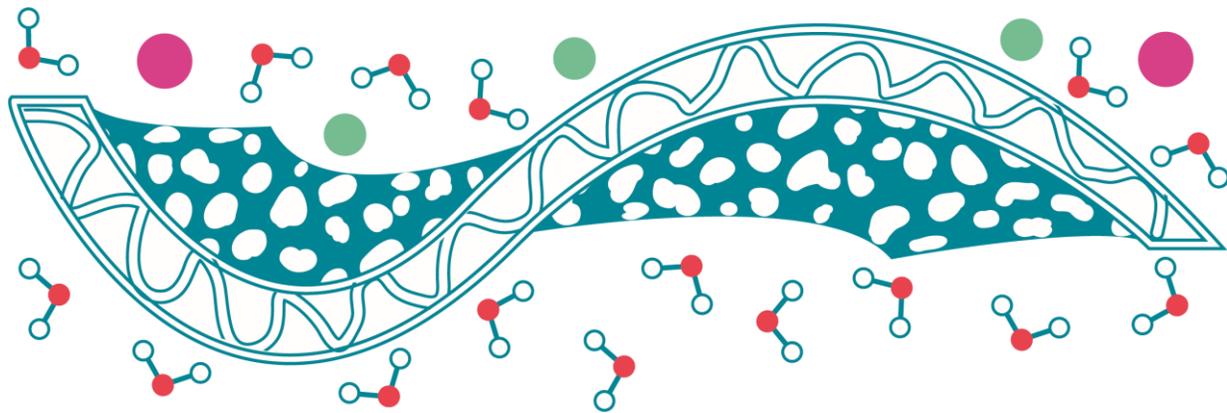
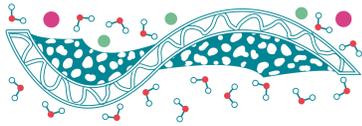
Fernández-Tavizón, S.	116
Flores Hernández, J.R.	75
Flores-Escareño, P.C.	83
Flores-Rámirez, R.	35
Francisco Vieira, L.	81
García González, J.M.	76
García Morales, A.F.	131
García Vargas, M.	42
García-García, J.J.	58
García-Limón, B.Y.	32, 49
García-Riego A.L.	51
Garfias Meza, R.	86
Garza Tovar, L.L.	92
Gómez Espinosa, R.M.	25, 30, 58 135
Gómez-Trejo López, E.	23
González Díaz, M.O.	14, 17, 23, 66
González García, G.	151
González Guerra, G.M.	151
González Gutiérrez, L.V.	116
González Juárez, E.	92
González Martínez, I.	92
González-Campos, J.B.	138, 153
Guerra-Balcázar, M.	61
Gurrola, M.P.	119
Gutiérrez, S.	121
Gutierrez-Macias, T.	101
Guzmán Pantoja, J.	76
Guzmán Torres, J.	92
Hernández Reta, J.C.	75
Hernández Tenorio, C.	68, 141
Hernández-Martínez, H.	51
Hernández-Palomares, A.	78
Herrera-Celis, J.	37
Hidalgo Bonilla, S.P.	97, 108
Ibarra-Palomares, M.	35
Jaime Ferrer, J.S.	11, 20, 151
Juárez Sánchez, M.A.	45
Landeros-Rivera, B.	121
Le Lagadec, R.	66
Ledesma-García, J.	119, 123, 128, 131
Lin, S.W.	32, 49
Loria Bastarrachea, M.I.	66
Lozano, A.E.	39, 56
Luna Santander, I.D.	30
Luna-Barcenas, J.G.	94
Martínez Alvarado, J.C.	28
Martínez Díaz, C.L.	20



Martinez-Lazaro, A.	119
Medrano Vaca, M.C.	75
Meléndez Lira, M.	45
Mijaylova Nacheva, P.	101
Millán-Sánchez, A.I.	135
Mondragón Zarza, E.	141
Montes Rojas, A.	47
Morales Acosta, D.	81, 83
Mota-Morales, J.D.	138, 153
Murillo-Borbonio, I.	119
Natividad Rangel, R.	58, 135
Nava Mendoza, R.	131
Olvera, L.I.	37, 51
Olvera-Rodríguez, I.	131
Ortiz Espinoza, J.	86
Ortiz Landeros, J.	104
Palacios Alquisira, J.	42, 110
Palacios Lozano, E.M.	75
Pérez Bueno, J.J.	116
Pérez Moreno, T.	54
Pérez Padilla, Y.	99
Pérez Nava, A.	153
Pérez-Moreno, V.	9
Pérez-Sicairos, S.	32, 49
Pino Ramos, V.H.	108
Ponce-Hernández, R.L.	138
Prokhorov, E.	94
Quiñones-Jurado, Z.V.	35
Ramírez Bon, R.	54
Ramos-López, M.A.	9
Rentería Martínez, E.C.	11
Reyes-Aguilera, J.A.	11
Reyes-Vidal, M.Y.	78
Rico-Rodríguez, M.A.	9
Rico-Zavala, A.	119, 123, 128
Rivera Paz, E.A.	35
Rivera-Armenta, J.L.	148
Roa Morales, G.	58
Rodríguez de la Vega, R.J.	28
Rodríguez Fuentes, N.	17
Rodríguez Nava, C.O.	45
Rodríguez-Morales, J.A.	9, 131
Rojas-Rodríguez, M.	39, 42, 56
Romero Fierro, D.A.	97
Romero Romero, R.	58, 135
Romero-Castañón, T.	32, 75
Rosiles González, V.	66



Ruiz Treviño, F.A.	51, 86
Salazar-Gastélum, L.J.	32, 49
Salazar-Gastélum, M.I.	32, 49
Saldívar-Martínez, A.	83
Salgado Chavarría, D.A.	110
Sánchez Cervantes, E.M.	92
Sánchez Rosas, D.L.	63
Sanchez-Marcano, J.	9
Santos Saucedo, I.	54
Sierra Gómez, U.A.	116
Soto González, D.	20
Terán-Escobar, G.	35
Torres González, L.C.	92
Torres Rodríguez, L.M.	47
Torrestiana Sanchez, B.	30
Trejo, G.	61
Vargas Méndez, J.H.	25
Varguez Catzim, A.P.	17
Velazco Medel, M.A.	88, 90
Villafaña López, L.	11, 20
Villanueva Castañeda, M.	68
Wrzosek-Cabrera, J.M.	128
Xix Novelo, F.J.	99
Zárate-Saldaña, D.	121
Zeifert, B.	104



Sociedad Mexicana de Ciencia y Tecnología de Membranas