

**X CONGRESO
ANUAL**

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

Dra. Mayra Polett Gurrola
Dr. Rigoberto Rosas Luis
Editores Responsables

Dra. Mayra Polett Gurrola
Dr. Rigoberto Rosas Luis
Diseño

Comité Directivo

- ▶ Dra. Janet Ledesma García (UAQ). *Presidente*
- ▶ Dr. Walter Noé Velázquez Arjona (CIDETEQ). *Vicepresidente*
- ▶ Dra. Minerva Guerra Balcázar (UAQ). *Tesorera*
- ▶ Dr. Sergio Miguel Durón Torres (UAZ). *Secretario de Eventos*
- ▶ Dra. Sandra V. Rivas Gándara (UQA). *Secretario de Difusión*
- ▶ Dra. María Ortencia González Díaz (CICY). *Secretario de Difusión*

Comité Organizador

- ▶ Dra. Mayra Polett Gurrola (Cátedra-CONACyT/TecNM-ITChetumal), *Presidente*
- ▶ Dr. Rigoberto Rosas Luis (Cátedra-CONACyT/TecNM-ITChetumal). *Vicepresidente y Coordinador del comité científico y Temáticas Científicas*
- ▶ Dra. Claudia González Salvatierra (Cátedra-CONACyT/TecNM-ITChetumal). *Secretaria General*
- ▶ Dr. Luis Gerardo Arriaga (CIDETEQ). *Coordinador de Conferencias Plenarias*
- ▶ Dra. Danna Lizeth Trejo Arroyo (Cátedra-CONACyT/TecNM-ITChetumal). *Coordinadora de Protocolo*
- ▶ Dra. Janet Ledesma García (UAQ). *Coordinadora Financiera*
- ▶ Dr. Julio César Cruz Arguello (TecNM-ITChetumal). *Coordinador de Actos Sociales*
- ▶ Maestra María de los Ángeles Navarrete Marneou (TecNM-ITChetumal). *Logística*
- ▶ Lic. Dulce Yolanda Garrido López (TecNM-ITChetumal). *Planeación y vinculación*

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 (*CLATEC*)
- ▶ Dr. Ricardo Antonio Escalona Villalpando (*UAQ*)
- ▶ Dra. Beatriz Torrestiana Sánchez (*Instituto Tecnológico de Veracruz*)
- ▶ Dra. Lilian Irais Olvera Garza (*Instituto de Materiales de la Universidad Autónoma de México*)
- ▶ Dr. Jesús Salvador Jaime Ferrer (*CLATEC*)
- ▶ Dr. Gustavo Adolfo Fimbres Weihs (*The University of Sydney*)
- ▶ Dra. Minerva Guerra Balcázar (*UAQ*)
- ▶ Dra. Sandra Rivas Gándara (*UAQ*)
- ▶ Candidato a Doctor. Arturo Rico Zavala[†] (*CIDETEQ*)
- ▶ Candidata a Doctor. Fabiola Ilian Espinosa Lagunes (*CIDETEQ*)
- ▶ M. en Ciencias de la Ingeniería. Alejandra Martínez Lázaro (*UAQ*)

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



Laboratorio
Nacional de
Micro y Nano
Fluídica

ÍNDICE

Presentación	4
TEMA 1: APLICACIONES BIOMÉDICAS	
Membranas electrohiladas de poliacrilonitrilo-melanina con propiedades antioxidantes y antimicrobianas	6
F.N. Medrano Lango, D. Orona Tamayo, E. Quintana Rodríguez, E. Morales, J.S. Jaime Ferrer	
Development and evaluation of a nanofibers scaffold of chitosan/collagen for tranexamic acid delivery	11
T. Perez Moreno, E.A. Elizalde Peña	
Membranas bicapa con base en poliacrilamida-2-metilpropano ácido sulfónico y su potencial como apósitos para regeneración de tejidos	13
A.P. Varguez Catzim, N. Rodríguez Fuentes, M. Aguilar Vega, M.O. González Díaz	
TEMA 2: FENÓMENOS DE TRANSPORTE	
Síntesis y caracterización del polímero: PTFE-g HEMA mediante radiación gamma, para carga y liberación del ciprofloxacino	17
B. E. Ramírez-Flores, E. Bucio-Carrillo	
TEMA 3: MEMBRANAS EN EL TRATAMIENTO DE EFLUENTES	
Implementación de un filtro modular de lecho empacado para la remoción de cromo total en efluentes acuosos utilizando compositos Quitosano/magnetita/NP de carbono	19
A.F. García Morales, I. Olvera-Rodríguez, E. A. Elizalde Peña, R. Nava Mendoza, J. Ledesma García, J. A. Rodríguez Morales	
Utilización de métodos quimiométricos como herramienta de optimización de óptodos para Hg(II), Cd(II) y Pb(II) basados en membranas poliméricas de inclusión	24
J. García Beleño, E. Rodríguez de San Miguel	
Síntesis de una membrana compuesta de gelatina-cerámica para remoción de contaminantes emergentes en agua	27
V. Pérez-Moreno, J. G. Estrada-Pérez, M.A. Ramos-López, J. Campos-Guillen, R. Nava-Mendoza, J.A. Rodríguez-Morales	
TEMA 4: MEMBRANAS PARA BATERÍAS DE IONES (LI, NA+, K+), DE FLUJO, DE METAL-AIRE, ETC.	
Síntesis y caracterización de una membrana PVA/PAA para su incorporación en una batería Zinc – Aire	29
C.A. Coello-Mauleón, W.N. Velázquez Arjona	
Membranas PVA/PAA electrohiladas para su aplicación en baterías Zinc-aire	31
M.V. Contreras-Martínez, B.L. España-Sánchez, L. Álvarez-Contreras, M. Guerra-Balcázar, A. Álvarez-López, L.G. Arriaga, N. Arjona	
Elaboración de membranas PVA/PAA por método de solvent casting para su aplicación en baterías Zinc-aire	33
M.V. Contreras-Martínez, B.L. España-Sánchez, L. Álvarez-Contreras, M. Guerra-Balcázar, A. Álvarez-López, L.G. Arriaga, N. Arjona	
Polymeric electrolytic membrane of Trimethylsulfonium Bis (trifluoromethylsulfonyl) imide I Magnesium perchlorate I Poly (ethylene oxide) for magnesium batteries	35
J. Guzmán Torres, E.M. Sánchez Cervantes	

TEMA 5: MEMBRANAS PARA CELDAS DE COMBUSIBLE

Prototipo de una celda de combustible de urea con membrana bipolar y catalizadores anódicos de NiCo sintetizados con química verde 37
B.I. Rojas de Soto, M. Galván Valencia, S.M. Durón Torres

Síntesis de copoliamidas sulfonadas entrecruzadas para su aplicación como membranas para celdas de combustible 39
R. Sulub-Sulub, M. I. Loria-Bastarrachea, M. O. González-Díaz, L. C. Ordoñez, M. J. Aguilar-Vega

Evaluación de un ionómero de intercambio aniónico a base de Aemion™ y polisulfona cuaternizada para aplicación en celda de combustible de intercambio aniónico 42
A. Hernández-Flores, L. Salazar Gastelum, S. Pérez-Sicairos, M. I. Salazar-Gastélum, T. Romero-Castañón, J. R. Flores-Hernández

TEMA 6: MEMBRANAS PARA CONVERSIÓN Y ALMACENAMIENTO DE ENERGÍA

Modificación superficial de membranas electrohiladas de poliacrilonitrilo y poliepiclorohidrina 45
A.J. Alfaro Corrales, J.S. Jaime Ferrer, M.P. González Muñoz, L. Villafaña López

Membrana de intercambio catiónico preparada por electrohilado a base de policloruro de vinilo y polietilenglicol 48
J. J. Muñoz Macías, J. S. Jaime Ferrer, M. Ávila Rodríguez, L. Villafaña López

Well-defined, wholly aromatic polymers for anion exchange membranes 51
L.I. Olvera Garza, E. Aldeco-Pérez, A. Rico, L.G. Arriga, J.A. Ávila-Niño

TEMA 7: MODELAMIENTO Y SIMULACIÓN

Modelo de bioensuciamiento en membranas de ósmosis inversa 53
A.M. Castro Arámbula, M.M. Armendáriz Ontiveros

Estudio y modelado de la permeabilidad de recubrimientos compósitos epoxi-NPC soportado sobre malla de acero inoxidable para aplicaciones de microfiltración a bajas presiones 55
E. Espinoza Márquez, G.M. Soto Zarazúa, J. L. Pineda Delgado, J.F. Pérez Robles, A. Rodríguez López, J. J. Pérez Bueno

Numerical study on the effect of a forced transient flow amplitude on mass transfer in RO systems 58
F.J. García-Picazo, G.A. Fimbres-Weihs

Un esquema de contraviento central que preserva positividad para flujos en tuberías de extracción de petróleo 60
G. Hernández Dueñas, J. Xicoténcatl Velasco Hernández, U. Velasco García

TEMA 8: NANOTECNOLOGÍA Y MEMBRANAS

Fabricación de membranas de PS-MnO₂/CeO₂ para remoción de contaminantes 62
M.A. Gómez Murillo, B. Trujillo Navarrete, S. Pérez Sicairos

Fabricación de membranas de nanofibras por la técnica de electrohilado pes/AgNps: propiedades antibacteriales y análisis de tolerancia bacteriana 65
M.M. Hernández Orozco, B.L España Sanchez, J.J Perez Bueno, L.V González Gutiérrez, R. Castellanos Espinoza, L. Álvarez Contreras, V.M. Arellano Arreola

Discusión del efecto de la temperatura de síntesis de los depósitos de polianilina presents en membranas de intercambio aniónico	70
L.M. Alvarez Cerda, A. Montes Rojas, L.M. Torres Rodríguez	
Preparación y caracterización de membranas de matriz mixta con propiedades potenciales para la separación de oxígeno	72
D. Perea-Santos, B. Portales-Martínez, J. Vega-Moreno, A. A. Lemus-Santana	
TEMA 9: ULTRAFILTRACIÓN, NANOFILTRACIÓN Y ÓSMOSIS INVERSA	
Sorción de hierro en perlas de gel de quitosano	75
E. Castañeda Rodríguez, O. Flores Murillo, O. Almeida Escalante, R. Conejo Flores, R.C. Villegas Martínez, J.M. García González, J. Guzmán Pantoja	
Preparación de películas porosas de Quitosano-Cobre (CTS-Cu₂OMCs) utilizando el DES ChCl:U como agente porógeno	78
L.H. Delgado Rangel, E. Reyes Mercado, J.D. Mota Morales, J.B. González Campos	
Experiencias en el uso de la ósmosis inversa en comunidades rurales Yaquis	81
C.D. Silva Luna, I.E. Villegas Mendoza, J.A. Bañuelos Díaz	
Efecto del agente reticulante en la modificación de membranas de quitosano	83
C. Solís Martínez, J. A. Galicia Aguilar, E. Águila Almanza, M. A. García Castro, J. L Varela Caselis, S.A. Lozano Morales	
TEMA 10: SEPARACIÓN DE GASES Y VAPOR	
Identificación de las transiciones térmicas de membranas a base poliimidas con grupos polares	85
M. López Badillo, J. A. Galicia Aguilar, M. A. García Castro, J. L. Valera Casellis, F. J. Enríquez Medrano, S. A. Lozano Morales, N. Villa Ruano	
Reestructuración térmica de poliimidas orto-funcionalizadas para su uso como membranas de separación de gases	87
M. Rojas-Rodriguez, C. Aguilar-Lugo, A. E. Lozano, L. Alexandrova	
Síntesis de PBIs de alto peso molecular para aplicación en membranas de separación usando Reactivo de Eaton modificado	90
M. García Vargas, C. Aguilar Lugo, M. Rojas Rodríguez, L. Alexandrova, J. Palacios Alquisira	



Presentación

Ninguno de nosotros pudo imaginar jamás en el año 2020 que transcurriríamos esta realidad que nos afecta a todos en el 2021. Sin embargo, sería impropio bajar la guardia y no seguir adelante, reinventándonos, con el desarrollo de nuevos proyectos en beneficio de nuestra Sociedad. Es así, que hemos aunado las voluntades y esfuerzos de un equipo maravilloso en pos de la realización del **X Congreso Anual de la Sociedad Mexicana de Ciencia y Tecnología de Membranas**. Este evento propone ofrecer una panorámica actualizada de nuevas estrategias para el desarrollo de la ciencia y tecnología de membranas y sus diversas aplicaciones.

Desde este punto de vista, este evento es una expresión viva de colaboración, un ejemplo de nuestra vocación y del pluralismo que anima nuestro discurso. Es este, el espacio que nos hemos dado para confrontar visiones, para recoger ideas y sumar voluntades, todo ello en un marco de respeto, diversidad y de libertad, respondiendo a nuestra visión de equipo. Estos son tiempo de cambios, de una nueva normalidad, pero también de oportunidades para revalorar nuestro compromiso con la sociedad mexicana.

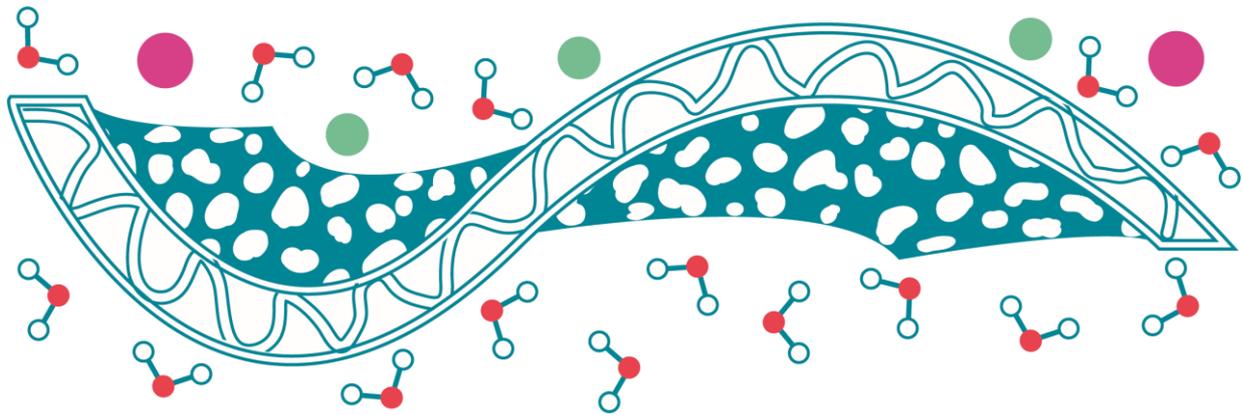
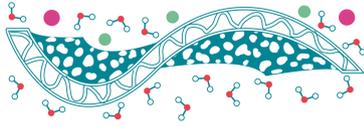
Es para mí un honor invitarlos a la más importante actividad que tiene la Sociedad Mexicana de Ciencia y Tecnología de Membranas, que es su Congreso. El mismo se llevará a cabo los días 21 y 22 de octubre del 2021, en esta ocasión, en su modalidad virtual.

En esta ocasión, a nombre del Comité Organizador, miembros de la Sociedad Mexicana de Ciencia y Tecnología de Membranas y del Laboratorio Nacional de Micro y Nanofluídica, dedicamos este evento a nuestro amigo y colega el **M. en EQ. Arturo Rico Zavala**, quien realizó grandes aportes científicos en el desarrollo de membranas aplicadas en sistemas de compresión electroquímica de hidrógeno y brindó gran apoyo en la organización de cursos y eventos científicos (12 de abril del 1992 / 27 agosto de 2021).

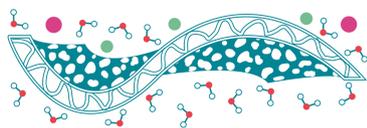
Disfrutemos entonces, y hagámonos partícipes de este evento, a través del dialogo y la generación de ideas dentro de las diferentes ponencias enfocadas a temas de separación de gases y vapor, procesos electroquímicos asistidos por membranas, membranas para celdas de combustible, aplicaciones biomédicas, membranas en el tratamiento de efluentes y almacenamiento de energía, entre otras. Escuchemos con peculiar atención a los diversos ponentes, tanto nacionales como internacionales de las diferentes instituciones y hagamos de esta, una reunión con éxito colectivo.

Sean ustedes bienvenidos, disfruten el evento.

Dra. Mayra Polett Gurrola
Presidenta del Comité organizador



Sociedad Mexicana de Ciencia y Tecnología de
Membranas



TEMA 1: APLICACIONES BIOMÉDICAS

Membranas electrohiladas de poliacrilonitrilo-melanina con propiedades antioxidantes y antimicrobianas

F.N. Medrano Lango¹, D. Orona Tamayo², E. Quintana Rodríguez, E. Morales³, J.S. Jaime Ferrer^{2*}

¹ IPN, Unidad Profesional Interdisciplinaria de Ingeniería Campus Guanajuato (IPN UPIIG), Silao, Guanajuato.

² Centro de Innovación Aplicada en Tecnologías Competitivas (CIATEC), CONACYT, León, Guanajuato.

³ Centro de Investigaciones en Óptica A. C. (CIO), CONACYT, León, Guanajuato.

* E-mail: fernay_medrano@yahoo.com

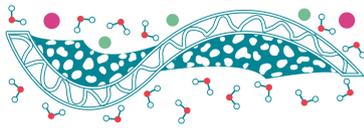
Palabras clave: electrohilado; poliacrilonitrilo; melanina

Introducción

Las membranas poliméricas electrohiladas con encapsulación o recubrimiento de moléculas bioactivas han demostrado propiedades como alta área superficial, alta porosidad, maleabilidad que las hacen atractivas para aplicaciones biotecnológicas (Pham, 2006). Dentro de las múltiples aplicaciones estudiadas han sobresalido los apósitos para heridas y la liberación controlada de compuestos bioactivos. Efectivamente, los apósitos elaborados a base de fibras permiten brindar protección a la herida y potencializan el proceso de sanación, ya que producen un efecto local fisicoquímico y/o biológico al liberar moléculas bioactivas como curcumina, polifenol, extracto de granada, vitamina E, Gentamicina, nanopartículas de plata, heparina, etc. (Barhoum *et. al.*, 2019). La melanina es un metabolito secundario de alto peso molecular el cual puede ser extraído de la cáscara de nuez. Las melaninas de origen vegetal y animal presentan propiedades benéficas como la protección a la luz ultravioleta, lisis enzimática, función antioxidante y antimicrobiana (Vasanthabharathi *et. al.*, 2011). En el presente trabajo se estudia la incorporación de melanina a membranas porosas de poliacrilonitrilo (PAN) por electrohilado para evaluar su potencial aplicación como apósito. Se estudiaron diferentes parámetros de síntesis, se caracterizó la morfología y la composición de las fibras, se estudió la cinética de liberación de melanina y su capacidades antioxidante y antimicrobiana.

Materiales y Métodos

Las soluciones a electrohilar fueron PAN con N, N-dimetil formamida (N, N-DMF) a razón de 12:88 w: w, respectivamente. Soluciones de PAN/Melanina a diferentes concentraciones (0.5, 2.0 y 5.0% w/w) se prepararon adicionando polvo de melanina tamizado. Las membranas fueron sintetizadas en el equipo de electrohilado Ne100 de Inovenso y se estudiaron los parámetros de voltaje (10-15kV), flujo (0.1 ml/h) y velocidad de rotación colector (100-500 rpm) para obtener fibras adecuadas. La morfología de las fibras fue analizada por Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) en un equipo Hitachi S-4800 y la composición por Infrarrojo con Transformada de Fourier (FT-IR) con el equipo Nicolet iS10 ThermoScientific en el rango de 500 a 4000 cm^{-1} . Para el estudio de la cinética de liberación y la actividad antioxidante se utilizaron las metodologías reportadas por Kalantary *et. al.* (2020) y Orona-Tamayo *et.al.* (2015). La capacidad antimicrobiana



se realizó mediante pruebas de antibiogramas con las cepas *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus* y *P. aeruginosa*.

Resultados y Discusiones

Morfología y composición

En la figura 1A se observa una morfología homogénea y sin defectos de las fibras que conforman la membrana PAN-melanina a 5%. Por FTIR se confirma la presencia de melanina en las fibras de PAN, pico característico a 1606 cm^{-1} del grupo amino (Kalaisevam, *et. al.*, 2013), sin interacción química entre los compuestos (figura 1B). Mientras que el pico característico del PAN, 2242 cm^{-1} correspondientes a estiramientos de los grupos nitrilos del acrilonitrilo (Dena, *et.al.*, 2011), presente en todas las membranas.

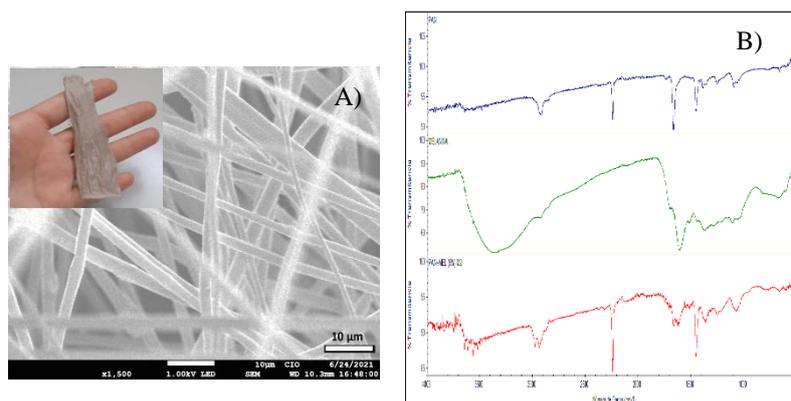


Figura 1. A) Microscopía SEM de fibras de PAN-melanina a 5% w:w **B)** Espectros FTIR de Pan (azul), Melanina (verde), PAN-Melanina a 5% (Rojo) (n=6, Análisis estadístico Post hoc- Tukey después de un ANOVA (P<0.05), software SPSS).

Liberación de Melanina

La liberación in vitro de la melanina es continua durante le largo de la prueba y está en función de la concentración de melanina, mostrando una liberación ligeramente más rápida en las primeras 2 h (Figura 2).

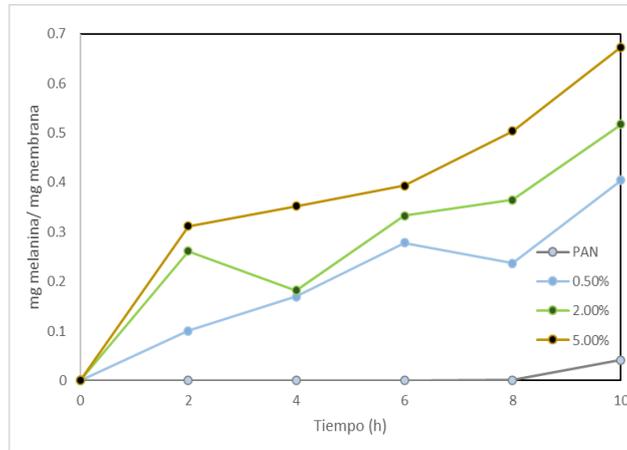
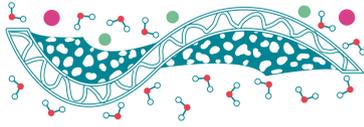


Figura 2. Cinética de liberación de melanina (n=6, Análisis estadístico Post hoc- Tukey después de un ANOVA (P<0.05), software SPSS).

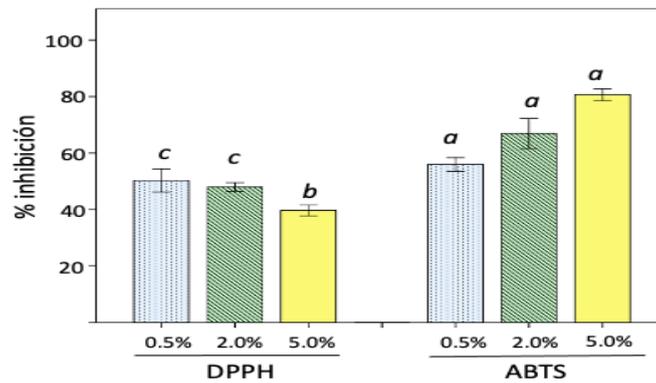
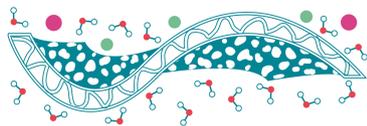


Figura 3. Actividad antioxidante de las membranas con melanina (n=6, Análisis estadístico Post hoc- Tukey después de un ANOVA (P<0.05), software SPSS).

Tabla 1. Inhibición bacteriana de membranas con melanina. (n=3, Análisis estadístico Post hoc- Tukey después de un ANOVA (P<0.05), software SPSS).

Cepa patógena	Diámetro de inhibición (mm)					
	PAN (Control negativo)	0.50%	0.02%	0.05%	Gentamicina	Ampicilina
<i>E. coli</i>	0	7.1 ± 0.5	7.3 ± 0.5	7.6 ± 0.7	9.9 ± 0.6	9.8 ± 1.1
<i>S. aureus</i>	0	6.7 ± 0.5	6.8 ± 0.6	7.6 ± 0.4	10.0 ± 1.5	9.5 ± 1.8
<i>P. aeruginosa</i>	0	7.3 ± 1.5	7.8 ± 0.7	8.1 ± 0.8	9.4 ± 0.4	11.3 ± 2.0

Capacidad antioxidante y antimicrobiana



Las pruebas antioxidantes de las membranas de melanina contra los agentes oxidantes DPPH y ABTS mostraron una fuerte inhibición del radical DPPH de 50.25%, 48.01% y 40.08% y de ABTS de 55.95%, 66.90% y 80.70% a las concentraciones de 0.5%, 2.0% y 5.0% de melanina, respectivamente. Esta inhibición nos indica la capacidad de la melanina de evitar la generación de radicales libres que son dañinos a los compuestos biológicos de las células (Valverde et al. 2017).

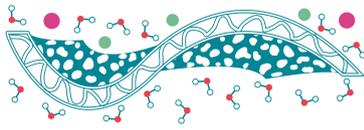
Los antibiogramas de nanomembranas con melanina no presentaron halo, sino que se podía ver la inhibición por contacto y sin crecimiento en los bordes y la membrana. Mientras que el control negativo (nanofibras de PAN) si presentó crecimiento sobre la nanomembrana y los controles positivos presentaron un halo visible para las 3 cepas (Tabla 1). Sin embargo, Vasanthabharathi, et.al. (2011) presenta un estudio en que la melanina tiene una alta actividad inhibitoria para *E. coli* y *S. aureus* con halos de 19 y 18 mm, respectivamente. Estos resultados pueden indicar que las nanofibras con melanina puede servir como un compuesto antimicrobiano y que el proceso de electrohilado es una técnica que no destruye los compuestos bioactivos.

Conclusiones

Las membranas de PAN-melanina fueron producidas por la técnica de electrohilado a diferentes concentraciones (0.5, 2.0 y 5.0% w/w) sin presentar reacción química entre los compuestos. Derivado del proceso de electrohilado, las fibras presentaron un arreglo tridimensional y grosor a nivel micrométrico. En el proceso de degradación, las micromembranas presentaron una degradación gradual respecto al tiempo sin importar la concentración de melanina, y una liberación del pigmento a las 2 horas donde la mayor liberación fue dada por la micromembrana de concentración de 5.0% de melanina, y liberación constante las siguientes 4 horas. La melanina en las microfibras presentó características antioxidantes superiores al 50% y una inhibición bacteriana.

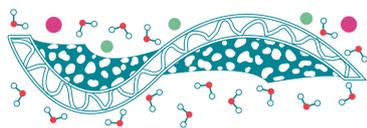
Referencias

- Barhoum, A., Bechelany, M., Hamdy, A. S. (2019). *Functional Nanofiber for Drug Delivery Applications. Handbook of Nanofiber*, Edit. Springer, Cap. 23, pp: 813-822.
- Dena-Aguilar, A., Jáuregui-Rincón, J., Bonilla-Petriciolet, A., Medina-Ramírez, I., Romero-García, J. (2011). *Copolimerización injertada de almidón con poli(acrilonitrilo) y acetato de vinilo mediante radicales libres en solución: síntesis y caracterización. Afinidad LXVIII*. 68(553): 195-202.
- Kalaisevam, M., Soundra, M., Ramesh, T., Subramanian, J., (2013). *Production and Characterization of Melanin Pigment from Halophilic Black Yeast Hortaea werneckii. International Journal of Pharma Research & Review*. 2(8):9-17.
- Kalantary, S., Golbabaei, M., Shokrgozar, M., Yaseri, M. (2020). *Feasibility of Using Vitamin-E Loaded Poly(ϵ -caprolactone)/Gelatin Nanofibrous Mat to Prevent Oxidative Stress Skin. Journal of Nanoscience and Nanotechnology*. 20: pp. 1-9. DOI: 10.1166/jnn.2020.17486.
- Orona-Tamayo, O., Valverde, M., Nieto-Rendón, B., Paredes-López, O., (2015). *Inhibitory activity of chia (Salvia hispanica L.) protei fractions against angiotensin I-converting enzyme and antioxidant capacity. IJTW- Food Science and Technology*. 64: pp. 236-242.
- Pham, Q., Sharma, U., Mikos, A., (2006). *Electrospinning of Polymeric Nanofibers for Tissue Engineering Applications: a Review. Tissue Engineering*. 12 (5): 1197-1211.
- Valverde, M., Orona Tamayo, D., Nieto-Rendón, B., Paredes-López, O., (2017). *Antioxidant and antihypertensive*



*potential of protein fractions from Fluor and Milk substitutes from Canary Seeds (Phalaris canariensis).
Plant foods for human nutrition. 72: pp. 20-25.*

Vasanthabharathi, V., Lakshminarayanan, B., Jayalakshmi, S. (2011). *Melanin production from marine
Streptomyces*. African Journal of Biotechnology, Vol. 10(54), pp. 11224-11234.



Development and evaluation of a nanofibers scaffold of chitosan/collagen for tranexamic acid delivery

T. Perez Moreno^{1*}, E.A. Elizalde Peña¹

¹ Autonomous University of Queretaro

* E-mail: Tonantzi.n.01269@gmail.com

Key Words: Chitosan; collagen; electrospinning; coagulation.

Introduction

Biopolymeric nanofibers are a crucial part of tissue engineering that have shown important results in adhesion and cell viability, as well as being a source of nutrients and allowing the flow of cellular waste. One technique to synthesize nanofibers is electrospinning, these use a high voltage which allows breaking the surface tension of the polymeric solution, with optimal conditions occurs a conformational arrangement into fibers (Sill & von Recum, 2008). These nanomaterials can be incorporated with drug delivery systems, which promote specific biochemical effects within the body, resulting in more efficient and easy-to apply tissue regeneration treatments (Dahlin et al., 2011).

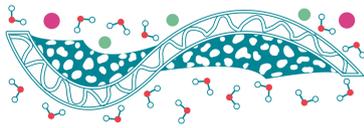
Several injuries in tissues can be repaired with this type of membranes, an important tissue is blood vessels that are of vital importance to take care of and recover during an accident. The treatment of bleeding wounds is based on controlling bleeding, preventing its contamination, and immobilizing the affected area. It can be accomplished with bandaging techniques and temporary splinting of the injured segment, which relieves pain and facilitates transport, or using tranexamic acid (TXA), which acts as a potent competitive inhibitor of plasminogen activation to plasmin. In this work, a collagen and chitosan nanofiber membrane synthesized by electrospinning is used to deliver TXA to promote an accelerated coagulation in a wound as a first aid material.

Methods

To extract collagen from bovine tendons was applied a hydrolysis alkaline method (Mamani Huamán, 2018). Then in a solution of 70% of AAC was dissolved chitosan with concentration of 1% w/v, and collagen with concentration of 50 % w/v. Then TXA was added into the solution in a concentration of 40 mg/ml (Sasmal & Datta, 2019) . Then, the complete solution was incorporated a syringe with a needle of 20 G. Finally, the electrospinning parameters were used as more than 20 kV, less than 1.0 ml/h and 10 cm of distance between collector and needle.

Results

It was obtained 33 % of extraction efficiency of collagen from bovine tendons with a concentration of 0.3 M of NaOH by 3 hours of extraction with acetic acid. The type of collagen was identified by FTIR (Figure 1a, red line) showing representatives signals of amide I, II, III, and from 1454 to 1203 cm^{-1} represent α and β helices which correspond to type I (Belbachir et al., 2009).



Then collagen extracted and chitosan were electrospinning around 24 kV and 0.7 ml/h, because below this voltage the Taylor's Cone it is not stable, and the jet shoots drops; However, there are drops over the nanofibers of 138.6 nm (Figure 1b), and the interaction of the polymers (Figure 1a, green line) showed decreased and shifting of signals related to hydrogen bounds duo to the opposite charge groups. Finally, the membrane obtained with TXA (Figure 1c) showed decreased the number of nanofibers and presented crystals of the drug.

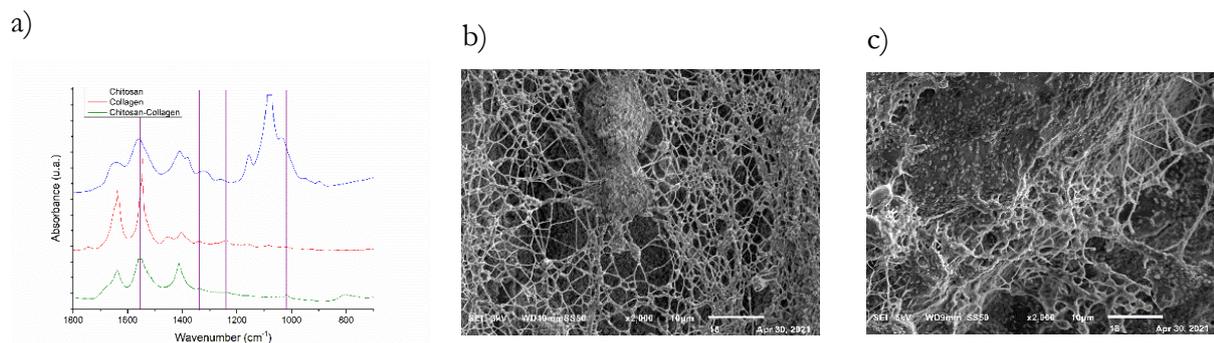


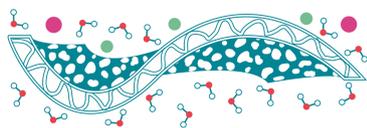
Figure 1. a) Membrane's spectra of chitosan/collagen, b) and c) membrane's micrography with and without TXA respectively.

Conclusion

The method used to extract collagen allow to extract collage type I with an efficiency of more than 33 %, this collagen was electrospinning with chitosan and acetic acid as dissolvent, and nanofibers of 138 to 150 nm was obtained with interactions of hydrogen bonds between both polymers. Meanwhile the TXA could be located in the fiber's surface obtained by electrospinning in the same step of synthesis even though the membrane morphology was modified with homogenous crystal of the drug.

References

- Belbachir, K., Noreen, R., Gouspillou, G., & Petibois, C. (2009). *Collagen types: analysis and differentiation by FTIR spectroscopy*. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 395(3), 829-837.
- Dahlin, R. L., Kasper, F. K., & Mikos, A. G. (2011). *Polymeric nanofibers in tissue engineering*. *Tissue Engineering Part B: Reviews*, 17(5), 349-364.
- Mamani Huamán, C. A. (2018). *Obtención de colágeno por el método de hidrólisis alcalina a partir de (Tarsos) de pollo provenientes de la Industria Avícola en la Región Arequipa*.
- Sasmal, P., & Datta, P. (2019). *Tranexamic acid-loaded chitosan electrospun nanofibers as drug delivery system for hemorrhage control applications*. *Journal of Drug Delivery Science and Technology*, 52, 559-567.
- Sill, T. J., & von Recum, H. A. (2008). *Electrospinning: applications in drug delivery and tissue engineering*. *Biomaterials*, 29(13), 1989-2006.



Membranas bicapa con base en poliacrilamida-2-metilpropano ácido sulfónico y su potencial como apósitos para regeneración de tejidos

A.P. Varguez Catzim¹, N. Rodríguez Fuentes², M. Aguilar Vega¹, M.O. González Díaz^{2,*}

¹ Centro de Investigación Científica de Yucatán, A. C., Calle 43 No. 130, Chuburná de Hidalgo, C.P. 97200, Mérida, Yucatán, México ² CONACYT- Centro de Investigación Científica de Yucatán A. C. Calle 43 No. 130, Col. Chuburná de Hidalgo C.P. 97200, Mérida, Yucatán, México

* E-mail: [*maria.gonzalez@cicy.mx](mailto:maria.gonzalez@cicy.mx)

Palabras clave: Membrana microporosa; Biocompatibilidad; Actividad antimicrobiana

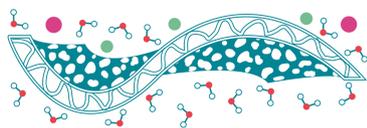
Introducción

En la actualidad, la tecnología de membranas poliméricas es de importancia debido a sus diferentes aplicaciones en el sector industrial y en el área biomédica. Específicamente para el área médica, la morfología de la membrana define su aplicación final, es muy importante el estudio, el control de su estructura morfológica y las técnicas que deben utilizarse para su fabricación, ya que factores como la permeabilidad, selectividad o biocompatibilidad superficial determinan su capacidad para interactuar con un sistema biológico (Kamoun *et al.* 2017). En la práctica clínica ya se emplean diferentes sustitutos de la piel acelular, algunos comercialmente disponibles como *Integra*, que se compone de una membrana de silicona y una capa de colágeno bovino y 6-sulfato de condroitina (Ghomí *et al.* 2019). Aunque este campo de estudio se ha desarrollado ampliamente, aún se requiere generar nuevos materiales con mejor biocompatibilidad y actividad antimicrobiana.

En esta investigación, se elaboraron membranas asimétricas de mezclas poliméricas de PVA con diferentes concentraciones de poliacrilamida-2-metilpropano ácido sulfónico (PAMPS) para su aplicación como apósitos poliméricos en la reparación de tejido cutáneo. El PAMPS es un polímero hidrofílico que contiene grupos ácidos sulfónicos como los de la heparina o taurina (compuestos presentes en el cuerpo humano con una función vital) en su estructura química. Además, el PAMPS presenta alta estabilidad térmica, inercia química y resistencia hidrolítica en entornos fisiológicos, y recientemente se ha reportado que presenta excelente actividad antimicrobiana, lo cual es de suma importancia para evitar la contaminación del material por diferentes microorganismos presentes en el medio ambiente y, en particular, el crecimiento de bacterias en el área de proliferación celular. Se comprobó que estas membranas presentan biocompatibilidad superior, gracias a las características intrínsecas de la membrana y al conjunto de polímeros que la componen.

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 % (% m/m). 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. La proliferación celular, se determinó, mediante el ensayo con Alamar Blue (AB) indicador redox que proporciona fluorescencia; para la viabilidad celular y citotoxicidad de



las membranas se realizó el ensayo por fluorescencia live/dead con los reactivos homodímero de etidio (EthD-1)/calceína.

La actividad antimicrobiana se determinó por el método de microdilución con medio de cultivo Mueller-Hinton, utilizando la concentración de microorganismos en la superficie del agar, aproximadamente 1×10^8 Unidades Formadoras de Colonias (UFC)/mL (patrón McFarland) para iniciar el ensayo, en contacto con 3 cepas bacterianas (*E. coli*, *S. aureus* y *C. albicans*). La degradación de las membranas se realizó de la siguiente manera: Se sumergieron muestras de membrana (1 cm x 1 cm) en 5 mL de PBS con un pH de 7.2 a 37 °C con una humedad relativa del 90% y 5% de CO₂ por 6 semanas. Por gravimetría se determinó el porcentaje de degradación.

Resultados y Discusiones

En comparación con la membrana de PVA puro, las membranas de PVA/PAMPS presentaron una estructura bicapa, tal como se muestra en la Figura 1. La morfología resultante de las membranas de PVA/PAMPS mostrada por SEM asocia la capa densa al polímero PAMPS y la capa porosa a PVA con trazas de PAMPS, lo que sugiere la obtención de una estructura biomimética a la piel. La caracterización morfológica y cuantitativa de la membrana por diversas técnicas (IEC, SEM, XPS y EDX) confirmó los componentes de cada capa en las superficies de las membranas.

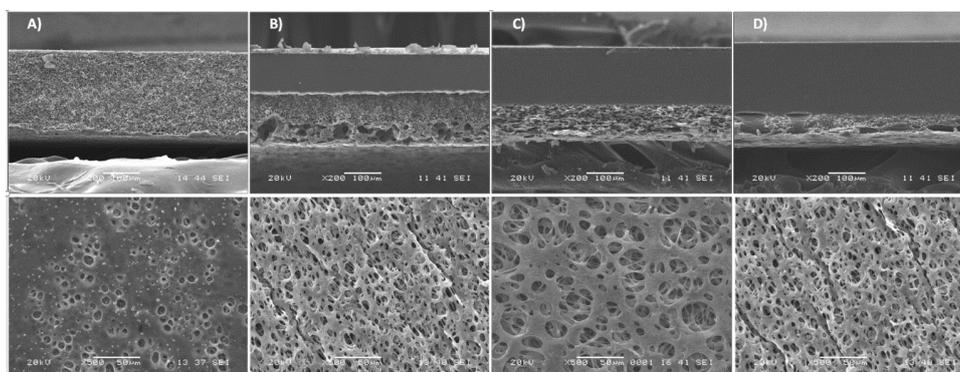
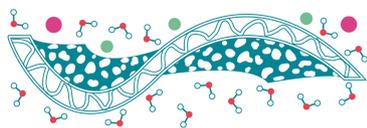


Figura 1. Sección transversal (superior) and superficial (inferior) de membranas (A) PVA and PVA/PAMPS (B) 95/5, (C) 90/10, and (D) 85/15.

La actividad antimicrobiana de cada componente (PVA y PAMPS) fue evaluada contra patógenos clínicamente relevantes como son *E. coli*, *S. aureus* y *C. albicans* por el método de microdilución. La mínima concentración inhibitoria (MCI) y la mínima concentración bactericida (MCB) se presenta en la Tabla 1. Los resultados revelaron que el PVA y PAMPS tienen diferente actividad antimicrobiana contra los patógenos evaluados. El PVA exhibe una MCI contra *E. coli* y *S. aureus* a altas concentraciones (33.3 mg/mL) sin efecto bactericida, mientras el PAMPS presenta alta eficacia con MICs significativamente bajos (1.36×10^{-3} - 39×10^{-3} mg/mL) en comparación con el PVA. Además, se observa efecto bactericida del PAMPS contra *E. coli* y *S. aureus* a una MCB = 39×10^{-3} mg/mL. Este resultado se atribuye al ambiente ácido proporcionado por el PAMPS que actúa como una barrera para el crecimiento bacteriano, ya que una reducción del pH provoca estrés en las células, lo que conlleva a la destrucción de la membrana celular (Kalinowski & Shi, 2019).



Además, se ha reportado que la presencia de nitrógeno cuaternario aumenta la actividad biocida de los polímeros (Yañez-Macias *et al.* 2019).

Tabla 1. MIC y MBC después 24 h de diluciones PVA y PAMPS.

Patogeno	PVA		PAMPS	
	MCB	MCI	MCB	MCI
	mg/mL	mg/mL	mg/mL	mg/mL
<i>E. coli</i>	NA	33.3	39×10^{-3}	1.3×10^{-3}
<i>S. aureus</i>	NA	33.3	39×10^{-3}	39×10^{-3}
<i>C. albicans</i>	NA	NA	33.3	33.3

NA: no activo

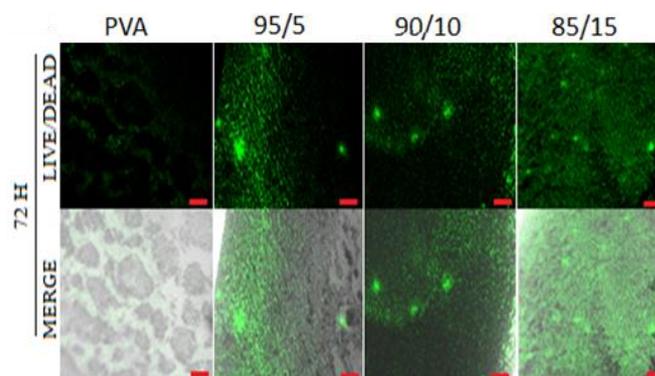
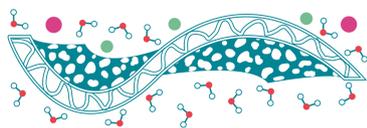


Figura.2 Florescencia confocal de las membranas PVA y PVA/PAMPS PVA/PAMPS en contacto con fibroblastos después de 72 h.

La capa microporosa con tamaños de poro entre 6 y 30 μm permite la proliferación celular. Los ensayos de biocompatibilidad indican que la adición de PAMPS a la membrana incrementa considerablemente la proliferación y viabilidad celular en las membranas. Los ensayos de fluorescencia confirman este incremento en comparación con la membrana de PVA puro, además, de respaldar la ausencia de toxicidad celular (ver figura 2).

En relación a las pruebas de degradación, la membrana de PVA fue la que presentó mayor degradación, con un porcentaje del 19.8. Las membranas de mezclas de PVA/PAMPS alcanzaron una menor biodegradación de 8.6% después de las 6 semanas, esto se puede atribuir a interacciones tipo puente de hidrógeno que podrían estar formando los diferentes grupos presentes en el PAMPS y PVA, que inhiben parcialmente la hidrólisis del PVA (ver figura 3). El tiempo y porcentaje de degradación está dentro del intervalo del proceso de cicatrización de heridas, ya que la velocidad de proliferación celular podría demorar entre 1 y 6 semanas. El proceso de degradación



del material es útil ya que contribuye a la formación de tejido nuevo en la herida mientras el material se elimina lentamente.

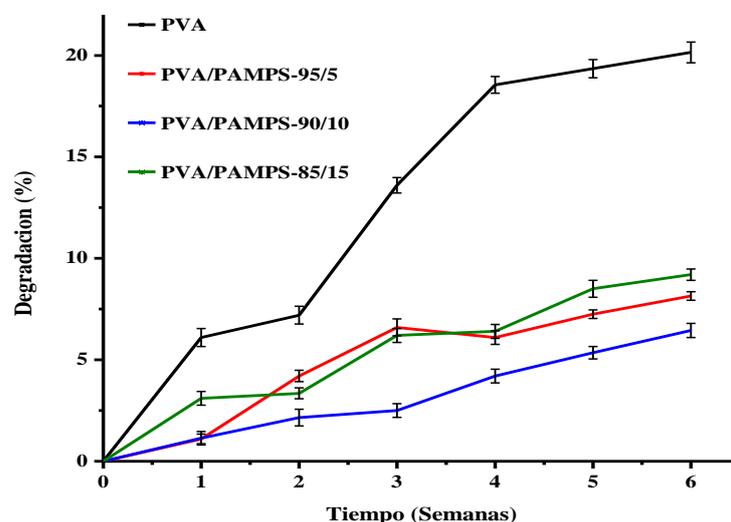


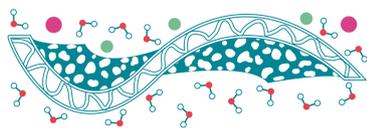
Figura 3. Ensayo de degradación para las membranas PVA y PVA/PAMPS entrecruzadas.

Conclusiones

Se comprobó que la introducción de PAMPS en las membranas fue altamente efectiva para mejorar su biocompatibilidad (proliferación y viabilidad celular de fibroblastos). Además, las membranas de PVA/PAMPS exhibieron inhibición de cepas bacterianas como *E. coli* y *S. aureus*, siendo el PAMPS el agente activo que proporciona actividad bacteriostática o bactericida a las membranas.

Referencias

- Kamoun EA, Kenawy E, Xin C. (2017). *A Review on Polymeric Hydrogel Membranes for Wound Dressing Applications: PVA-Based Hydrogel Dressings*. *Journal of Advanced Research*. 8, 17-33.
- Ghomi R, Khalili S, Ramakrishna S. (2019). *Wound Dressings: Current Advances and Future Directions*. *Journal of Applied Polymer Science* 136, 1-12.
- Kalinoski R, Shi J. (2019). *Hydrogels Derived from Lignocellulosic Compounds: Evaluation of the Compositional, Structural, Mechanical and Antimicrobial Properties*. *Industrial Crops and Products* 128, 323-330.
- Yañez-Macias R, Muñoz-bonilla A, De Jesus-Tellez MA, Maldonado-Textle H, Guerrero-Sánchez C, Schubert US. (2019). *Combinations of Antimicrobial Polymers with Nanomaterials and Bioactives to Improve Biocidal Therapies*. *Polymers* 11, 1789.



TEMA 2: FENÓMENOS DE TRANSPORTE

Síntesis y caracterización del polímero: PTFE-g HEMA mediante radiación gamma, para carga y liberación del ciprofloxacino.

B. E. Ramírez-Flores, E. Bucio-Carrillo

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.
benito.ramirez@correo.nucleares.unam.mx, ebucio@nucleares.unam.mx

Palabras Clave: Copolímero de injerto, Radiación gamma, Transportador.

Introducción

Polímeros en la solución de problemas

Para dar solución a las crecientes problemáticas en cuanto al uso de fármacos, por ejemplo: la resistencia bacteriana, tamaño de la dosis y daño a órganos colaterales; se requiere del desarrollo de nuevas vías de administración, como la implementación de un agente transportador. Los polímeros, cuya versatilidad es muy elevada, representan una opción muy prometedora. Al ser mezclados se generan materiales con nuevas y diferentes características, llamados copolímeros.

Radiación gamma en la síntesis de Copolímeros de injerto.

Se ha demostrado que es posible la creación de copolímeros usando radiación gamma como generadora de radicales, esta técnica no genera residuos, brinda una buena uniformidad y posee una gran penetrabilidad (Ramírez-Fuentes Y.S. *et al.*, 2015). En el presente trabajo se aborda la síntesis del copolímero conformado por: poli(tetrafluoroetileno) (PTFE) como matriz, injertada con el monómero: 2-hidroxietilmetacrilato (HEMA).

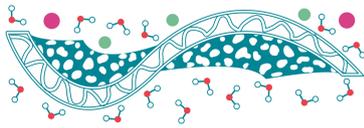
Transporte de fármacos

Se tuvo por objetivo, sintetizar una matriz inteligente capaz de hincharse al hidratarse para encapsular al ciprofloxacino, un antibiótico de amplio espectro, compactarse al secado y volverse a hinchar para liberarlo a condiciones fisiológicas, con lo que se busca incrementar la biodisponibilidad, hasta el punto de ponerlo en contacto directo con el órgano diana; que para este caso es muy grande (tracto gastrointestinal) puesto que nos enfocamos más en la creación del material.

Materiales y Métodos

Se utilizó PTFE de la marca goodfellow, los dos monómeros se adquirieron en Sigma-Aldrich y se utilizó un núcleo de Cobalto-60 como fuente de radiación gamma, ubicado en el anexo "Gammabeam" de esta institución.

En la generación del copolímero de injerto, se optó por el método de preirradiación oxidativa, realizando la irradiación de las muestras en presencia de aire y la reacción de polimerización en



ausencia de este. Las condiciones óptimas de injerto se determinaron mediante la valoración del efecto de cuatro variables principales: la dosis de radiación, la temperatura, la concentración del monómero y el tiempo de reacción. Se evaluaron las propiedades estructurales y fisicoquímicas del copolímero resultante. Por FTIR-ATR se identificaron los enlaces pertenecientes a los componentes de cada muestra, con el DSC se evaluó el punto de fusión y de transición vítrea, por TGA evaluamos la resistencia del material al incremento de temperatura. A su vez se determinó el hinchamiento límite de las muestras en agua destilada a condiciones estándar y se evaluó el grado de hidrofiliicidad de las muestras por ángulo de contacto.

Se cargó el ciprofloxacino a condiciones estándar y se liberó a condiciones fisiológicas, la concentración máxima fue de 0.02 mg/ml. Se siguió la evolución de la carga y liberación por espectrofotometría midiendo la variación de la absorbancia (a 270nm) al paso del tiempo.

Resultados y Discusión

El injerto del HEMA sobre PTFE se confirmó por FTIR-ATR. El porcentaje de injerto se determinó por diferencia de peso, el cual osciló entre 0.3-29 %.

De acuerdo a los análisis fisicoquímicos, este nuevo material expone parcialmente las propiedades mecánicas de sus componentes; tuvo nula alteración de su punto de fusión sin aparente temperatura de transición vítrea además, disminuyó su resistencia a la descomposición por calor perdiendo el 10% de su masa a 332.88 °C y no a 535.77 °C como en un principio; sin embargo, no llegó al rango en el que será usado; así mismo, incrementó su capacidad de hinchamiento un 3.55 % y se hizo 18 % más hidrofílico que en un inicio.

Se realizó con éxito la carga y liberación del fármaco ciprofloxacino, tanto la carga como la liberación aumentan gradualmente en función del tiempo, la carga máxima fue de 5.142 ug y liberó 4.962 ug lo que representa una liberación del 96.5% del fármaco cargado.

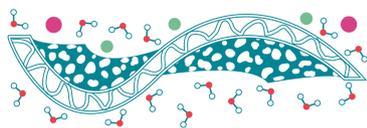
Conclusiones

Realizamos con éxito el injerto del HEMA sobre el PTFE mediante la técnica de radiación gamma.

La carga y liberación del fármaco cicloproxacino se realizó en pequeñas cantidades, pero de manera exitosa.

Referencias

Ramírez-Fuentes Y.S., Bucio E. y Burillo G. (2007) *Radiation-induced grafting of N-isopropylacrylamide and acrylic acid onto polypropylene films by two steps methods*. Nuclear Instrument and Methods in Physics Research, Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms, 265(1),183-186.



TEMA 3: MEMBRANAS EN EL TRATAMIENTO DE EFLUENTES

Implementación de un filtro modular de lecho empacado para la remoción de cromo total en efluentes acuosos utilizando compositos Quitosano/magnetita/NP de carbono

A.F. García Morales¹, I. Olvera-Rodríguez¹, E. A. Elizalde Peña¹, R. Nava Mendoza¹, J. Ledesma García¹, J. A. Rodríguez Morales¹

¹ Facultad de Ingeniería U.A.Q

* E-mail: josealberto970@hotmail.com, adrian.ferrucio@gmail.com

Palabras clave: Nanopartícula; Quitosano; Magnetita; Filtración

Introducción

Hoy en día los ecosistemas y seres humanos se encuentran en constante peligro por la presencia de metales pesados disueltos en efluentes acuosos, esto principalmente ocasionado por actividades antropogénicas. Estos metales son difíciles de detectar debido a su naturaleza iónica que los hace solubles en agua, no generan marcadores para detectarlos como lo son el olor o color debido a su baja concentración, aunque esto no significa que no sean tóxicos.

Pueden estar presentes en determinadas cantidades en aguas residuales, ríos, embalses naturales y aguas costeras. El mayor problema al verter agua contaminada con metales pesados, es la bioacumulación en los seres vivos lo que desencadena problemas de salud pública, por lo que es de vital importancia desarrollar un método que use materiales que sean capaces de retener estos metales de forma eficaz, económica y sustentable.

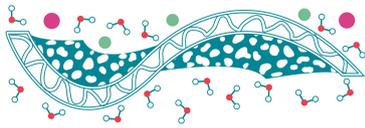
La solución que se presenta es el desarrollo de un filtro modular usando diferentes compuestos a base de quitosano utilizando magnetita, cáscara de plátano y nanopartículas de carbono para la remoción de cromo total de aguas residuales. Estos componentes son utilizados debido a su naturaleza sustentable ya que todos se obtienen a partir de materia prima considerada desecho o plaga, haciendo de esta una técnica sustentable, de fácil desarrollo y económica.

Problemática

En los últimos años la contaminación por metales pesados ha ido aumentando de manera alarmante, causando un impacto al medio ambiente y siendo cada vez un caso más relevante de salud pública a nivel mundial (Areco, 2011).

La contaminación de estos metales se derivan al aumento desmedido de algunas actividades antropogénicas que carecen de una regulación adecuada para el correcto manejo de los desechos que de esta resultan; esto se ve reflejado en un aumento desmedido en los índices de metales presentes en aguas residuales (Monitoring et al., 2019).

Uno de los metales con mayor índice de prevalencia en aguas residuales derivadas de actividades industriales es el cromo, cuando este es vertido sobre los efluentes acuosos que terminan como agua de consumo doméstico, causa problemas dérmicos como irritación y en casos más graves es



un agente causante de cáncer de estómago, por tal motivo el desarrollo de métodos para la remoción de dichos metales que sean eficientes es de vital importancia. (Ambientales et al., 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 cromo en el agua son; la precipitación química, adsorción, electro-disposición, ósmosis inversa y la filtración, esta consiste en la remoción de partículas suspendidas y coloidales presentes en una suspensión acuosa que escurre a través de un medio poroso (Caviedes-Rubio et al. 2017).

la principal ventaja de usar este último método es que se puede utilizar un reactor de lecho empacado, ya que se cuenta con la mayor tasa de conversión por peso de catalizador que otros reactores de este tipo; dicha conversión se consigue con base en la cantidad de catalizador sólido y no en el volumen del reactor (Fogler, n.d.). Así, este método resulta ser práctico y eficaz en aplicaciones industriales donde generalmente se trabaja en condiciones de flujo continuo (Ríos & Ortega, 2013).

Justificación

La contaminación de los recursos hídricos por metales pesados es actualmente un importante foco de preocupación debido a que entre las amenazas que estos presentan como su alta toxicidad aun en cantidades muy pequeñas. Se encuentra difícil su detección ocasionada por su solubilidad y ausencia de indicadores como olor o color (dependiendo de su concentración) por lo que se requiere un sistema eficiente de tratamiento que sea capaz de retener y remover estos metales del agua contaminada. Por lo tanto, un proceso de adsorción, como el presente en este trabajo, presenta una ventaja a comparación de otros métodos ya que es más económico, amigable con el medio ambiente y no requiere otros agentes químicos.

Objetivo

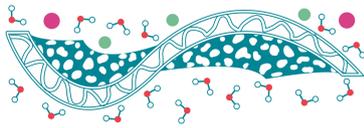
Remover cromo total de aguas residuales utilizando un sistema de lechos empacados utilizando quitosano y nanopartículas de carbono hasta tener los niveles permitidos de acuerdo a la NOM-001-SEMARNAT-1996 (SEMARNAT, 1996).

Materiales y Métodos

- Mediante la técnica de precipitación se genera el compuesto de Quitosano GMA.
- Para la generación de magnetita se utiliza el método de coprecipitación química.
- Las nanopartículas de carbono se obtienen mediante un tratamiento térmico.

Al tener la magnetita lista, esta se mezcla en la solución de quitosano dejando que se distribuya homogéneamente por medio de agitación, una vez obtenida la solución, se procede a generar una membrana de este material, mientras que se procede a generar un lecho a base de las nanopartículas de carbono.

Generación del filtro



El filtro se generó utilizando un tubo de PVC transparente de 41.27 mm de diámetro interior y 50 cm de altura, al filtro se agregaron diferentes lechos empacados: Zeolita, Arena sílica, Compuesto quitosano-pectina-Magnetita, nanopartículas de carbono, Arena sílica, Zeolita y Carbón activado respectivamente en esa posición de arriba hacia abajo

Filtración

Para llevar a cabo la filtración del agua residual se hizo una disolución de la muestra madre de 648 mg/L para llevarla a 13 mg/L de cromo total. Posteriormente se procedió a filtrar del agua residual con concentración inicial de 13 mg/L y dejarla fluir por aproximadamente 5 días hasta filtrar toda el agua.

Resultados y Discusiones

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

Para la determinación de las nanopartículas de carbono se procedió a realizar una microscopía electrónica de transmisión con el objetivo de observar su tamaño y forma, posteriormente se realizó un histograma de la distribución de tamaño, los cuales se pueden observar en la Figura 1 y 2 respectivamente.

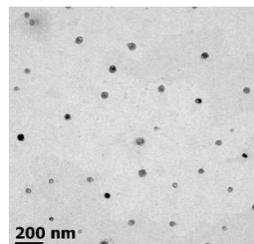


Figura 1. Microscopía TEM de las nanopartículas de carbono

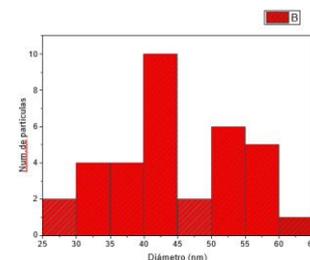


Figura 2. Distribución del diámetro de la nanopartícula

En la tabla 1 se puede observar un resumen de la comparación de remoción de cada uno de los materiales puestos a prueba donde se puede observar la máxima remoción de cada material de color naranja.

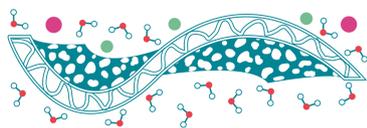


Tabla 1 Comparación de la remoción de los materiales puestos a prueba con respecto a la concentración de cromo total

Concentración (ppm)/Materiales	PORCENTAJE DE REMOCIÓN %				
	Quitosano	Quitosano-Pectina	Quitosano-Magnetita	Quitosano-Pectina-Magnetita	Nanopartículas de carbono
1.0	99%	45%	10%	10%	9%
2.0	70%	42%	13%	51%	3%
3.0	72%	44%	15%	32%	3%
5.0	45%	47%	39%	14%	42%
8.0	29%	49%	51%	45%	59%
10.0	24%	54%	55%	36%	58%
13.0	40%	64%	54%	44%	55%
15.0	44%	19%	52%	29%	57%

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-SEMARNAT-1996, por lo que se puede evidenciar que el valor analizado está dentro de los LMP de la norma.

Tabla 2. Concentración inicial y final de la filtración de agua residual.

Parámetros	Agua residual	Agua filtrada	LMP
PH	7	7	---
Temperatura	24.5°C	24.5°C	---
Concentración	13.0 mg/L	0.060 mg/L	1.0 mg/L

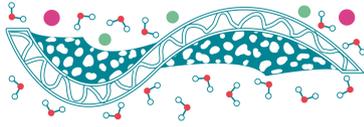
Se puede observar la disminución de la concentración de cromo total del agua filtrada hasta 0.060 mg/L, es decir, por debajo de los límites máximos permisibles según la NOM-001-SEMARNAT-1996. Esto representa una retención del 99% en la concentración de cromo total.

Conclusiones

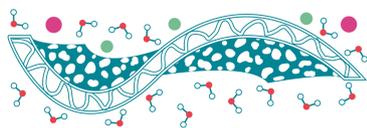
El uso del sistema de lechos empacados utilizando quitosano/magnetita y nanopartículas de carbono demostraron ser materiales factibles para la remoción de cromo en los efluentes acuosos, ya que al analizar el agua después del proceso, los niveles de Cr están por debajo de los niveles permisibles que marca la norma NOM-001-SEMARNAT-1996.

Bibliografía

- Ambientales, S., Cr, E., Fabricaci, G., Cr, E. (2016). *Efectos del Cromo Hexavalente Sobre la Salud*.
- Areco, M. del M. (2011). *Biosorción: un método alternativo para el tratamiento de la contaminación ambiental por metales pesados*. ResearchGate, July 2017, 170. <https://www.researchgate.net/publication/260080768%0D>
- Caviedes Rubio, D. I., Muñoz Calderón, R. A., Perdomo Gualtero, A., Rodríguez Acosta, D., & Sandoval Rojas, I. J. (2017). *Tratamientos para la Remoción de Metales Pesados Comúnmente Presentes en Aguas Residuales Industriales. Una Revisión*. *Ingeniería y Región*, 13(1), 73.
- Fogler, H. S. (n.d.). *Elements of Chemical Reaction Engineering*.



- Monitoring, E., Narsimha, A., 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* *Assessment of heavy metal (HM) contamination in agricultural soil lands* i. March. <https://doi.org/10.1007/s10661-019-7408-1>
- Ríos, V., Ortega, C. (2013). *Predicción de las curvas de ruptura para la remoción de plomo (II) en disolución acuosa sobre carbón activado en una columna empacada*. Rev. Fac. Ing. Univ. Antioquia 66, 141-158.
- SEMARNAT, S. de M. A. y R. N. (1996). NOM-001-SEMARNAT-1996 Límites Máximos Permisibles De Contaminantes En Las Descargas De Aguas Residuales En Aguas Y Bienes Nacionales. Norma Oficial Mexicana, 33. <https://doi.org/10.1109/ICRA.2011.5979960.Design>
- Sun-Kou, R., Obreg, D., Luc, A., Aylas-orej, J. (2014). *Adsorption of heavy metals using activated carbons prepared from aguaje stones*. 80(51), 225–236.



Utilización de métodos quimiométricos como herramienta de optimización de óptodos para Hg(II), Cd(II) y Pb(II) basados en membranas poliméricas de inclusión

J. García Beleño¹, E. Rodríguez de San Miguel¹

¹Departamento de Química Analítica, Facultad de Química, Universidad Nacional Autónoma de México, (UNAM), 04510 Ciudad de México, México
jgarciab@comunidad.unam.mx

Palabras clave: Membrana polimérica de inclusión; Óptodo; Función deseabilidad; Parámetro de optimización; Metodología de superficie de respuesta; Análisis de componentes principales

Introducción

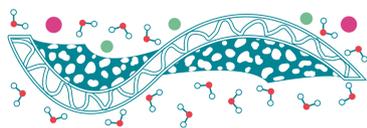
Es bien sabido que existe una problemática ambiental debida a los metales pesados, principalmente en cuerpos de agua (Tchounwou et al. 2012), por lo que se han desarrollado tecnologías cada vez más limpias como lo es el uso de membranas poliméricas de inclusión en sensores óptico-químicos (Hisamoto & Suzuki 1999; Oehme & Wolfbeis 1997). Estos sensores consisten generalmente en la integración de un reactivo (ionóforo o cromóforo) por adsorción, atracción electrostática o enlace químico al soporte sólido. Su desarrollo ha permitido determinar metales como Hg²⁺, Cu²⁺, Al³⁺ entre otros, utilizándose métodos de detección como absorción, fluorescencia, luminiscencia etc., empleándose en cada caso composiciones diferente de membrana (Almeida et al. 2017).

Por otro lado, a medida que avanzan los desarrollos tecnológicos, la complejidad en las investigaciones aumenta requiriéndose trabajar con sistemas que involucran múltiples variables, en este ámbito, la quimiometría se ha convertido en un área ampliamente destacada en el desarrollo de estrategias que ayuden a evaluar e interpretar datos químicos (Santos et al. 2019).

En el presente estudio se propone el uso de un sensor óptico químico, optimizado por medio de herramientas quimiométricas, para la determinación selectiva de Hg²⁺, Cd²⁺ y Pb²⁺, empleando la técnica de espectroscopía de ultravioleta visible, considerando que se requiere el desarrollo de nuevos dispositivos que sean fáciles de diseñar, sensibles y altamente selectivos.

Materiales y Métodos

Con el fin de encontrar la composición óptima del sensor, se seleccionó una matriz de diseño de Doehlert, para 4 factores (tiempo de agitación y cantidades de cromóforo, plastificante y triacetato de celulosa) cada uno a diferentes niveles (García-Beleño & Rodríguez de San Miguel Guerrero, 2021), utilizando dos cromóforos diferentes, difeniltiocarbazona (ditizona) y 1-(2-piridilazo) -2-naftol (PAN). Los sensores se prepararon pesando cantidades de CTA, plastificante (THEP o 2NPOE) y cromóforo (PAN o Ditizona, Dz), de acuerdo con las cantidades indicadas por la matriz de diseño (García-Beleño and Rodríguez de San Miguel Guerrero, 2021), se disolvieron en una mezcla de diclorometano-etanol 1: 9 (v v), ésta mezcla se agitó durante 1 h hasta homogeneidad, luego se vertió en una caja Petri y se dejó evaporar durante 24 h. A continuación, se desprendieron las membranas de la caja de Petri y, posteriormente, se adquirió el espectro visible.



Los sensores preparados se sometieron a agitación en presencia de 30 mL de una disolución que contenía el ion metálico, a una concentración de 2×10^{-5} mol/L y pH 6,5, ajustada con tampón MES 10^{-2} mol/L. Cada sensor se sometió a agitación a diferentes tiempos, como se indica en la matriz de diseño (García-Beleño & Rodríguez de San Miguel Guerrero, 2021). Una vez finalizada la agitación, se secaron las membranas a temperatura ambiente y se midió el espectro visible para, posteriormente, realizar el procesamiento y análisis de los datos.

Resultados y Discusiones

Uno de los principales desafíos fue encontrar una respuesta adecuada para la matriz DoE, de tal manera que se conserve la mayor parte de la información sobre el sistema membrana/(membrana + metal). Por tanto, se llevaron a cabo y luego se compararon tres estrategias (M1, M2 y M3) para evaluar la respuesta, incluirla en el DoE y así llevar a cabo la optimización de la composición del sensor. Cada estrategia se empleó para sensores preparados con tres iones metálicos diferentes (Cd(II), Hg(II) y Pb(II)) y dos agentes cromóforos (Ditizona, Dz y PAN). Los tres métodos diferentes se compararon utilizando un mapa de calor de los coeficientes de sus funciones de deseabilidad (Fig. 1). Se recomienda el método de procesamiento M3, realizado utilizando los valores de score de los dos primeros componentes principales después de restar los espectros normalizados de las membranas antes y después de la complejación, ya que generó diferencias más perceptibles entre las PIMs en el Diseño de Experimentos (DoE). Los valores óptimos fueron tiempos de 35 a 65 min, y las cantidades fueron: 0,53 mg a 1,0 mg de cromóforos, 34,4 a 71,9 mg de plastificantes y 62,5 a 100 mg de triacetato de celulosa, según el ion metálico. Además, este método arrojó los mejores resultados en términos de interpretabilidad y un cambio de color fácilmente discernible, por lo que se recomienda como un método de optimización novedoso para este tipo de óptodo basado en PIMs.

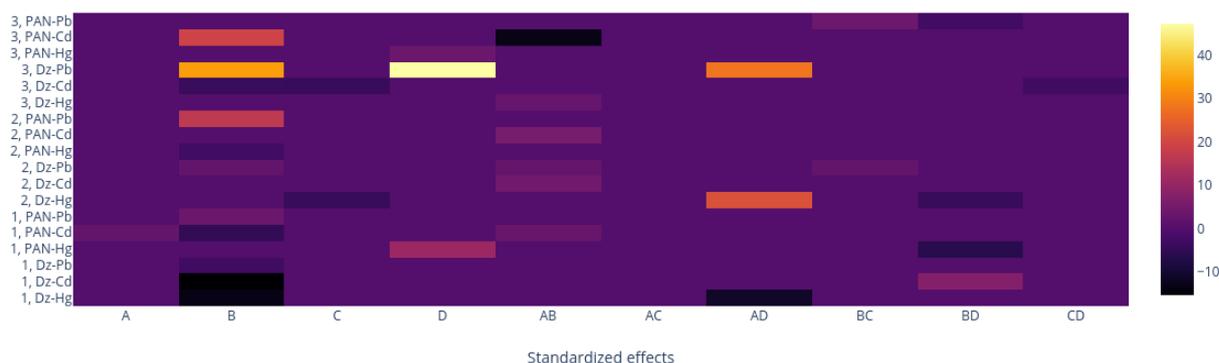
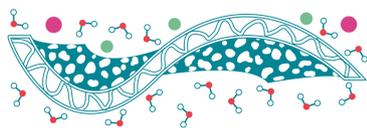


Figura 1. Mapa de calor de los coeficientes de las funciones de deseabilidad generadas por los tres métodos de procesamiento diferentes (M, M2, M3). A: Tiempo; B: cromóforo. C: plastificante; D: CTA.

Conclusiones

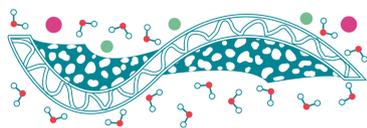
La optimización de los optosensores de Hg(II), Cd(II) y Pb(II) utilizando ditizona y PAN como cromóforos para su aplicación en solución acuosa se llevó a cabo con éxito mediante la integración



de análisis RSM y PCA. La comparación de tres métodos de procesamiento diferentes, mostraron que M3 permite la detección de diferencias más discernibles entre los PIM en el diseño DoE. Aunque cada método de procesamiento dio resultados característicos, en general, tendieron a dar la misma importancia a variables similares, pero con diferentes pesos, de acuerdo con los análisis ANOVA y Pareto de los coeficientes de las reducciones de PCA de sus funciones de deseabilidad. Como M3 se centra en los cambios relevantes después de que se ha producido la complejación del cromóforo y el metal, el método de espectro completo desarrollado se puede utilizar cuando los métodos basados en bandas presentan problemas relacionados con la superposición, el desplazamiento y la distorsión de las señales.

Referencias

- Almeida, M. Inês G.S., Robert W. Cattrall, Spas D. Kolev. (2017). *Polymer Inclusion Membranes (PIMs) in Chemical Analysis - A Review*. *Analytica Chimica Acta* **987**, 1–14.
- García-Beleño, J, Rodríguez de San Miguel Guerrero E. (2021). *Integration of Response Surface Methodology (RSM) and Principal Component Analysis (PCA) as an Optimization Tool for Polymer Inclusion Membrane Based-Optodes Designed for Hg(II), Cd (II), and Pb(II)*. *Membranes* **11**(288).
- Hisamoto H., Suzuki K. (1999). *Ion-Selective Optodes: Current Developments and Future Prospects*. *TrAC - Trends in Analytical Chemistry* **18**(8), 513–24.
- Oehme I., Wolfbeis O S. (1997). *Optical Sensors for Determination of Heavy Metal Ions*. *Microchimica Acta* **126**, 177–92.
- Santos, Mônica Cardoso et al. (2019). *Chemometrics in Analytical Chemistry - An Overview of Applications from 2014 to 2018*. *Ecletica Química* **44**(2), 11–25.
- Tchounwou P.B., Yedjou CG, Patlolla A.K., Sutton D.J. (2012). 101 Molecular, Clinical and Environmental Toxicology *Molecular, Clinical and Environmental Toxicology Volume 3: Environmental Toxicology*.



Síntesis de una membrana compuesta de gelatina-cerámica para remoción de contaminantes emergentes en agua

V. Pérez-Moreno^{1,*}, J. G. Estrada-Pérez¹, M.A. Ramos-López¹, J. Campos-Guillen¹, R. Nava-Mendoza², J.A. Rodríguez-Morales².

¹ Facultad de Química, ² Facultad de Ingeniería, Universidad Autónoma de Querétaro, Cerro de las Campanas s/n, Querétaro, Qro., C.P. 76010 México.

* Autor de correspondencia: vperez@uaq.mx

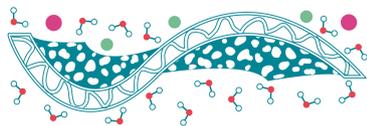
Palabras clave: membranas cerámicas; gelatina, contaminantes emergentes

Introducción

La descontaminación del agua y su reciclaje es uno de los principales desafíos que enfrenta el mundo. En los últimos años, el uso de contaminantes emergentes ha aumentado a nivel mundial. Estos contaminantes emergentes llegan al agua a través de las heces de los humanos y los animales y por medio de escorrentías afectando directamente a las algas, cianobacterias y otros microorganismos que comprometen la cadena trófica de ecosistemas acuáticos. Por tal motivo, diferentes tecnologías se han implementado para eliminar o degradar los compuestos emergentes. El uso de membranas cerámicas presenta distintas ventajas sobre otras técnicas. Nos permite crear un ambiente favorable para obtener los resultados deseados, además de ser una técnica de bajo costo. Por otra parte, el uso de la gelatina porcina nos permitirá cubrir los poros de la membrana y retener en la proteína el compuesto del contaminante emergente sin generar ningún subproducto que pudiera resultar más contaminante como en otros procesos (Guardado et al, 2019). Este trabajo presenta la síntesis de membranas cerámicas impregnadas con gelatina porcina para su eliminación de contaminantes emergentes en agua: tetraciclina, carbamazepina y amoxicilina (antibióticos ampliamente utilizados y que se encuentra con frecuencia en el agua tratada) por filtración por membrana. Para ello, se prepararon membranas tubulares compuestas de cerámica-gelatina y se utilizan para la nanofiltración de una solución de contaminantes emergentes.

Materiales y Métodos

Las membranas cerámicas utilizadas (Tami industries, ZrO₂/TiO₂, 250 mm de largo, 6 mm Ø interno, 10 mm Ø externo, superficie de 0.0047 m² y 0,4 µm de diámetro de poro), se prepararon de acuerdo al procedimiento realizado en el Instituto Europeo de Membranas (de Cazes et al., 2015). Las membranas compuestas así preparadas se analizaron por Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) para determinar su morfología. Los experimentos de nanofiltración se realizaron con una solución de contaminantes emergentes (20 ppm) preparado en agua de ósmosis (6 h de filtración a $\Delta P = 2$ bar, $u = 0,5$ m s⁻¹, 25 ° C). Las muestras de retenido se analizan periódicamente mediante espectroscopia UV-vis.



Resultados y Discusiones

Las imágenes MEB (Figura 1) de las membranas antes (a) y después del depósito (b) de la gelatina muestran que aparentemente no existe una capa homogénea del biopolímero sobre la superficie del soporte. Sin embargo, los aglomerados de biopolímeros parecen haber penetrado en la porosidad del soporte.

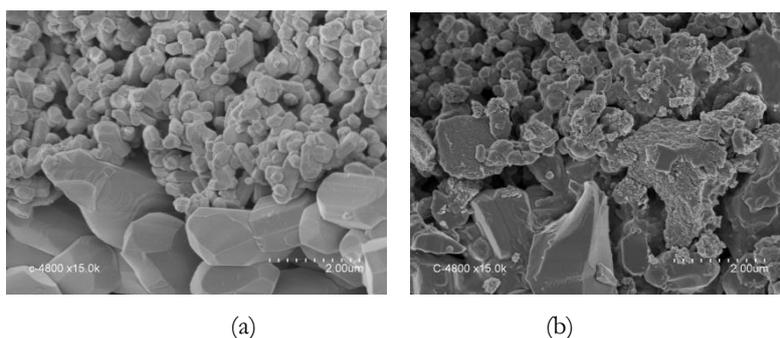


Figura 1. Imágenes MEB de membranas cerámicas (a) antes de depósito de gelatina y (b) después de filtración de una solución de gelatina (10 g L^{-1}).

Estas membranas compuestas de gelatina-cerámica son evaluadas para la remoción mediante la filtración de contaminantes emergentes.

Conclusiones

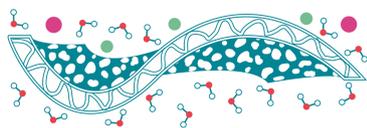
De acuerdo a la síntesis de la membrana compuesta de gelatina-cerámica se demuestra que los aglomerados han sido depositados en la porosidad de la membrana para realizar la posterior separación de los contaminantes emergentes mencionados.

Agradecimientos

Agradecemos a la Universidad Autónoma de Querétaro por el apoyo del proyecto FONDEC-UAQ -2021.

Referencias

- 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.
- Guardado, A. L. P., Belleville, M. P., Alanís, M. D. J. R., Saldivar, R. P., Sanchez-Marcano, J. (2019). Effect of redox mediators in pharmaceuticals degradation by laccase: A comparative study. *Process biochemistry*, **78**, 123-131.



TEMA 4: MEMBRANAS PARA BATERÍAS DE IONES (LI, NA⁺, K⁺), DE FLUJO, DE METAL-AIRE, ETC.

Síntesis y caracterización de una membrana PVA/PAA para su incorporación en una batería Zinc – Aire.

C.A. Coello-Mauleón¹, W.N. Velázquez Arjona^{1*},

¹ Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica.

* E-mail: wvelazquez@cideteq.mx

Palabras clave: Membrana; Solvent Casting; PVA; PAA;

Introducción

El alcohol de polivinilo (PVA) es un polímero que es bastante soluble en agua. Pero se requiere insolubilidad para la aplicación en fibras o en películas, por lo que es necesario mejorar la insolubilidad del PVA en agua. Algunos de los métodos para lograr esto es la acetalización por un monoaldehído para introducir una estructura insoluble contra el agua en el PVA. En este caso la insolubilidad se obtiene sustituyendo sus grupos hidroxilo por grupos hidrofóbicos. En este trabajo se utiliza una reacción de reticulación por esterificación entre el poliácido acrílico (PAA), para evitar la solubilidad, que a su vez le aporta flexibilidad y un grado de retención de agua superior para su uso en baterías metal – aire.

Materiales y Métodos

Se realizó la síntesis de una membrana de Polialcohol de vinilo/Poliácido acrílico (PVA/PAA) con relación másica (1:1) por método de la técnica de evaporación de solvente y se logró un entrecruzamiento de los polímeros por medio de una reacción de esterificación entre sus grupos funcionales. Se utilizó PVA (Mw. 9,000 – 10,000) y PAA (Mw. 1,800) para la síntesis, y agua MiliQ como solvente. Se mezclaron ambos polímeros hasta conseguir una mezcla homogénea y fueron vertidos en cajas Petri para someterlos a secado a 60 °C durante 6 h. Finalmente pasado este tiempo fueron tratados térmicamente en un horno tubular con atmósfera controlada de N₂ durante distintos tiempos de reacción. Al término de esto, se pesaron y cortaron en trozos de 1 cm² y fueron sumergidos en una solución 0.5M KOH para realizar las pruebas de intercambio iónico (IEC) y de retención. Además, fueron caracterizadas por medio de espectroscopia Raman.

Resultados y Discusiones

Se obtuvieron membranas con un espesor controlable menores a 90 micras, en las cuales podemos observar en la tabla 1 que mientras aumentamos el grado de reticulación también aumenta la retención de líquido, pero disminuye la capacidad de intercambio iónico y la deformación de la membrana. La disminución del IEC podría deberse a la pérdida de grupos funcionales en la matriz, debido a la esterificación, y la disminución del crecimiento por el alto grado de reticulación, ocasionando que la matriz quede entrecruzada.

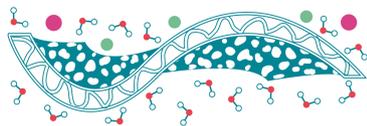


Tabla 1. Tabla de comparación entre distintos tiempos de tratamiento térmico para una membrana PVA/PAA realizada por Solvent Casting.

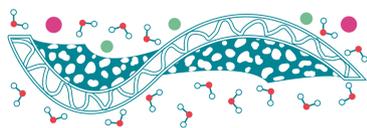
Membrana	Espesor (μm)	Peso seco (mg)	Peso húmedo (mg)	Retención (%)	Área membrana húmeda (cm^2)	IEC
1 hora	44	5.73	32	329	3.80	0.4847
2 horas	55	5.7	22.3	344	3.48	0.4634
3 horas	65	6.7	29.7	345	2.9	0.4274
4 horas	83	8.9	44.9	404	2.77	0.344

Conclusiones

El Alcohol de polivinilo fue mezclado con poliácido acrílico para fabricar membranas con alta resistencia al agua, conferida por la reacción de reticulación. Las conclusiones obtenidas por los resultados; el grado de avance de la reacción de reticulamiento afecta de manera importante la razón de hinchamiento de la membrana, disminuyendo el crecimiento, pero también afecta al desempeño de intercambio iónico.

Referencias

- Dae Sik Kim., (2004). *Proton conductivity and methanol transport behavior of cross-linked PVA/PAA/silica hybrid membranes*, *Solid State Ionics* **176**, 117-126.
- Tran, T. N. T., Chung, H., & Ivey, D. G. (2019). *A study of alkaline gel polymer electrolytes for rechargeable Zinc–Air batteries*. *Electrochimica Acta*, 135021.
- Wu, G. M., Lin, S. J., & Yang, C. C. (2006). *Alkaline Zn-air and Al-air cells based on novel solid PVA/PAA polymer electrolyte membranes*. *Journal of Membrane Science*, **280**(1-2), 802–808



Membranas PVA/PAA electrohiladas para su aplicación en baterías Zinc-aire

M.V. Contreras-Martínez¹, B.L. España-Sánchez¹, L. Álvarez-Contreras², M. Guerra-Balcázar³, A. Álvarez-López³, L.G. Arriaga, N. Armendáriz^{1,*}.

¹ Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica SC, Parque Tecnológico Querétaro s/n Sanfandila, Pedro Escobedo, Qro., 76703, México

² Centro de Investigación en Materiales Avanzados S. C., Complejo Industrial Chihuahua, Chihuahua C. P. 31136, México

³ Facultad de Ingeniería, División de Investigación y Posgrado, Universidad Autónoma de Querétaro, Querétaro C. P. 76010, México

* wvelazquez@cideteq.mx

Palabras clave: Membranas; PVA/PAA; electrohilado; batería zinc-aire.

Introducción

Una batería zinc-aire flexible (ZABs) consiste en un cátodo de aire, un ánodo de zinc, un electrolito semisólido/sólido, un separador, colectores de corriente y materiales de empaque. El electrolito semisólido/sólido es el medio para conectar iónicamente el cátodo y el ánodo, que es un componente clave para el rendimiento de las ZABs, incluida la vida útil del ciclo, las características de velocidad y la potencia de salida.^{[1],[2],[3]}

Para obtener una conductividad iónica alta, resistencia mecánica, flexibilidad y buen contacto interfacial con electrodos, reportamos la preparación y propiedades características de una membrana polimérica electrohilada de PVA (polivinil alcohol) /PAA (ácido poliacrílico) para su aplicación en baterías Zinc-aire.

Materiales y Métodos

La película electrohilada se realizó preparando soluciones de PVA ($M_v=89,000-98,000$) y PAA ($M_v = 450,000$) al 10% en una relación estequiométrica 1:1, posteriormente la solución que contenía ambos polímeros fue vertida a una jeringa, con una tensión aplicada de 15 Kv, un caudal de 3 $\mu\text{L}/\text{min}$, 15 cm de separación de la punta de la aguja al colector y 1800 rpm. Las membranas se caracterizaron por medio de espectroscopia Raman con un láser de 785nm y con un filtro del 50%, además se realizaron pruebas de IEC y lixiviación de KOH.

Resultados y Discusiones

La caracterización por espectroscopía Raman, reveló que las membranas PVA/PAA mostraron las señales características de los polímeros individuales en las regiones 890, 1091, 1300, 1427, 1627, y 2991 cm^{-1} , mientras que los resultados obtenidos para el IEC la membrana reticulada a 160°C, alcanzo un promedio de 1.58 mmol/g, mientras que para la membrana reticulada a 120°C fue de 0.81 mmol/g.

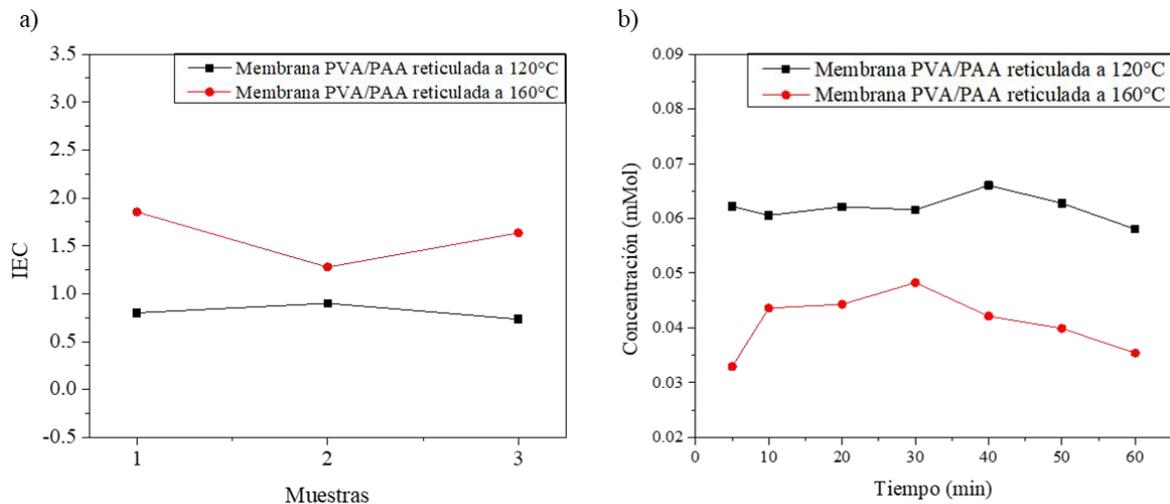
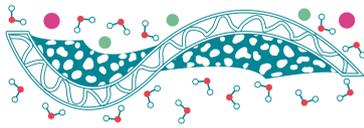


Figura 1. Pruebas de IEC (a) y lixiviación de KOH (b) para las membranas PVA/PAA electrohiladas.

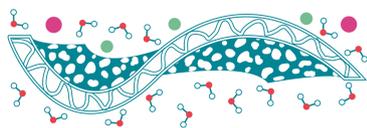
Para las pruebas de lixiviación la membrana a 160°C presento una mayor retención de KOH que la membrana reticulada a 120°C (Figura 1b).

Conclusiones

La membrana electrohilada y reticulada a 160°C presenta un IEC considerablemente bueno, ya que, pese a que no está dopada presenta un IEC en los rangos de lo reportado en la literatura (1.51-1.66 mmol/g), esto podría deberse a una mejor interacción entre los polímeros debido a la reticulación o a la estabilidad que las fibras le dan a la membrana, por lo que resulta en una opción prometedora para su aplicación en baterías, ya que, al ser dopada podría mejorar considerablemente estas propiedades.

Referencias

- T. N. T. Tran, H. J. Chung, and D. G. Ivey. (2019). *A study of alkaline gel polymer electrolytes for rechargeable zinc-air batteries*. *Electrochim. Acta* **327**, 135021.
- X. Fan *et al.*, (2018). *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.
- H. J. Lee *et al.*, (2016). *Electrospun polyetherimide nanofiber mat-reinforced, permselective polyvinyl alcohol composite separator membranes: A membrane-driven step closer toward rechargeable zinc-air batteries*. *J. Memb. Sci.* **499**, 526–537.



Elaboración de membranas PVA/PAA por método de solvent casting para su aplicación en baterías Zinc-aire

M.V. Contreras-Martínez¹, B.L. España-Sánchez¹, L. Álvarez-Contreras², M. Guerra-Balcázar³, A. Álvarez-López -López³, L.G. Arriaga, N. Arjona^{1,*}.

¹ Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica SC, Parque Tecnológico Querétaro s/n Sanfandila, Pedro Escobedo, Qro., 76703, México

² Centro de Investigación en Materiales Avanzados S. C., Complejo Industrial Chihuahua, Chihuahua C. P. 31136, México

³Facultad de Ingeniería, División de Investigación y Posgrado, Universidad Autónoma de Querétaro, Querétaro C. P. 76010, México

* wvelazquez@cideteq.mx

Palabras clave: Membranas; PVA/PAA; solvent casting; batería zinc-aire.

Introducción

El electrolito polimérico, desempeña un papel importante en el desarrollo de un sistema de batería. La conductividad iónica y el costo se encuentran entre las principales preocupaciones. Algunos polímeros como el polivinil alcohol y ácido poliacrílico presentan características hidrófilas y han recibido mucha atención por los electrolitos de membrana en los últimos años. ^{[1],[2]}

Para obtener una conductividad iónica y resistencia mecánica alta, reportamos la preparación de una membrana a base de PVA (polivinil alcohol) y PAA (ácido poliacrílico) para su posible aplicación en baterías Zinc-aire.

Materiales y Métodos

La membrana se preparó por método de solvent casting, en primer lugar, se prepararon soluciones de PVA ($M_v=89,000-98,000$) y PAA ($M_v = 450,000$) al 10% en una relación estequiométrica 1:1, posteriormente la solución que contenía ambos polímeros fue vertida a una caja Petri y secados a una $T=80^\circ\text{C}$ por un $t=4$ h. A las membranas obtenidas se les realizó pruebas de IEC y lixiviación de KOH.

Resultados y Discusión

Los resultados obtenidos para el IEC de la membrana reticulada a 180°C , alcanzó un promedio de 0.8 mmol/g, mientras que para la membrana reticulada a 160°C fue de 0.76 mmol/g y finalmente la membrana reticulada a 140°C presentó un IEC de 0.63 mmol/g (Figura 1a).

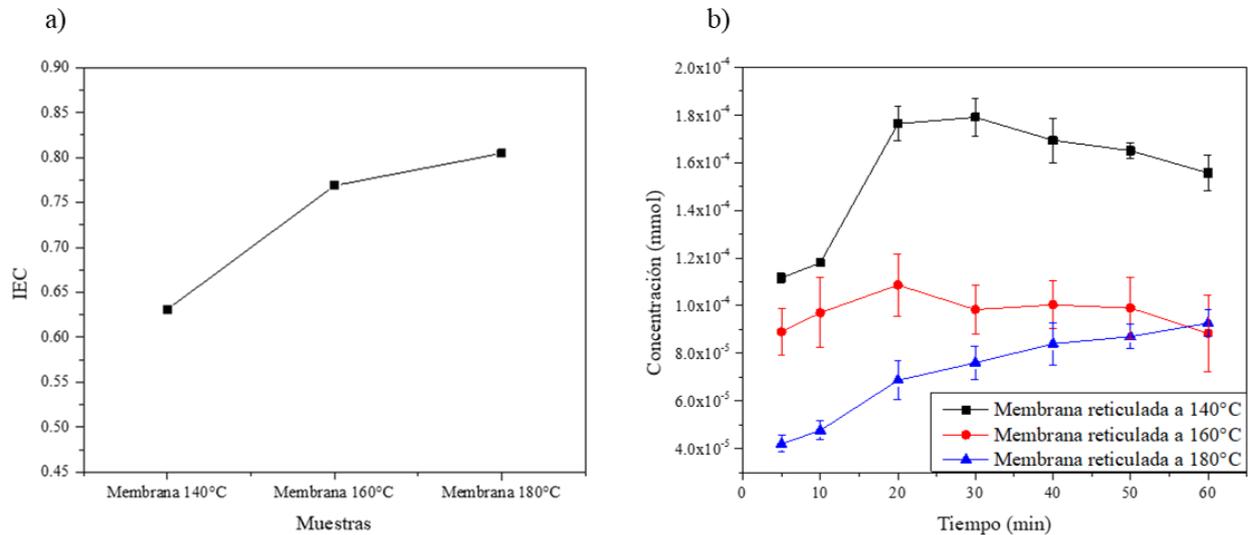
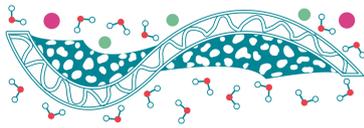


Figura 2. Pruebas de IEC (a) y lixiviación de KOH (b) para las membranas PVA/PAA.

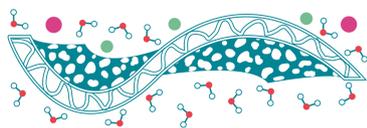
Para las pruebas de lixiviación la membrana a 180°C presento una mayor retención de KOH que las membranas reticuladas a 140°C y 160°C (Figura 1b).

Conclusiones

La membrana reticulada a 180°C presenta un IEC aceptable en comparación con lo reportado en la literatura (1.51-1.66 mmol/g). No obstante, su retención de KOH resulta ser muy buena, ya que la pérdida de KOH es mínima. Esto puede atribuirse a una buena interacción entre los polímeros debido a la reticulación, estos resultados se respaldarán a través de los análisis por XPS, Raman y FT-IR. Por lo que podría considerarse una opción prometedora para su aplicación en baterías o celdas de combustible.

Referencias

- Santos F. *et al.*, (2019). *Structural modifications and ionic transport of PVA-KOH hydrogels applied in Zn/Air batteries*. *Journal of Electroanalytical Chemistry* **850**, 13380.
- Wu GM, Lin SJ, Yang C. (2006). *Alkaline Zn-air and Al-air cells based on novel solid PVA/PAA polymer electrolyte membranes*. *Journal of Membrane Science* **280**, 802-808.



Polymeric electrolytic membrane of Trimethylsulfonium Bis (trifluoromethylsulfonyl) imide | Magnesium perchlorate | Poly (ethylene oxide) for magnesium batteries

J. Guzmán Torres¹, E.M. Sánchez Cervantes^{1*}

¹ 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.

* E-mail: eduardo.sanchezcv@uanl.edu.mx

Keywords: OLE; PEM; RMBs

Introduction

Lithium ion batteries (LIBs) are currently the most capable electrochemical energy storage devices in existence, however lithium metal is of limited abundance and the cost of the system for extraction and manufacturing is more expensive than magnesium, per economically speaking using magnesium salts is a good alternative to stop this excessive consumption of lithium metal (Zhang *et al.*, 2018). As for Magnesium (Mg) ion batteries, safety problems may be related to the high reactivity of organic liquid electrolytes (OLE). Therefore, the use of them is not suitable for application in secondary large-scale magnesium batteries. For further improvements in terms of reliability, research aimed at reducing the safety risks in Mg batteries is considered in order to develop polymeric electrolytic membrane (PEM), with good electrochemical performance, relatively safer compared to OLE.

Materials y methods

The PEM was prepared by "solution-cast" method, the preparation was carried out using a ternary system of type M₃STFSI/MgClO₄/PEO where the membranes have different molar ratios of high, medium and low polymer content. The PEM was further characterized using techniques for determined the electrochemical properties, similarly to literature (Liu *et al.*, 2020).

Results and discussions

The ionic conductivity tests of the PEM was implement by means of electrochemical impedance spectroscopy (EIS) using coin-type cells where each of the membranes was in the middle of two symmetrical stainless steel electrodes in the frequency range of 1 Hz–100 kHz applying ± 10 mV amplitude signal whose results are shown in the conductivity graph temperature-dependent ionic (Figure 1), the best conductivity at an operating temperature of 333 K was obtained by the M4 (15M₃STFSI:5MgClO₄:80PEO) of $\sim 1.5 \times 10^{-8}$ Scm⁻¹, being the same the most suitable for future cyclability tests in rechargeable magnesium batteries (RMBs).

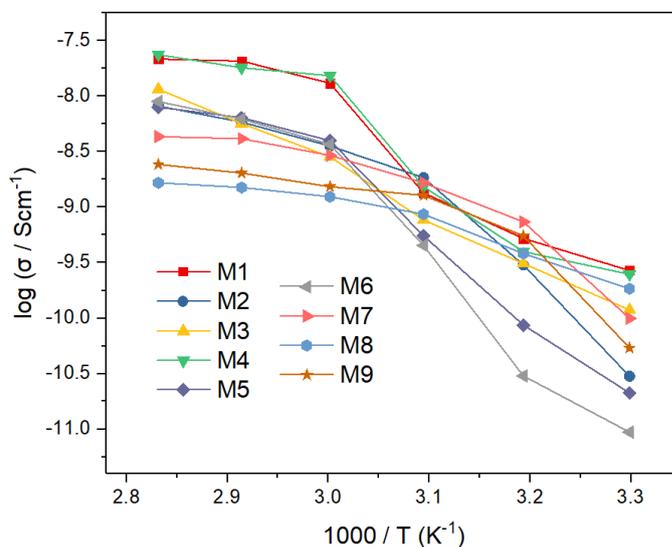
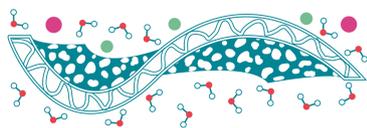


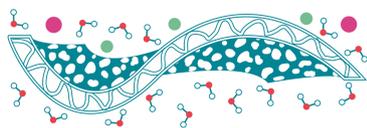
Figure 1. Temperature-dependent ionic conductivity of the PEM (M1, M2, M3, M4, M5, M6, M7, M8 and M9).

Conclusions

In the present study have been prepared PEM, these polymeric membranes were characterized using various experimental techniques like XRD, FTIR and EIS where the M4 satisfies the various important properties for RMBs application such as good thermal properties, compatibility with the electrodes and economic fabrication technologies. The XRD results of the M4 revealed the semiamorph structure which is a benefit for the diffusion of the Mg^{2+} ions within the polymeric membrane, by FTIR it was possible to find their characteristic bands of the functional groups CH, COC and ClO_4 approximately in 2900 cm^{-1} , 1200 cm^{-1} and 900 cm^{-1} of the sample and finally in the magnesium batteries in solid state with configuration $Mg/M4/TiO_2$ was showed the cathode and anodic peaks at 1.78 V and 0.46 V respectively, demonstrating the insertion and disinsertion of Mg^{2+} ions within the TiO_2 layers.

References

- Zhonghua Zhang, Shamu Dong, Zili Cui, Aobing Du, Guicun Li, Guanglei Cui (2018). *Magnesium Batteries using Conversion-Type Cathodes: A Perspective and Minireview*, *Small Methods* **2**, 1800020.
- Fanfan Liu, Tiantian Wang, Xiaobin Liu, and Li-Zhen Fan (2020). *Challenges and Recent Progress on Key Materials for Rechargeable Magnesium Batteries*, *Advanced energy materials* **11**, 2000787.



TEMA 5: MEMBRANAS PARA CELDAS DE COMBUSTIBLE

Prototipo de una celda de combustible de urea con membrana bipolar y catalizadores anódicos de NiCo sintetizados con química verde

B.I. Rojas de Soto¹, M. Galván Valencia², S.M. Durón Torres^{2,*}

¹ Unidad Académica de Ingeniería Eléctrica, Universidad Autónoma de Zacatecas “Francisco García Salinas”

² Unidad Académica de Ciencias Químicas, Universidad Autónoma de Zacatecas “Francisco García Salinas”

* E-mail: duromm@uaz.edu.mx

Palabras clave: Agua residual; urea; síntesis verde, membrana bipolar.

Introducción

Las actividades industriales y la rápida urbanización son responsables de las emisiones extremas de contaminantes tóxicos en los recursos hídricos (Schweitzer & Noblet, 2018), que incluyen compuestos biológicos, inorgánicos y orgánicos. Los contaminantes orgánicos se encuentran presentes en los efluentes industriales y municipales en forma de productos farmacéuticos, hormonas, carbohidratos y metabolitos como la urea. La urea se encuentra en el agua residual a una concentración de 0.33 M, por lo que emplear agua residual en una celda de combustible (CC) permitirá disminuir componentes tóxicos del efluente y a su vez obtener energía eléctrica (Zhang *et al.*, 2017). Los catalizadores empleados para llevar a cabo la oxidación electroquímica de urea y de múltiples moléculas orgánicas son los materiales nanométricos a base de níquel. Por lo tanto, siendo congruentes con la generación de energía eléctrica renovable, también se buscan metodologías de síntesis amigables con el medio ambiente donde se disminuya el uso de reactivos tóxicos (Nithya & Kalyanasundharam, 2019). El almidón ha sido recientemente investigado en la síntesis de nanopartículas únicamente con fines antimicrobianos, por lo que el objetivo de esta investigación es sintetizar y evaluar la actividad catalítica de las nps de NiCo en la oxidación de urea en una CC con membrana bipolar.

Materiales y Métodos

En la síntesis del catalizador se utilizaron $\text{NiCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ y $\text{CoCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ como precursores, y almidón como agente reductor. Las nanopartículas se dispersaron en una tinta con carbón vulcan, nafión y etanol, sobre un electrodo de tela de carbón para las pruebas electroquímicas. El catalizador fue empleado como ánodo en un prototipo de celda de combustible para oxidación de urea.

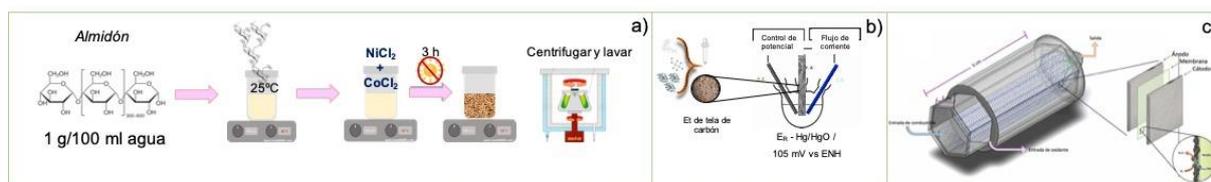
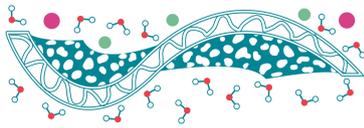


Figura 1. a) Síntesis de las nanopartículas de NiCo. b) Evaluación electroquímica. c) Estudio en el prototipo de la celda de combustible.



Resultados y Discusiones

Los materiales de síntesis fueron evaluados con voltamperometría cíclica (Figura 2) para observar la presencia del par redox de Ni que confirma la reducción del precursor, y para evaluar la actividad catalítica en la reacción de oxidación de urea. Con cada adición de urea se observa un incremento en la densidad de corriente, sin llegar a un punto de saturación ni obstrucción de los sitios activos por los productos de reacción. Al confirmar la actividad del catalizador, el material fue depositado sobre fieltro de C y prensado a una membrana fumasep fab-pk-130, del otro lado se prensó Pt/C 20% sobre fieltro. La membrana modificada fue adaptada a un prototipo de celda de combustible para construir las curvas de potencia.

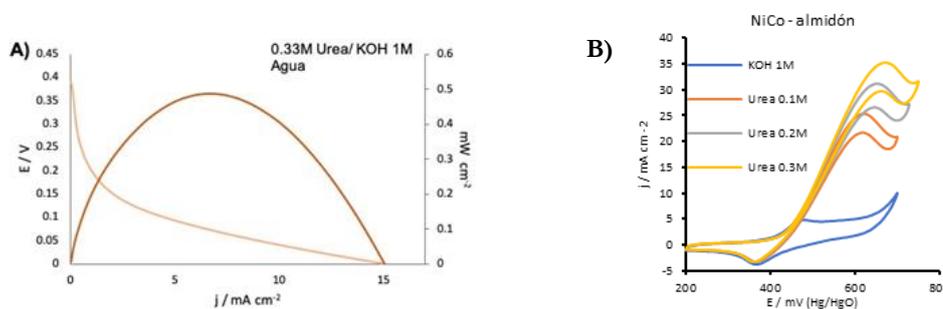


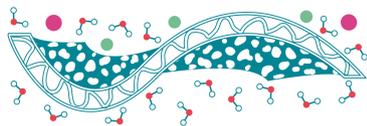
Figura 2. A) Curva de desempeño de las nanopartículas sintetizadas y B) Voltamperometría cíclica de las nanopartículas de NiCo sintetizadas con almidón para la oxidación de urea

Conclusiones

El catalizador sintetizado tiene actividad catalítica para la reacción de oxidación de urea, por lo que usar reductores naturales es una manera viable de disminuir el uso de reactivos tóxicos. A su vez, el uso de este catalizador dentro de la celda de combustible es una opción prometedora para el tratamiento de aguas residuales obteniendo energía eléctrica. Con las curvas de potencia obtenidas se sugieren cambios estructurales y de operación en el prototipo.

Referencias

- Nithya K, Kalyanasundharam S. (2019). *Effect of chemically synthesis compared to biosynthesized ZnO nanoparticles using aqueous extract of C. halicacabum and their antibacterial activity.* *OpenNano.* 1,4:100024.
- Schweitzer L, Noblet J. (2018). *Water Contamination and Pollution.* *Green Chem.* **1**, 261–90.
- Zhang H, Wang Y, Wu Z, Leung DYC. (2017). *A direct urea microfluidic fuel cell with flow-through Ni-supported-carbon- nanotube-coated sponge as porous electrode.* *J Power Sources.* **30**(363), 61–69.



Síntesis de copoliamidas sulfonadas entrecruzadas para su aplicación como membranas para celdas de combustible

R. Sulub-Sulub*, M. I. Loria-Bastarrachea, M. O. González-Díaz, L. C. Ordoñez, M. J. Aguilar-Vega.

Centro de Investigación Científica de Yucatán, A.C., Calle 43 No. 130, Chuburná de Hidalgo, 97205 Mérida, Yucatán, México

*E- mail: rita.sulub@cicy.mx

Palabras clave: copoliamidas, conductividad protónica, celdas de combustible.

Introducción

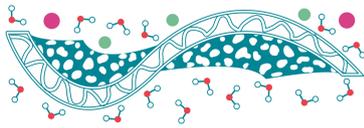
La energía se ha convertido en un problema mundial por lo que las sociedades buscan fuentes alternativas de energía. Las celdas de combustible de intercambio de protones (PEMFC) han sido consideradas como fuentes alternativas de energía limpia, y eficiente para diversas aplicaciones. Las membranas de intercambio de protones (PEM) desempeñan un papel especialmente importante en las PEMFC, ya que son las responsables del transporte de protones desde el ánodo hasta el cátodo. Estas membranas deben poseer, una razonable conductividad de protones, alta estabilidad y durabilidad, alta densidad de potencia, alta eficiencia de conversión de energía y bajo impacto ambiental [1, 2]. Se han realizado muchos esfuerzos en el desarrollo de PEM basadas en polímeros de hidrocarburos aromáticos sulfonados, que han demostrado una excelente estabilidad química, térmica y mecánica [3, 4]. Estas membranas requieren un alto grado de sulfonación (GS) para obtener altas conductividades protónicas. Sin embargo, un alto GS provoca un exceso de absorción de agua y conduce a la inestabilidad mecánica de las membranas. Para superar estos inconvenientes, algunos estudios han demostrado que el entrecruzamiento de los polímeros mitiga los problemas asociados a un alto GS [5]. En este trabajo, se sintetizaron copoliamidas sulfonadas con grados de sulfonación (SD) controlados entre 30 y 50 mol% y entrecruzadas con ácido sulfosuccínico a una concentración del 3%. La estructura de las membranas y estabilidad térmica de las membranas fue confirmada mediante FTIR y TGA. Asimismo, se evaluó la solubilidad, la absorción de agua, y la conductividad protónica.

Materiales y Métodos

La síntesis de las copoliamidas sulfonadas se realizó por medio de una policondensación directa de una diamina con un ácido dicarboxílico aromático, utilizando el método reportado por Yamazaki como se ilustra en la Figura 1. Se sintetizaron copoliamidas con GS de 30 %, 40% y 50 %. Las membranas se prepararon mediante el método de evaporación controlada de solvente utilizando DMSO como solvente al 8% (p/v) y posteriormente se añadió un 3 % en peso de ácido sulfosuccínico. En el paso siguiente, el entrecruzamiento de las membranas se realizó a 120 °C por 1h en una estufa al vacío.

Resultados y Discusiones

Se sintetizaron dos series de copoliamidas sulfonadas basadas en el ácido 4,4'-Diamino-2,2'-estilbenedisulfónico, DSDA, y 4,4'-Metilenebis(2,6-dimetil-anilina), MBDAM, con diferente grado de sulfonación mediante una reacción de policondensación en presencia de piridina y



trifenilfosfito (Figura 1). El ácido sulfosuccínico se incorporó al grupo hidroxilo de las estructuras de las copoliamidas sulfonadas para inducir un entrecruzamiento físico entre el ácido carboxílico y el grupo hidroxilo. Las mediciones de la conductividad de protones se evaluaron en una celda típica de dos electrodos mediante espectroscopia de impedancia electroquímica. La Fig. 2 muestra las conductividades protónicas de las copoliamidas sulfonadas en función de la temperatura. Las conductividades de todas las membranas aumentaron a medida que la temperatura incrementa. La D40 presenta la conductividad protónica más alta, con 100 mS/cm^{-1} a $80 \text{ }^\circ\text{C}$.

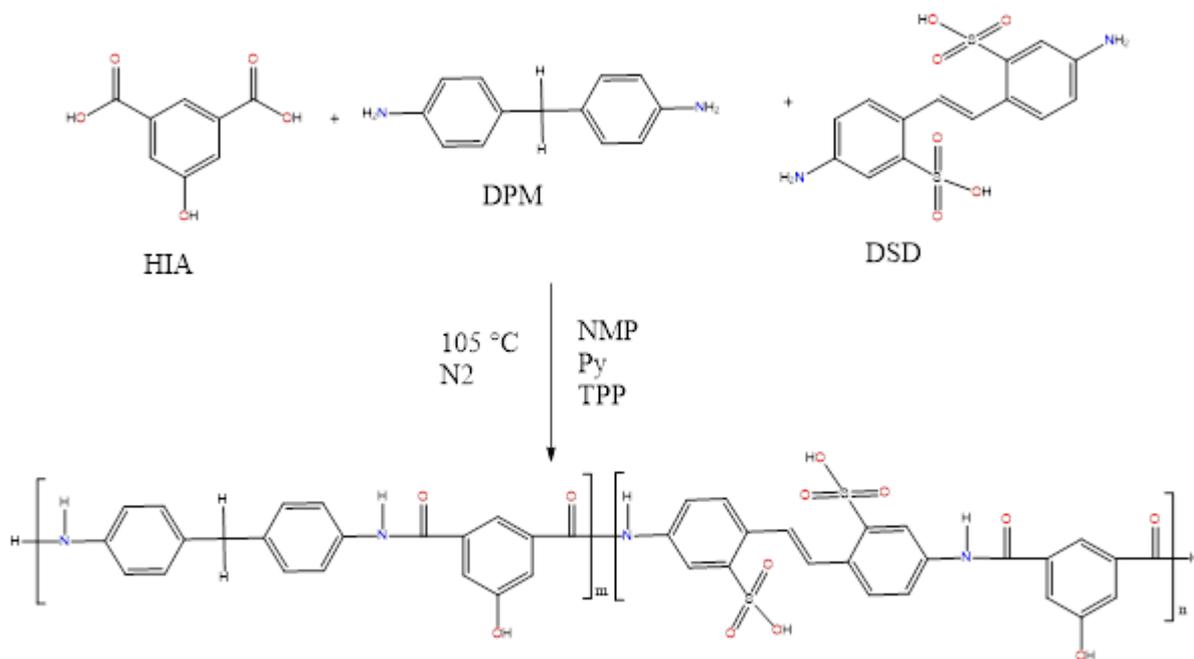


Figura 1. Esquema de síntesis de las copoliamidas sulfonadas

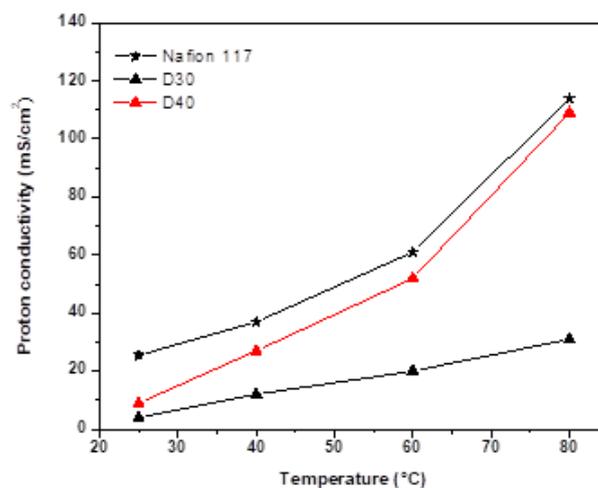
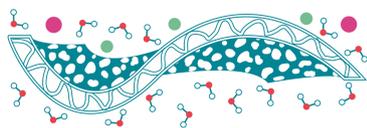


Figura 2. Conductividad protónica de las copoliamidas sulfonadas entrecruzadas

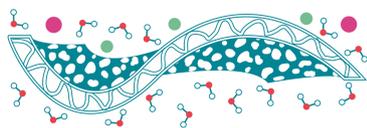


Conclusiones

Las copoliamidas sulfonadas entrecruzadas mostraron la formación de membranas flexibles y con mejores propiedades mecánicas que las membranas no entrecruzadas. Asimismo, presentaron una excelente estabilidad térmica hasta los 350 °C. Las membranas mostraron un incremento en la conductividad protónica conforme aumenta el GS y la membrana D40 mostró una conductividad protónica de 52 mS/cm⁻¹ a 80 °C, que es similar a la determinada para el Nafion117.

Referencias

- Chen G, X. Pei, H. Wei, L. Xu, X. Fang. (2015). *Journal of Applied Polymer Science*, **132**.
- Zhang B, J. Ni, X. Xiang, L. Wang, Y. (2017). Chen, *Journal of Power Sources*, **337**, 110.
- Tian X, S. Wang, J. Li, F. Liu, X. Wang, H. Chen, D. Wang, H. Ni, and Z. Wang. (2019). *Applied Surface Science*, **465**, 332
- Yao Z, Z. Zhang, M. Hu, J. Hou, L. Wu, T. Xu. (2018). *Journal of Membrane Science*, **547**, 43
- Gasa J. V., R. A. Weiss, M. T. Shaw. (2007). *Journal of Membrane Science*, **304**, 173.



Evaluación de un ionómero de intercambio aniónico a base de Aemion™ y polisulfona cuaternizada para aplicación en celda de combustible de intercambio aniónico

A. Hernández-Flores¹, L. Salazar Gastelum², S. Pérez-Sicairos², M. I. Salazar-Gastélum^{1,2}, T. Romero-Castañón³, J. R. Flores-Hernández³

¹ 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.

² 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.

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

* E-mail: sperez@tectijuana.mx, trmero@ineel.mx

Palabras clave: Ionómero de intercambio aniónico; Capa catalítica; Interfase electrodo/electrolito; Medio alcalino; Celda de combustible de membrana de intercambio aniónico.

Introducción

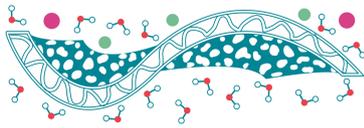
En las últimas décadas las celdas de combustible de membrana de intercambio aniónico (AEMFC, del inglés) han mostrado amplio desarrollo, incorporando una membrana de intercambio aniónico (AEM, del inglés) y permitiendo catalizadores libres de metales preciosos para las reacciones de reducción de oxígeno (ORR, del inglés) y oxidación del hidrógeno (HOR, del inglés) (Sarapuu *et al.*, 2018), prometiendo reducir el costo del sistema en comparación a su contraparte, la celda de combustible de membrana de intercambio protónico (PEMFC, del inglés) (Dekel, 2017).

En el ensamble membrana-electrodo (MEA, del inglés) el ionómero de intercambio aniónico (AEI, del inglés) ha sido señalado como elemento clave para el desarrollo de la AEMFC (Merle *et al.*, 2011).

Este trabajo, investiga el impacto de la mezcla de un ionómero comercial (Aemion™, IONOMR) y una polisulfona cuaternizada, empleando un catalizador de Pt/C, sobre la actividad catalítica de la ORR y HOR, así como la modificación de la capa catalítica. Se observa un incremento en la actividad catalítica, mayor estabilidad mecánica y química al modificar la estructura del ionómero.

Materiales y Métodos

Se disolvió un ionómero comercial (Aemion™, IONOMR) y una polisulfona cuaternizada preparada siguiendo lo reportado por (Pérez *et al.*, 2015) en una mezcla de solventes metanol/etanol, y una mezcla de metanol/etanol/NMP, respectivamente, en proporción de 0.25% w/w. Se mezclaron las soluciones 1:1, en proporciones de 0.25, 0.10 y 0.05% w/w, para la formulación de tintas catalíticas, agregando un catalizador comercial de Pt/C (Fuel Cell Store®, contenido metálico: 10 % w/w). La evaluación electrocatalítica de ORR y HOR se realizó mediante electrodo de disco rotatorio (RDE, del inglés), en KOH 0.1 M, bajo condiciones saturadas de oxígeno e hidrogeno, respectivamente, a temperatura ambiente y presión atmosférica, usando un



potenciostato Biologic modelo VMP-300 y BASi modelo Epsilon, respectivamente. Todos los potenciales fueron convertidos al potencial del electrodo reversible de hidrógeno (RHE, del inglés)

El análisis superficial fue desarrollado mediante análisis SEM-EDS. Además, se realizó análisis por AFM, TGA y FT-IR, para corroborar la composición química en la superficie de los electrodos.

Resultados y Discusiones

Se muestran un incremento en la actividad catalítica para la ORR y HOR, por la modificación del ionómero comercial, mediante polisulfona cuaternizada, señalando la importancia de los materiales poliméricos y disolventes para la modificación de la capa catalítica, los grupos de amonio cuaternario, mejoran la conductividad en la superficie de esta. La ORR y HOR presentan dependencia a la proporción de ionómero, mejorando la difusividad y el acceso de los reactivos hacia la superficie del catalizador (Santori *et al.*, 2020). Una proporción baja de ionómero limita las propiedades en la superficie del electrodo, figura 1.

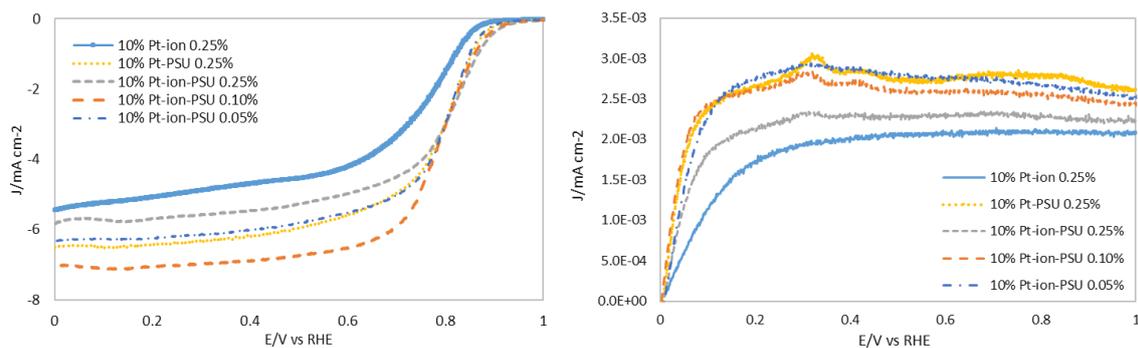


Figura 1. Voltamperogramas de barrido lineal obtenidas mediante EDR a 1600 rpm, en solución de KOH 0.1 M a temperatura ambiente, saturada con O₂, a una velocidad de barrido de 5 mV s⁻¹, (Izq.), e hidrogeno, a una velocidad de barrido de 10 mV s⁻¹, (Der).

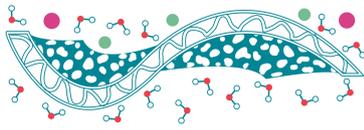
Conclusiones

La selección de los disolventes para la formulación de la capa catalítica sobre la superficie de los electrodos, juega un papel importante en el desarrollo de la morfología estructural, así como de las características y propiedades de la tecnología de los electrodos, lo cual impacta directamente en el rendimiento y durabilidad del MEA en los dispositivos de AEMFC. El estudio indica que el desarrollo de este componente prevé aportar un importante avance para el desarrollo de la tecnología de la AEMFC.

Referencias

Dekel D. R. (2017). *Review of cell performance in anion exchange membrane fuel cells*. Journal of Power Sources 375,158-169.

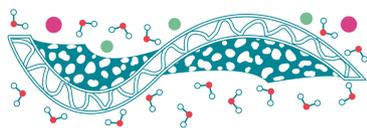
Merle G., Wessling M., Nijmeijer K. (2011). *Anion exchange membranes for alkaline fuel cells: A review*. Journal of Membrane Science 377, 1-35.



Pérez M.T., García T.G., Várez A., Levenfeld B. (2015). *Preparation and characterization of ammonium-functionalized polysulfone/Al₂O₃ composite membranes*. Journal of Materials Science 50, 5893–5903.

Santori P.G., Mondal A.N., Dekel D.R., Jaouen F. (2020). *The critical importance of the ionomer on the electrochemical activity of platinum and platinum-free catalysts for anion-exchange membrane fuel cells*. Sustainable Energy & Fuels 4, 3300-3307.

Sarapuu A., Poldsepp E.K., Borgheib M., Tammeveski K. (2018). *Electrocatalysis of oxygen reduction on heteroatom-doped nanocarbons and transition metal–nitrogen–carbon catalysts for alkaline membrane fuel cells*. Journal of Materials Chemistry A 6, 776–804.



TEMA 6: MEMBRANAS PARA CONVERSIÓN Y ALMACENAMIENTO DE ENERGÍA

Modificación superficial de membranas electrohiladas de poliacrilonitrilo y poliepiclorohidrina

A.J. Corrales¹, J.S. Jaime Ferrer², M.P. González Muñoz¹, L. Villafaña López*²

¹Departamento de Farmacia, División de Ciencias Naturales y Exactas, Universidad de Guanajuato, Noria alta S/N, 36050; Guanajuato, Guanajuato, México.

²CIATEC A.C., Centro de Innovación Aplicada en Tecnologías Competitivas, Omega 201, Col. Industrial Delta, 37545; León, Guanajuato, México.

*E-mail: villafana@ciatec.mx

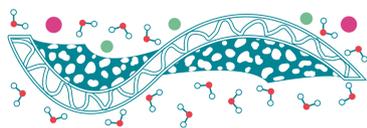
Palabras clave: Modificación superficial; membranas de intercambio aniónico; electrodiálisis inversa.

Introducción

Mediante la electrodiálisis inversa es posible generar energía eléctrica aprovechando la energía libre de mezclar dos soluciones de diferente composición como lo son el agua de mar y río (Khoiruddin *et al.*, 2017). En este proceso se hace uso de membranas de intercambio iónico (MIIs). Las MIIs se clasifican en membranas de intercambio aniónico (MIAs) y membranas de intercambio catiónico (MICs). Estas MIIs se pueden sintetizar mediante electrohilado, produciendo nanofibras entrecruzadas que permitan el paso selectivo de iones (Ahn *et al.*, 2006). Las IEMs deben de tener un alto porcentaje de permselectividad (%S), el cual describe la capacidad de las membranas para limitar el transporte de co-iones; además, es un parámetro clave en las aplicaciones RED (Jaime *et al.*, 2020). El objetivo del presente trabajo fue realizar la modificación superficial de una membrana aniónica electrohilada de poliacrilonitrilo (PAN) y poliepiclorohidrina (PECH) para mejorar su permselectividad.

Materiales y Métodos.

La membrana por electrohilado se preparó utilizando poliepiclorohidrina (PECH, Mw ~700 000 g/mol) como polímero activo, poliacrilonitrilo (PAN, Mw ~150 000 g/mol) como polímero inerte, 1,4- diazabicyclo [2.2.2] octano (DABCO® 33-LV, densidad 1.02 g/ml, Mw: 112.17 g/mol) como agente reticulante y (DMF C₃H₇NO) ≥ 99.8%, densidad 0.98 g/mL, PE: 153 °C, Karal) como solvente. La mezcla polimérica se preparó en reflujo a 80 °C a 400 rpm por 30 min, después se electrohiló en el equipo Electrospinning Ne100 electrospinning Device de Inovenso aplicando un voltaje de 15 kV, con un flujo de 0.275 ml/h, velocidad de 100 rpm y distancia al colector de 17 cm. La membrana obtenida fue modificada superficialmente utilizando tres técnicas diferentes: (1) Capa a capa, para esta modificación se utilizó poli (4-estirenosulfonato de sodio) (PSS Mw 70 000 g/mol), polietilenimina (PEI Mw 25,000) y gluraldehído GA (1%) (Chandra *et al.*, 2018), (2) Polimerización interfacial con polipirrol (Mw 67,09) (Ppy) en acetonitrilo (Kim *et al.*, 2014) y (3) Inmersión, para la cual se utilizó la misma mezcla polimérica de la membrana electrohilada. Dicha



inmersión se realizó 5 veces dejando secar en cada ocasión al menos 2 horas, posteriormente se colocó en tratamiento térmico a 110 °C por 2 h y a 130 °C por 30 min.

Resultados y Discusiones

Todas las MIAs modificadas se sometieron a pruebas de resistencia química en soluciones con pH de 1,7 y 14 por 24 horas. Todas las membranas mantuvieron sus propiedades en pH 1 y 7; sin embargo, a pH 14 las membranas modificadas capa a capa y por inmersión cambiaron su coloración, sugiriendo que su resistencia se puede variar a pHs alcalino.

Las MIAs también fueron caracterizadas a través de su %S, para lo cual se usó una celda electrolítica tipo H de Scribner Associates. En la tabla 1 se muestran los distintos valores del %S para la MIC electrohilada, la modificada por inmersión, la membrana sintetizada por casting usando la misma mezcla polimérica de la membrana electrohilada (Reyes, 2019) y la membrana comercial AMX de Neosepta. En esta tabla se puede observar que la MIA preparada por casting tiene el %S más bajo, seguida por la MIA preparada por electrohilado lo cual demuestra que la técnica de electrohilado provee mejores resultados. Por otro lado, se puede observar que la MIA modificada por inmersión tiene el %S más alto, incluso que la membrana comercial, sugiriéndonos que la modificación fue efectiva para aumentar el posible rendimiento de la membrana en la generación de energía eléctrica.

Tabla 1. Permsselectividad de las membranas de intercambio catiónico

Membrana	% S
Electrohilado	90 ± 0.02
Inmersión	99.7
Casting	87 ± 0.4
AMX	98.6

Tabla 2 Picos encontrados en el espectro FTIR de la MIC modificada por inmersión.

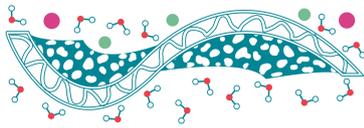
Número de onda (cm ⁻¹)	Grupo funcional	Polímero
2249	nitrido(-C≡N)	PAN
1642	C-N	PECH
3400	OH	PECH

Finalmente, la MIA modificada por inmersión fue caracterizada por espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) encontrando los picos reportados en la Tabla 2. Los picos encontrados en esta tabla nos sugieren que el entrecruzamiento de los reactivos se dio correctamente.

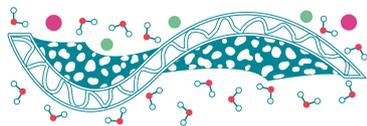
Conclusiones

La modificación por inmersión de la MIA preparada por la técnica de electrohilado mostró una resistencia química adecuada, y un buen entrecruzamiento de los reactivos. También se mejoró su permsselectividad mostrando porcentajes incluso mayores a las membranas comerciales.

Referencias



- Ahn, Y. C., Park, S. K., Kim, G. T., Hwang, Y. J., Lee, C. G., Shin, H. S. y Lee, J. K. (2006). *Development of high efficiency nanofilters made of nanofibers*. Current Applied Physics, **6**(6), 1030-1035.
- Chandra, A., Bhuvanesh, E., Mandal, P., Chattopadhyay, S. (2018). *Surface modification of anion exchange membrane using layer-by-layer polyelectrolytes deposition facilitating monovalent organic acid transport*. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects. doi:10.1016/j.colsurfa.2018.09.013
- Jaime-Ferrer, Jesús Salvador, Mosqueda-Quintero, Marcela, Suárez-Toriello, Victor A., Anderson, Sean M., González Vargas, Oscar A., Villafaña-López, Liliana (2020). *"Heterogeneous PVC cation-exchange membrane synthesis by electrospinning for reverse electrodialysis"*. International Journal of Chemical Reactor Engineering **18**, pp. 20200020. <https://doi.org/10.1515/ijcre-2020-0020>
- Khoiruddin, Aryanti, P. T. P., Hakim, A. N., Wenten, I. G. (2017). *The role of ion-exchange membrane in energy conversion*. doi:10.1063/1.4982314
- Kim, D.-H., Park, H.-S., Seo, S.-J., Park, J.-S., Moon, S.-H., Choi, Y.-W., Kang, M.-S. (2014). *Facile surface modification of anionexchange membranes for improvement of diffusion dialysis performance*. Journal of Colloid and Interface Science **416**, 19-24.
- Reyes M. (2019). *Síntesis y caracterización de membranas de intercambio iónico por el método de evaporación de disolvente a escala piloto compatibles con la técnica de electrodiálisis inversa*. (tesis de licenciatura), Universidad de Guanajuato, México.



Membrana de intercambio catiónico preparada por electrohilado a base de policloruro de vinilo y polietilenglicol.

J. J. Muñoz Macías¹, J. S. Jaime Ferrer², M. Ávila Rodríguez¹, L. Villafaña López^{2*}

¹Departamento de Química, División de Ciencias Naturales y Exactas, Universidad de Guanajuato, Noria Alta S/N, 36050; Guanajuato, Guanajuato, México.

² CIATEC A.C., Centro de Innovación Aplicada en Tecnologías Competitivas, Omega 201, Col. Industrial, 37545; León, Guanajuato, México.

* E-mail: lvillafana@ciatec.mx

Palabras clave: Membrana de intercambio catiónico; electrohilado; cloruro de polivinilo; polietilenglicol.

Introducción

La energía por gradiente salino o energía azul es la conversión de la diferencia de potencial químico a energía eléctrica de dos soluciones salinas con diferentes concentraciones (Tufa *et al.*, 2018) mediante electrodiálisis inversa (EDI). La EDI está formada por membranas de intercambio iónico que transportan los iones bajo la influencia de un potencial aplicado (Post, 2009). Si la membrana permea cationes se nombra de intercambio catiónico (MIC) y si son aniones se llama de intercambio aniónico (MIA) (Baker, 2004). Las membranas deben de cumplir con un bajo grado de hinchamiento y alta permselectividad (Sata, 2004). Pueden fabricarse por electrohilado, donde la solución polimérica es electrificada y estirada a potenciales altos para obtener fibras (Xue *et al.*, 2019). En este trabajo se realizó la preparación de membranas de intercambio catiónico (MICs) a base de PVC-PEG y se evaluaron sus propiedades con respecto a otras membranas.

Materiales y Métodos

Para la síntesis de la MIC se utilizó: cloruro de polivinilo (PVC M_w : 43000), resina de intercambio catiónico (Amberlyst® 15 forma de hidrógeno), tetrahidrofurano (THF), N,N-dimetilformamida (DMF) y polietilenglicol (PEG M_w : 8000). Las MICs fueron preparadas mezclando PVC, THF y DMF, posteriormente se le agregó la resina en proporción con respecto al PVC (Tabla 1). La membrana modificada fue preparada siguiendo las proporciones de la MIC 5 y agregando una relación en peso de resina:PEG de 6:1. Las MICs fueron preparadas usando la técnica de electrohilado en el equipo Ne100 NanoSpinner Inovenso con una distancia fija de 15 cm de la punta al colector, 500 rpm, humedad entre 26-31% y temperatura 24-25 °C. Terminada la síntesis las membranas se humedecieron con agua destilada y se separaron del aluminio en donde las fibras fueron colectadas.

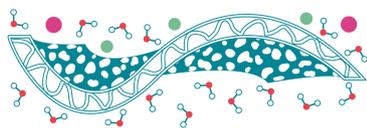


Tabla 1. Relaciones y parámetros de operación usadas para la preparación de membranas de intercambio catiónico mediante electrohilado.

No.	PVC: Resin a (w/w)	Parámetros de operación	
		Flujo (mL/hr)	Voltaje (kV)
1	1:1	0.5	-
2	2:1	0.2	-
3	5:1	0.2	11.4
4	6:1	0.1	10
5	7:1	0.05	9.2
6	8:1	0.1	9.2
7	10:1	0.1	9.7

Tabla 2. Señales características observadas en los espectros FTIR de las membranas 5 y modificada

PVC (cm ⁻¹)		Resina (cm ⁻¹)	PEG (cm ⁻¹)
2910	C-H st	1007-966	1339 C-H
1429	CH ₂	832	1100 C-O- C
1240	CH	693	

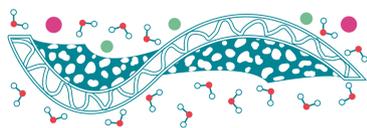
Tabla 3. Permeabilidad (S) y grado de hinchamiento (SD) de la MIC 5, la MIC modificada y MIC comercial CMX de Neosepta. ES: Error estándar de tres replicas.

Membrana	S ± ES (%)	SD ± ES (%)
5	83.7 ± 0.1	-
Modificada	91 ± 0.2	3.01 ± 0.002
CMX	95 ± 0.00	18 ± 0.2

Resultados y Discusiones

La mezcla 1 y 2 no mostraron formación de fibras durante el electrohilado en todo el intervalo de voltaje estudiado, probablemente debido a la viscosidad de la solución. De la mezcla 3 a la 7 se obtuvieron fibras con buena resistencia química ya que no presentaron cambios de coloración, forma o textura en un intervalo de pH de 1 a 14 por hasta 24 horas.

Las MICs fueron observadas a través de microscopía óptica encontrando que la mezcla 5 no presentaba defectos; por lo que fue caracterizada por espectroscopia infrarroja (FTIR) y porcentaje de permeabilidad (%S) (Tabla 2 y 3, respectivamente). Los picos observados por FTIR indicaban un adecuado entrecruzamiento de los reactivos; sin embargo, su %S es menor al compararse con la membrana comercial CMX de la marca Neosepta, lo cual indica un limitado rechazo de los co-iones y rendimiento.



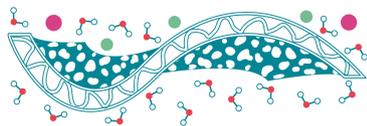
Debido a lo anterior, la MIC 5 fue modificada con PEG siguiendo el procedimiento descrito en materiales y métodos. La MIC modificada fue caracterizada por FTIR, %S y por porcentaje de grado de hinchamiento (%SD). En FTIR las señales obtenidas confirman el entrecruzamiento de los reactivos (Tabla 2). El %S calculado es competitivo con el encontrado para la CMX; así mismo, el valor de %SD es notoriamente menor al comercial indicando que la membrana absorbe menos agua (Tabla 3). El bajo %SD sugiere que la cantidad de PEG agregada no compromete la resistencia ni hidrofiliidad de la membrana, obteniendo al mismo tiempo un alto %S otorgado por los grupos iónicos en las fibras.

Conclusiones

Se prepararon membranas de intercambio catiónico que al ser modificadas con PEG mostraron buena resistencia mecánica y química; así como, una permselectividad mayor a la que no fue modificada haciéndola competitiva con la comercial. Estas membranas serán evaluadas en su eficiencia en un sistema de EDI para la generación de energía azul.

Referencias

- Baker R. (2004). *Membrane Technology and Applications*. England, John Wiley & Sons, Inc.
- Post, J. W. (2009) *Blue Energy: electricity production from salinity gradients by reverse electrodialysis*, Tesis de doctorado. Wageningen University.
- Sata, T (2004) *Ion Exchange Membranes: Preparation, Characterization, Modification and Application*. UK, The Royal Society of Chemistry.
- Tufa, R. A., Pawlowski, S., Veerman, J., Bouzek, K., Fontananova, E., di Profio, G., ... Curcio, E. (2018). *Progress and prospects in reverse electrodialysis for salinity gradient energy conversion and storage*, *Applied Energy* **225**, 290–331
- Xue, J., Wu, T., Dai, Y., & Xia, Y. (2019). *Electrospinning and Electrospun Nanofibers: Methods, Materials, and Applications*, *Chemical Reviews* **119**, 5298–5415.



Well-defined, wholly aromatic polymers for anion exchange membranes

L.I. Olvera Garza^{1,*}, E. Aldeco-Pérez², A. Rico², L.G. Arriga², J.A. Ávila-Niño²

¹Instituto de Investigaciones en Materiales, UNAM, Apartado Postal 70-360, CU, Coyoacán, 04510, CDMX, México

²Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica S.C., Parque Tecnológico Querétaro, C.P.

76703, Sanfandila, Pedro Escobedo, Qro, Mexico

* E-mail: lolvera@materiales.unam.mx

Key words: Anion Exchange membranes; high thermomechanical stability; polyaromatic polymers.

Introduction

The most common AEMs are those based on polyethersulfones and polyethylene oxide containing cationic groups such as, quaternary ammoniums (QAs), imidazolium, piperidinium, phosphonium and metal cations. Major drawbacks found in this type of membranes are the ether bonds in the polymer backbone that are susceptible to degradation. Regarding to this, over the past decades, aromatic polymers have emerged as promising alternatives to be used in fuel cell tests due especially to their high conductivity, but also because of their robust mechanical properties, high temperature performance and stability (Dekel 2018). In this study, we present a convenient and scalable chemical methodology to introduce new functionalities in different polymers via postpolymerization modification that enable suitable ionic conductivity and chemical stability for anion exchange membranes applications.

Materials and Methods

The precursor polymers were synthesized via a polyhydroxyalkylation reaction in the Brønsted superacid trifluoromethanesulfonic. Subsequently, a nucleophilic substitution reaction was carried out to achieve the incorporation of the quaternary group different AEMs with a specific degree of functionality (PNQAx, where x = 10, 20, and 100 DF). Dense polymer films from precursor polymer and cationic materials in bromide form were solution casted onto a glass Petri dish using (dimethylsulfoxide) DMSO solutions containing 3% w/v of the polymer. Casted films were dried at 75 °C for 72 h. The membranes thickness was of around 50 μm. The molecular structures of the polymer precursor, as well as of the cationic materials, were determined by NMR spectroscopy. The morphology of the membranes was observed using an atomic force microscope (AFM). To determine the IEC of the membranes a classical Mohr method titration was employed. The membrane conductivity in the plane was determined in a four-probe electrode cell, The membrane with the highest degree of functionalization was tested in a Fuel Cell system.

Results and Discussion

The precursor polymers were synthesized through a polyhydroxyalkylation reaction. The cationic polymers were prepared via nucleophilic substitution reaction of the polymer precursor with trimethyl ammonium bromide salts. The FTIR analysis and NMR proton spectra of the cationic polymers was performed to confirm the partial or full incorporation of the quaternary group. Water uptake (WU) at 30 and 80 °C, the ASR and IEC results are depicted in Table 1, such properties are critical factors that determine the performance of anion exchange membranes.

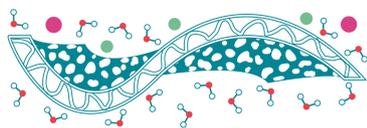


Tabla 1. Properties of AEMs with different functionalization degree.

Entry	Polymer code	IEC _{titred} (mmol/g)	WU (%) 30°C	WU (%) 80°C	ASR (Ωcm ²)	σ (mS/cm) (OH ⁻) 30°C	λ
2	PN3QA ₁₀	0.93	3	4	----	---	2
3	PN3QA ₂₀	1.26	6	6	7.37	2.6	3
4	PN3QA ₁₀₀	2.73	19	38	0.95	45	5
5	PN5QA ₁₀₀	2.6	7	13	0.94	49	4
6	Fumapen ^a	2.02	40	--	0.15	40-45	--

Figure 1 shows the stability study of PN5QA₁₀₀ membrane, it can be seen that the conductivity at 2000 hours of alkaline treatment slightly decreases indicating a good stability, this could be possibly attributed to the steric hindrance of the aliphatic chain that contains the cationic group and the high stability of the backbone ether free linkages.

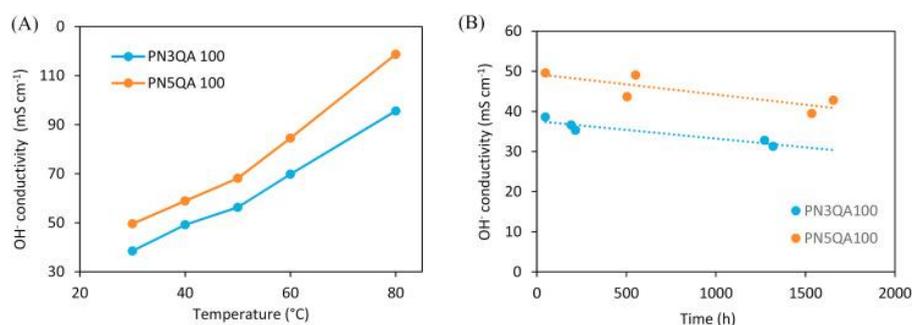


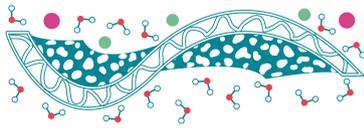
Figure 1. OH⁻ conductivity of PN3QA₁₀₀ and PN5QA₁₀₀ as a function of temperature (A) and conductivity after basic treatment at 30 °C (B).

Conclusions

Novel solid polyelectrolytes were synthesized by one-pot, metal-free superacid-catalyzed reaction followed by an efficient chemical modification reaction. The obtained transparent and flexible membranes exhibited excellent mechanical, thermal and chemical properties, which is mainly due to the high stability of the main chain that does not contain ether bonds. As expected, at a higher degree of functionalization, the membranes displayed higher ionic conductivities, obtaining a conductivity of 95.6 and 118.7 mS cm⁻¹ at 80°C, for PN3QA₁₀₀ and PN5QA₁₀₀, respectively. All the AEMs obtained, special the ones with higher functionalization degrees, exhibit high hydroxide conductivity with lower water uptakes values which results in low swelling ratios, essential in AEMFC performance.

References

- Dekel D. (2018). *Review of cell performance in anion exchange membrane fuel cells*, J. Power Sources, **375**,158-169.
- Olvera L.I., M.T. Guzmán-Gutiérrez, M.G. Zolotukhin, S. Fomine, J. Cárdenas, F.A. Ruiz-Trevino, D. Villers, T.A. Ezquerro, E. Prokhorov (2013). *Novel high molecular weight aromatic fluorinated polymers from one-pot, metal-free step polymerizations*, Macromolecules, **46**. 7245-7256.



TEMA 7: MODELAMIENTO Y SIMULACIÓN

Modelo de bioensuciamiento en membranas de ósmosis inversa

A.M. Castro Arámbula¹, M.M. Armendáriz Ontiveros^{1*}

¹ Departamento de Ciencias del Agua y Medio Ambiente, Instituto Tecnológico de Sonora, Antonio Caso & E. Kino, Cd. Obregón, Sonora, C.P. 85130, México.

* E-mail: maria.armendariz@itson.edu.mx

Palabras clave: Bioensuciamiento; Modelación; Ósmosis Inversa; Nanopartículas

Introducción

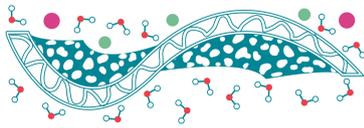
Actualmente el rendimiento de los procesos de ósmosis inversa (OI) se limita por el bioensuciamiento, el cual surge a partir de microorganismos presentes en el agua de alimentación, adaptándose y adhiriéndose en las membranas de OI, en consecuencia, aumentan la frecuencia de operaciones de mantenimiento, reducen el caudal de permeado, aumentan la presión de operación, etc. Algunos investigadores modifican las membranas de OI con nanopartículas (las cuales son capaces de causar daños a nivel estructural en las células y posteriormente su declive (Viera *et al.*, 2015) para la reducción del bioensuciamiento en las plantas desalinizadoras. Sin embargo, es muy difícil predecir el comportamiento de los microorganismos dentro del módulo de membrana, ya que, para contabilizar la carga microbiana sobre la membrana es necesario realizar autopsias que destruyen por completo las membranas. Para controlar o reducir el bioensuciamiento es necesario modelos matemáticos que predigan el crecimiento de los microorganismos sobre las membranas. Por este motivo, el objetivo de este trabajo es modelar un proceso de ósmosis inversa por medio de expresiones matemáticas con datos experimentales de bioensuciamiento acelerado para la toma de decisiones en las plantas de OI.

Materiales y Métodos

Se realizó un modelo matemático del crecimiento de la cepa *Bacillus Halotolerans* MCC1 (originaria del mar de Cortez) sobre membranas de OI recubiertas con nanopartículas de Hierro (FeNPs) y membranas no recubiertas utilizando el software Matlab R2014a. Se determinó la cinética de crecimiento de la cepa utilizando densidad óptica (D.O) a 640 nm durante 24 hr (Merli & Perazzi, 2017) con la cual se trazó una curva de calibración de la fase exponencial. Para la predicción del crecimiento de la cepa, se utilizó el modelo de crecimiento de Gompertz en forma diferencial y se resolvió con el método Runge-Kutta (Montlaur *et al.*, 2011), utilizando la lectura de la concentración de células en función de la D.O. Con el fin de analizar la variación del caudal de permeado con respecto al tiempo se plantearon 3 ecuaciones diferenciales correspondientes al caudal de permeado, volumen del tanque de alimentación y actividad de los microorganismos en el tanque de alimentación y sobre la membrana de OI además de una ecuación algebraica que calcula del flux de permeado con un intervalo de integración de 0 a 90 hr para cada una de las variables utilizando los datos obtenidos en investigaciones previas (Armendáriz-Ontiveros *et al.*, 2019).

Resultados y Discusiones

Los resultados de cantidad de permeado muestran un alto decremento desde el tiempo 0 hasta las 40 hr en ambas membranas estudiadas (recubierta con FeNPs y la no recubierta), encontrándose



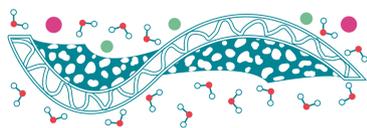
menor cantidad de permeado en las membranas con FeNPs. Este resultado puede deberse a que las FeNPs, agregan una resistencia extra al transporte de agua a través de la membrana, reduciendo la cantidad (Armendáriz-Ontiveros *et al.*, 2020), además que la actividad de la cepa *Bacillus Halotolerans* MCC1 tiene su fase exponencial sobre la superficie de la membrana a partir de la 1 hr de iniciado el bioensuciamiento acelerado, impidiendo el fácil flujo del agua a través de ambas membranas. En la membrana no recubierta el permeado se mantiene constante con respecto al tiempo de 40 a 80 hr, sin embargo, a partir de las 80 hr el permeado tiende a cero. Estos resultados pueden deberse a que el término del crecimiento exponencial de la cepa *Bacillus Halotolerans* MCC1 sobre la membrana no recubierta es a las 40 hr, provocando que, a partir de ese momento, la resistencia por la biopelícula formada sobre la membrana sea mayor que la fuerza motriz para el transporte de masa a través de la membrana. El permeado en la membrana recubierta se mantiene constante de las 40 hr hasta el final de la experimentación, esto se debe probablemente a que el final del crecimiento exponencial de la cepa es retardado por el uso de las FeNPs, indicando el efecto biosida de estas NPs sobre la *Bacillus Halotolerans* MCC1.

Conclusiones

El modelo obtenido puede predecir el comportamiento de la cepa *Bacillus Halotolerans* MCC1 dentro del módulo de OI recubierto con FeNPs, lo cual pueden retardar la formación de la capa de bioensuciamiento en la superficie de la membrana, aumentando la vida útil de la membrana, sin reducir significativamente las propiedades en desalinización. Se recomienda que para futuros estudios se realicen modelos con diferentes NPs y bacterias presentes en las plantas desalinizadoras o con consorcios de microorganismos. Estos resultados pueden ser aplicados para la toma de decisiones en las plantas desalinizadoras antes de que presenten problemas de bioensuciamiento y evitar el aumento de los costos en el proceso de modificación de membranas con estas NPs.

Referencias

- Armendáriz-Ontiveros, M. M., Álvarez-Sánchez, J., Dévora-Isiordia, G. E., García, A., Fimbres Weihs, G. A. (2020). *Effect of seawater variability on endemic bacterial biofouling of a reverse osmosis membrane coated with iron nanoparticles (FeNPs)*. *Chemical Engineering Science*, **223**, 115753.
- Armendáriz-Ontiveros, M. M., García García, A., 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.
- Merli, G. O., Perazzi, J. R. (2017). *Modelos de crecimiento en microbiología predictiva (Ecología microbiana cuantitativa). Estimación de modelos y simulación mediante dinámica de sistemas*. Paper presented at the XXVII Simposio Internacional de Estadística 5th International Workshop on Applied Statistics, Medellín, Colombia.
- Montlaur, A., Fernández Méndez, S., Huerta, A. (2011). *Métodos Runge-Kutta implícitos de alto orden para flujos incompresibles*. *Revista internacional de métodos numéricos para cálculo y diseño en ingeniería*, **27**(1), 77-91.
- Viera, M., Rastelli, S. E., Dalfovo, M. C., Ibáñez, F. S., Gómez de Saravia, S. G. (2015). *Aplicación de grafeno en recubrimientos antifouling*. Paper presented at the XV Congreso Internacional de Metalurgia y Materiales (CONAMET-SAM)(Chile, 17 al 20 de noviembre de 2015).



Estudio y modelado de la permeabilidad de recubrimientos compósitos epoxi-NPC soportado sobre malla de acero inoxidable para aplicaciones de microfiltración a bajas presiones

E. Espinoza Márquez^{1*}, G.M. Soto Zarazúa¹, J. L. Pineda Delgado², J.F. Pérez Robles², A. Rodríguez López, J. J. Pérez Bueno

¹Facultad de Ingeniería, División de Investigación y Posgrado, Universidad Autónoma de Querétaro, Querétaro, C.P. 76010, México

²Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del IPN campus Querétaro, Querétaro, C. P. 76230, México.

³Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica S. C., Querétaro, C. P. 76703, México.

⁴Universidad Politécnica de Santa Rosa Jáuregui, Querétaro, C. P. 76220, México

E-mail: e_espinozam@hotmail.com

Palabras clave: NPC; microfiltración; epoxi; deposición de vapor de carbón; recubrimientos nanocompuestas; nanomateriales

Introducción

Los procesos de filtración son una de las tecnologías más efectivas y viables para abordar los desafíos actuales relacionados a la escasez de agua. Sin embargo, son muy necesarias nuevas opciones de optimización para conseguir que estos tratamientos sean más rentables para ampliar su uso a distintos sectores de la industria (Gharibian *et al.* 2020). Pocos estudios recientes han evaluado el efecto en la mejora de la permeabilidad y selectividad al aplicar recubrimientos basados en mezclas de resina epóxica con nanopérlas de carbono para fines de filtración (Gonzalez-Reyna *et al.* 2020). Otro de los factores a tomar en cuenta es el uso de bombas de vacío en donde se pueden someter hasta presiones de -5 bares para obtener bajos porcentajes de filtrado. Es por esto que este trabajo nos enfocamos a desarrollar membranas capaces de filtrar a presiones menores de 1 bar y a desarrollar un modelo matemático.

Materiales y Métodos

En este estudio se construyó un recubrimiento nanocompuesto de microfiltración al cubrir una malla de acero inoxidable con una mezcla de resina epóxica y nanopérlas de carbono (NPC-Epoxi) por medio de la técnica de deep coating. Las nanopérlas de carbono se prepararon a través del método de deposición de vapor de carbono (Gonzalez-Reyna *et al.* 2020). El rendimiento del recubrimiento de microfiltración (NPC-Epoxi) se predijo mediante un análisis de dinámica de fluidos computacional del flujo en medio libre y poroso utilizando como geometría del modelo la figura 1, en donde se muestra la zona que es alimentada, la membrana probada en las pruebas de permeación y la zona de permeado en donde es recolectado el volumen filtrado, evaluando el efecto de la aplicación de distintas presiones sobre el flujo total.

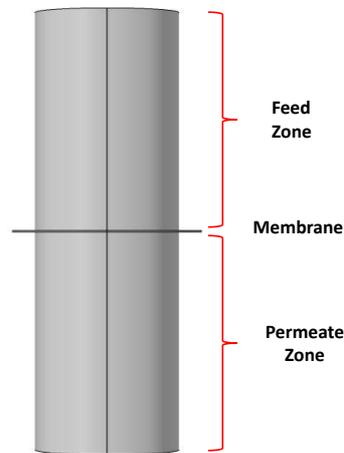
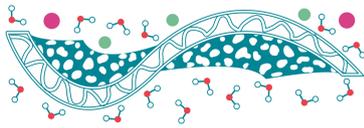


Figura 1. Geometría empleada para el modelado de filtración

Resultados y Discusiones

La malla con recubrimiento nanocompuesto demostró tener una alta resistencia mecánica y una permeabilidad aceptable, logrando obtener un flujo de agua de hasta 25.46 L/m² h, funcionando a presiones bajas (0.267 bar), lo que permite un ahorro de energía al funcionar con presiones bajas (Figura 2). El menor desempeño en permeabilidad se observó al aplicar una presión de 0.399 bar (L / m² h), el cual mejoró significativamente al aplicar una presión un poco más alta (0.533 bar), teniendo como resultado una permeabilidad relativamente alta (18.67 L/ m².h). Su desempeño y permeabilidad demostraron ser aceptables para eliminar contaminantes tales como la materia orgánica disuelta en agua.

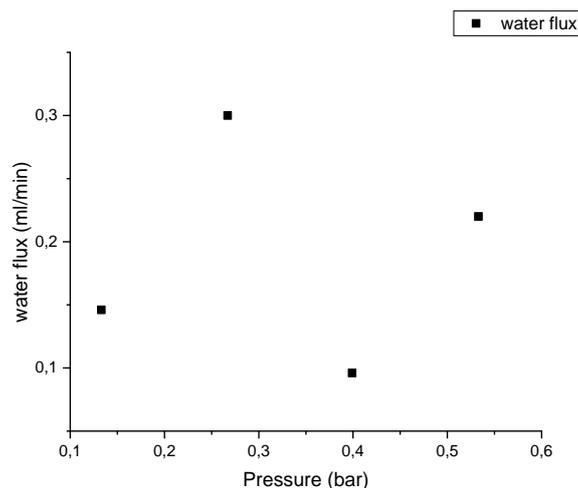
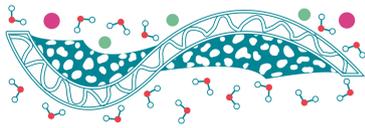


Figura 2. Efecto de la variación de la variación de la presión sobre el flujo.

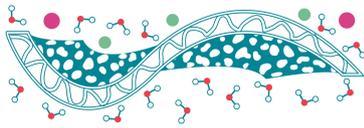


Conclusiones

Con el desarrollo de las pruebas de filtración evaluando las membranas a diferentes presiones de vacío menores a un bar, pudimos obtener diferentes flujos de filtrado al variar la condición de presión empleada, por lo que es posible construir el modelo a bajas presiones de filtrado

Referencias

- Gharibian S, Hazrati H, Rostamizadeh M (2020) *Continuous electrooxidation of Methylene Blue in filter press electrochemical flowcell: CFD simulation and RTD validation*. Chem Eng Process - Process Intensif 150. <https://doi.org/10.1016/j.cep.2020.107880>
- Gonzalez-Reyna M, Luna-Martínez MS, Perez-Robles JF (2020) *Nickel supported on carbon nanotubes and carbon nanospheres for ammonia oxidation reaction*. *Nanotechnology* 31.



Numerical study on the effect of a forced transient flow amplitude on mass transfer in RO systems.

F.J. García-Picazo¹, G.A. Fimbres-Weihs^{2,*}

¹ Departamento de Ingeniería Eléctrica y Electrónica, Instituto Tecnológico de Tijuana, Tijuana, B.C. 22500, México.

² The University of Sydney, School of Chemical and Biomolecular Engineering, NSW 2006, Australia.

* e-mail: gustavo.fimbresweihs@sydney.edu.au

Keywords: Concentration polarization; CFD; forced transient flow; vortex shedding; frequency response analysis.

Introduction

Concentration polarization (CP) arises as a major drawback of membrane processes, as it increases osmotic pressure, and consequently operation costs. CP occurs when solutes concentrate on the membrane surface, as they are rejected, causing the formation of a layer of high concentration fluid (Baker, 2012).

Forced transient flow (FTF) is a recently proposed technique to mitigate CP. The implementation of strategies like FTF may enhance mixing and take advantage of the new generation of high-flux membranes (Zamani et al., 2015). Mixing between the boundary layer and the bulk flow may reduce the effects of CP, yielding higher efficiency.

Computational fluid dynamics (CFD) modelling has gained popularity as a tool to analyze the hydrodynamics of a system, as other strategies may be complex to set up experimentally. Gastélum-Reyes & Fimbres-Weihs (2016) reported a CFD study that explores the use of an oscillatory perturbation in the bulk flow, finding an optimal frequency of the oscillation that maximizes mass transfer enhancement. Nevertheless, the effect of the amplitude of a FTF on mass transfer and pressure drop has not been evaluated.

This study aims to investigate the relationship between the amplitude of an oscillatory flow (OF) and mass transfer. We report a CFD parametric analysis of mass transfer and pressure losses for a 2D zigzag spacer-filled channel, under different values for the amplitude of the imposed OF.

Materials and Methods

The geometry used in this work is a narrow 2D zigzag spacer filled membrane channel. The ANSYS CFX 19.2 code is used to numerically solve the Navier-Stokes and mass transport equations. Several considerations are made to simplify the mathematical model. The geometry used in this work is represented in Fig. 1. The distance between each filament is set to $l_m/h_{cb} = 4$, filament diameter to $d_f/h_{cb} = 0.6$ and channel height (h_{cb}) to 1 mm. A grid convergence index (GCI) below 5% is obtained for local Sherwood number (\bar{Sh}_{loc}) and global friction factor (\bar{f}_{glob}), with a mesh of around 2.3×10^6 elements. The waveform for the OF is sinusoidal and the values for amplitude of the oscillation relative to the bulk flow velocity ($\bar{U}_{sin,A}$) range from 0.0005 to 0.1. Long-term \bar{Sh}_{loc} (κ_1) and required pumping power (P_B) were used as indicators of mass transfer and pressure drop, respectively.

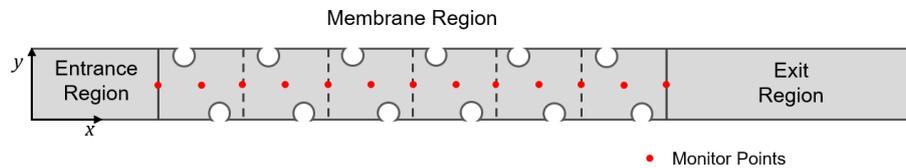
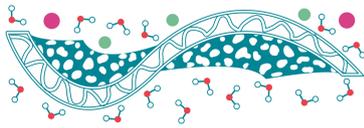


Figure 1. Representation of the 2D zigzag narrow channel used for the simulations.

Results and Discussion

As shown in Fig. 2a, κ_1 increases as the OF amplitude increases, until it reaches a maximum at around $\bar{U}_{\text{sin},A} = 0.05$. On the other hand, P_B increases as the OF amplitude increases, without reaching a maximum (Fig. 2b). As amplitude increases, vortices may become stronger, affecting the boundary layer. Vortices may coalesce or collapse rapidly for the higher amplitudes, translating in poor mass transfer enhancement and excessive pressure drop.

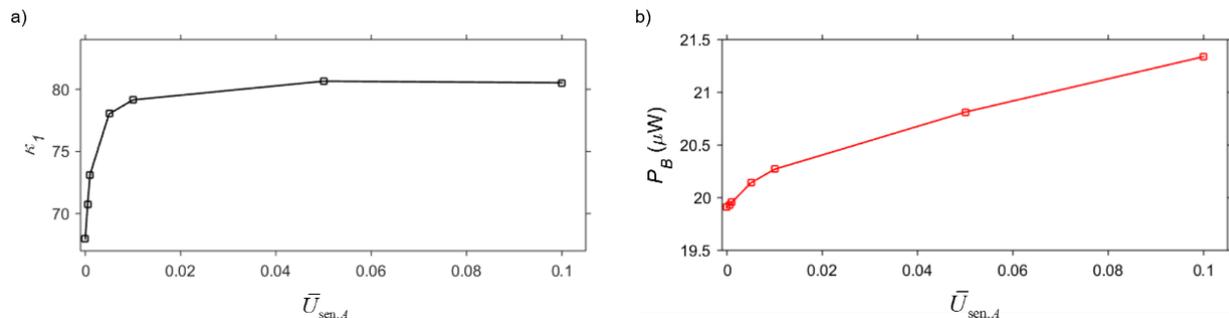


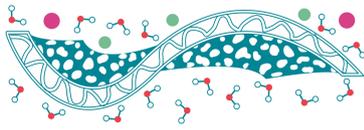
Figure 2. Dependence of κ_1 (a) and P_B (b) on the amplitude of the OF.

Conclusions

The implications of varying the amplitude of an OF are analyzed in this work. Increasing the amplitude increases mass transfer enhancement, but also pressure drop. Using amplitudes above 0.05 did not show improvement in terms of mass transfer; conversely, it only reflected on increasing pressure drop. An optimal amplitude of 0.01 is found in terms of cost/benefit.

References

- Baker R. W. (2012). *Membrane Technology and Applications* (2nd ed.). England, John Wiley & Sons, Inc.
- Gastélum-Reyes M., Fimbres-Weihs G. A. (2016). *CFD study of the optimal frequency pulsatile flow for mass transfer enhancement in spacer-filled RO membrane channels*. In Memoria del VI Congreso de Ciencia y Tecnología de Membranas, ISSN: 2395-8650, pp. 19-26.
- Zamani F., Chew J. W., Akhondi E., Krantz W. B., Fane A. G. (2015). *Unsteady-state shear strategies to enhance mass-transfer for the implementation of ultrapermeable membranes in reverse osmosis: A review*. *Desal.*, 356, 328–348.



Un esquema de contraviento central que preserva positividad para flujos en tuberías de extracción de petróleo

G. Hernández Dueñas¹, J. Xicoténcatl Velasco Hernández¹, U. Velasco García^{2,*}

¹ UNAM Campus Juriquilla: Boulevard Juriquilla 3001, Juriquilla, 076230 Santiago de Querétaro, Querétaro.

² Universidad Autónoma de Querétaro

Circuito Universitario s/n, Centro Universitario, 76010 Santiago de Querétaro, Querétaro.

* E-mail: ulises.velasco@uaq.mx:

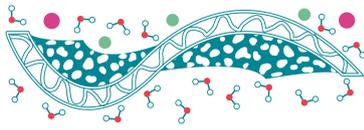
Palabras clave: Flujos compresibles multifase; Problemas de Riemann; Esquemas centrales contraviento; Términos de origen.

Introducción

La perforación direccional en la extracción de petróleo y gas puede encontrar dificultades como la acumulación de sólidos en tuberías desviadas. Se presenta en este trabajo un modelo en forma de sistema de ecuaciones diferenciales para flujos isentrópicos de dos fases que fluyen a través tuberías desviadas. El sistema de ecuaciones diferenciales parciales presentado tiene como objetivo simular la dinámica entre un lecho de partículas y una fase gaseosa. El modelo presentado permite que la tubería pueda ser desviada horizontal o verticalmente y se incorporan los efectos de la gravedad. Además, se investiga la aceleración o desaceleración de cada fase debida a la fricción entre fases y se describen las propiedades espectrales del sistema de leyes de equilibrio hiperbólico. Se analiza la existencia y caracterización de estados estacionarios y se determinan las condiciones adecuadas para encontrarlos. Se muestra que un nuevo tipo de estados estacionarios surge cuando el flujo presenta un equilibrio entre las fases gaseosa y sólida, esto produce un lecho de partículas sólidas no uniforme cuando desaparece la velocidad de la porción sólida. Este estado corresponde a una acumulación de sólidos sedimentados. En este trabajo se presenta un esquema numérico de tipo contraviento central que preserva la positividad de las densidades y fracciones volumétricas de sólidos y gases. Finalmente se incluye una aplicación del modelo a un análisis de acumulación de sólidos. También se presenta una variedad de pruebas numéricas para mostrar los méritos del esquema en situaciones reales.

Métodos utilizados

En este trabajo se utilizaron modelos matemáticos isentrópicos de Baer-Nunziato los cuales son esquemas numéricos eficientes para un fluido bifásico que corre a través de tuberías desviadas. Se aplican estos métodos con el objetivo de predecir las condiciones para remover las sedimentaciones de un pozo de extracción de petróleo. Se presenta un desarrollo del modelo y, lo que es más importante, se presenta el diseño de un método numérico eficiente que pueda hacer frente a las dificultades que pueden presentar típicamente los modelos de flujo de dos fases. Se incluyen en el modelo matemático los efectos de la gravedad y el intercambio de momento debido a la fricción entre fases. Este estudio se enfoca en estudiar las propiedades espectrales del modelo matemático para determinar las ondas de choque, rarefacción y compactación que puedan aparecer en un problema de Riemann. También se investigan los estados estacionarios que surgen cuando hay un equilibrio entre los gradientes de presión y el término fuente del flujo.



Se determinan dos clases de estados de equilibrio. Uno de ellos tiene una fracción de volumen constante de manera que las dos fases evolucionan de forma independiente. Los efectos de la gravedad modifican las invariantes que determinan los estados estacionarios en comparación con los sistemas regulares de Baer-Nunziato (Jace et al. 1986).

Resultados y Discusiones

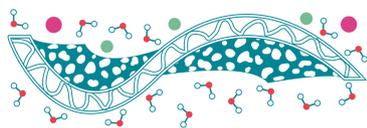
Se construyó un esquema central de contraviento que preserva la positividad de las cantidades físicas como la presión y densidad. Se mostró una variedad de experimentos numéricos, incluidos los problemas de Riemann y la convergencia a estados estacionarios. También se mostró una aplicación al estudio de la acumulación de sólidos en tuberías desviadas.

Conclusiones

En este trabajo se consideró un modelo isentrópico de Baer-Nunziato y se construyó un modelo físico que permite analizar la acumulación de sólidos en una tubería desviada. El modelo consideró una fase gaseosa y una sólida. También consideró la fricción entre las fases y la gravedad que depende del ángulo de la tubería. Se describieron las propiedades espectrales del modelo y los estados estacionarios se caracterizaron por medio de invariantes de Riemann.

Referencias

Jace W. Nunziato Melvin R. Baer. (1986). *A two-phase mixture theory for the deflagration-to-detonation transition (ddt) in reactive granular materials*. International Journal of Multiphase Flow 12(6):861 – 889.



TEMA 8: NANOTECNOLOGÍA Y MEMBRANAS

Fabricación de membranas de PS-MnO₂/CeO₂ para remoción de contaminantes

M.A. Gómez Murillo¹, B. Trujillo Navarrete¹, S. Pérez Sicairos^{2*}.

¹Departamento de Ingeniería Eléctrica y Electrónica, Tecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Tijuana, Blvd. Alberto Limón Padilla s/n Col. Otay Tecnológico, Tijuana, B. C. México, C.P. 22510.

²Centro de Graduados e Investigación en Química, Tecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Tijuana, Blvd. Alberto Limón Padilla s/n Col. Otay Tecnológico, Tijuana, B. C. México, C.P. 22510.

*E-mail: sperez@tectijuana.mx

Palabras clave: Polisulfona; Membranas híbridas; MnO₂; CeO₂; nanovarillas.

Introducción

La disponibilidad de agua es una necesidad que va en aumento, esto demanda mejorar la calidad del agua a partir de diferentes fuentes, lo cual ha propiciado el desarrollo de la tecnología de membranas, favoreciendo el uso de membranas híbridas (MH), descubriendo así la influencia que tiene el trabajar bajo condiciones específicas, tanto en la fabricación de los materiales que las componen, como en su desempeño (Xu et al., 2020). En este trabajo se reporta la fabricación de MH con nanovarillas de MnO₂/CeO₂ embebidas en una matriz de polisulfona (PS), con el fin de mejorar su desempeño en la remoción de contaminantes.

Materiales y Métodos

La síntesis de nanopartículas (NPs) de MnO₂ se realizó por el método de hidrotérmico; a la estructura cristalina conseguida, se le añadió CeO₂ comercial por dos vías, mezcla mecánica (MM) y por adición de este durante el proceso de síntesis química (SQ), variando la concentración en 1, 15 y 30 at. %, respecto al rendimiento. La morfología obtenida se verificó por microscopía electrónica de barrido (MEB). Las membranas de PS fueron fabricadas por inversión de fases, variando la concentración de NPs embebidas en la matriz del polímero (0.05 y 0.025 at. %). Para su caracterización se midió la diferencia de espesor de membranas secas y húmedas (EMS – EMH); se calculó la tasa de permeado (T.P.) de agua desionizada y se evaluó el permeado de sales con una solución de sulfato de sodio (Na₂SO₄) a 690 ppm.

Resultados y Discusiones

Con el análisis MEB se confirmó la obtención de nanovarillas de MnO₂ con CeO₂ sobre su superficie, a excepción del material CeO₂ 30% SQ. Las micrografías se muestran en la Figura 1.

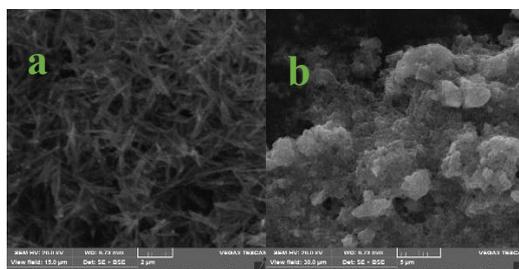
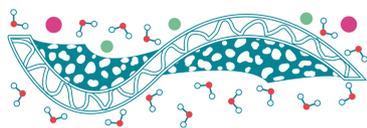
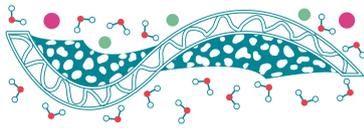


Figura 1. Micrografías de NPs de MnO₂/CeO₂: a) CeO₂ 1%, MM; b) CeO₂ 30% SQ.

En la **Tabla 1** se puede observar el valor obtenido de las mediciones para cada una de las membranas; la de 0.05% NPs, 30% SQ fue la que mostró mayor espesor al estar húmeda, siendo también la de menor Tasa de Permeado (T.P.), mientras que la más delgada, con 43.2 μm arrojó una de las T.P. más altas, tanto para el permeado de agua, como de sales. Además, puede intuirse que la membrana 0.025% NPs, 1% MM, es la que cuenta con mayor carácter hidrófilo, por su gran Δ Espesor. En cuanto a remoción de sales, se sabe que las membranas de microfiltración no son eficientes para tal propósito, debido a los tamaños de poros y de los iones, de allí los bajos porcentajes de remoción; no obstante, se espera que se incremente el rechazo para aplicaciones con moléculas orgánicas como fármacos y/o algunos colorantes, aplicación que será explorada.

Tabla 1. Resumen de los resultados obtenidos de la caracterización y evaluación de las membranas.

Membrana	EMH [μm]	Δ Espesor (EMS - EMH) [μm]	T.P. agua [L/ min* m ² * KPa]	T.P. solución salina [L/ min* m ² * KPa]	% Remoción de sales
PS	57.2	2.6	0.018	0.016	8%
0.05% NPs					
MnO ₂	49.8	0	0.032	0.029	9%
1% MM	77.2	-0.6	0.031	0.023	8%
15% MM	53.2	0.4	0.023	0.019	3%
30% MM	94.4	4.8	0.024	0.020	7%
1% SQ	100.8	4.6	0.015	0.012	4%
15% SQ	104.0	12.2	0.033	0.026	2%
30% SQ	140.2	9.8	0.015	0.012	4%
0.025% NPs					
1% MM	79.4	44.8	0.032	0.027	13%
15% MM	81.8	11.0	0.028	0.025	8%
30% MM	81.0	3.0	0.031	0.029	9%
1% SQ	43.2	-0.6	0.036	0.031	7%
15% SQ	85.6	16.8	0.027	0.025	5%
30% SQ	88.0	3.8	0.038	0.031	6%



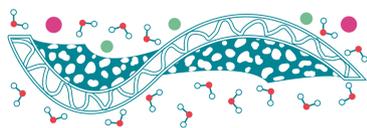
Conclusiones

Con los resultados obtenidos es posible establecer puntos de mejora en cuanto al proceso de fabricación de la membrana para obtener resultados más precisos (p. ej. en el control del espesor), así como determinar la viabilidad de los contaminantes a remover, y así experimentar con la remoción de compuestos más adecuados al tipo de membrana.

La incorporación de NPs en la matriz polimérica tiende a incrementar el espesor de la película, parámetro que afecta el desempeño de la membrana.

Referencias

Xu W., Zhuang H., Xu Z., Huang M., Gao S., Li Q., Zhang G. (2020). *Design and Constructuion of Ag@MOFs Immobilized PVDF Ultrafiltration Membranes with Abti-bacterial and Antifouling Properties*, Advances in Polymer Technology, 1-11.



Fabricación de membranas de nanofibras por la técnica de electrohilado pes/agnps: propiedades antibacteriales y análisis de tolerancia bacteriana

M.M. Hernández Orozco^{1,*}, B.L España Sanchez¹, J.J Perez Bueno¹, L.V González Gutiérrez¹,
R. Castellanos Espinoza¹, L. Álvarez Contreras², V.M. Arellano Arreola³

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

² Centro de investigación en materiales avanzados, S.C (CIMAV), Av. Miguel de Cervantes Saavedra 120, Complejo Industrial Chihuahua, 31136 Chihuahua, México

³ Centro de investigación de estudios avanzados del IPN, Unidad Querétaro (CINVESTAV), Libramiento Norponiente # 2000. Fraccionamiento Real de Juriquilla, Querétaro, México. C.P 76230,

* Autor de correspondencia: mhernandez@cideteq.mx

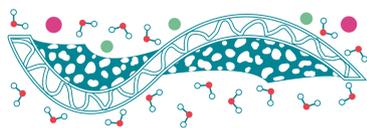
Palabras clave: Nanopartículas de plata; Actividad antimicrobiana; Tolerancia Bacteriana

Introducción

La membrana para filtración es una de las técnicas innovadoras que reducen costos y son eficientes para el tratamiento de aguas potables (Cheng et al. 2018), fabricadas con materiales poliméricos. Uno de estos materiales es la Polietersulfona (PES) debido a su permeabilidad, ángulo de contacto y resistencia mecánica proporcionando una buena retención de contaminantes con la limitante de no tener propiedades antimicrobianas, por lo que se ha optado por modificar esta membrana con nanopartículas metálicas (Arkhangelsky et al. 2007). Uno de los candidatos para la modificación del polímero son las nanopartículas de plata (AgNps), debido a que posee mecanismos de acción contra microorganismos que consisten en el tamaño nanométrico y la liberación de sus iones que traspasan la pared celular de la bacteria, al ponerse en contacto con éste, llevándola a la muerte (Hajipour et al. 2012). Sin embargo, ha surgido la siguiente pregunta ¿El constante contacto de la membrana con el nanocompuesto puede generar mecanismos de defensas contra las AgNps? El presente trabajo describe la fabricación de membranas poliméricas basadas en PES con AgNps por el método de electrohilado, con aplicación como membrana de ultrafiltración para el tratamiento de aguas. Para esta propuesta las membranas se fabricaron con diferentes concentraciones de nanopartículas (0.05, 0.5 y 5%) con el objetivo de evaluar la actividad antimicrobiana y determinar las condiciones en que las bacterias *E. Coli* adquieren resistencia y/o tolerancia al contacto con la superficie del nanocompuesto PES/AgNps.

Materiales y Métodos

Las membranas se fabricaron con PES al 28% (p/p) con diferentes concentraciones de AgNps (0.05, 0.5 y 5%) y disolvente de dimetilformamida (DMF), utilizando el método asistido por ultrasonido para mejorar la dispersión de las nanopartículas. La actividad antibacteriana (AA) se determinó contra *Escherichia coli*, según la norma ASTM E-2149 a 1.5, 3 y 24 h de contacto. Bajo estas condiciones (1.5 y 3 h; 0.5 y 5% de AgNps) se analizó la tolerancia bacteriana.



Resultados y Discusiones

En la figura 1A se presentan las vibraciones características del espectro de FTIR de las membranas PES y se confirma una modificación en la estructura molecular al adicionar AgNps ya que las intensidades de las bandas 2976 cm^{-1} y 3750 cm^{-1} (vibración de estiramiento OH) son más pronunciadas, esto se debe a la ausencia de OH los cuales forman puentes de hidrogeno con las nanopartículas (Gafri et al. 2019). En la figura 1B se presentan las imágenes de SEM, donde se observan fibras de PES con un diámetro promedio de $500 \pm 1500\text{ nm}$ el cual disminuye en función de la concentración de AgNps, debido a que al adicionar nanopartículas aumenta la cantidad de iones de plata, por lo tanto, aumenta la conductividad, resultando en un diámetro menor de nanofibra (Pan et al. 2019). De acuerdo con los resultados obtenidos en AFM, la superficie de las membranas no es homogénea (figuras 2A y 2B). Por otro lado, se observa una disminución en la rugosidad de la superficie de PES, lo cual está relacionado con los resultados obtenidos de ángulo de contacto, donde se determina un cambio en el comportamiento hidrofóbico a hidrofílico debido a la presencia de AgNps (figura 2C). De manera que, con estos resultados es posible modificar la polaridad superficial en una membrana polimérica electrohilada al adicionar AgNps, el cual se atribuye a la energía superficial de la plata debido a su tamaño y como consecuencia disminuye la tensión superficial, por lo tanto, se obtiene un menor ángulo de contacto y una superficie más lisa del nanocompuesto (Basri et al. 2011). En la figura 3A la actividad antimicrobiana de las membranas PES/AgNps muestra una inhibición del 85% al cabo de 3h en el nanocompuesto al 0.5%, y a la concentración de 5% después de 1.5 h de contacto, en estos tiempos se analizó la tolerancia bacteriana en donde se observa que después de 10 exposiciones seriadas de *E.coli* a las diferentes membranas de PES/AgNps (0.05%, 0.5% y 5%), no mostraron cambios en la actividad antimicrobiana asociado a un proceso adaptativo de las bacterias (Figura 4A y 4B), por lo que, el material no genera tolerancia microbiana (Sudheer Khan et al. 2011). Los mecanismos propuestos de actividad antimicrobiana de la membrana PES/AgNps se muestran en la Figura 3B: Atracción electrostática, liberación de iones de plata y finalmente producción de especies reactivas de oxígeno (ROS) (Mukherjee y De 2018).

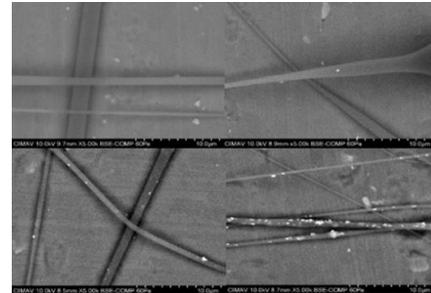
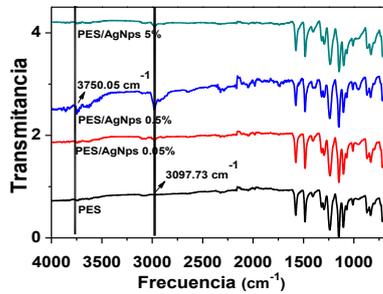
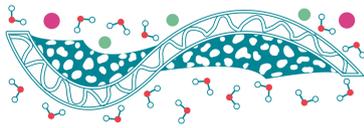


Figura 1. A) FTIR de PES y PES/AgNps (0.05, 0.5 y 5%) y B) SEM de PES y PES/AgNps (0.05, 0.5 y 5%)

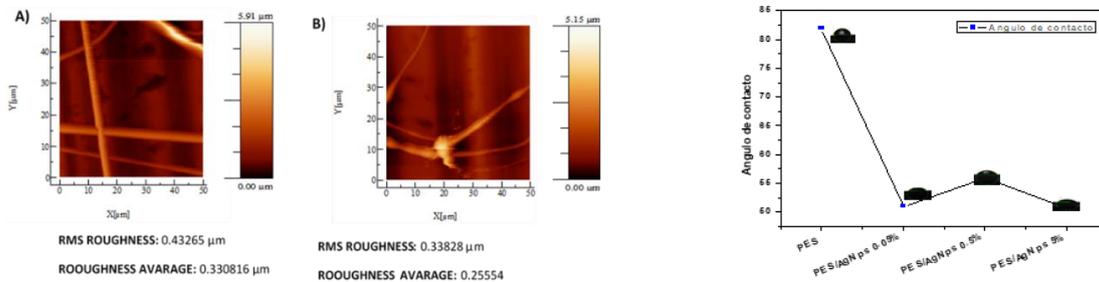


Figura 2. A) AFM de PES, B) AFM de PES/AgNps 0.05% y C) Angulo de contacto de PES y PES/AgNps (0.05, 0.5 y 5%)

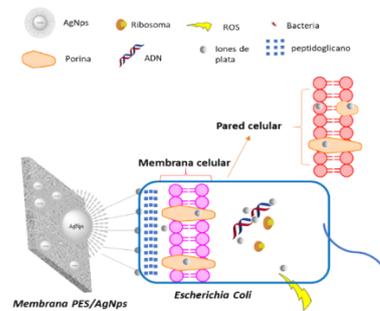
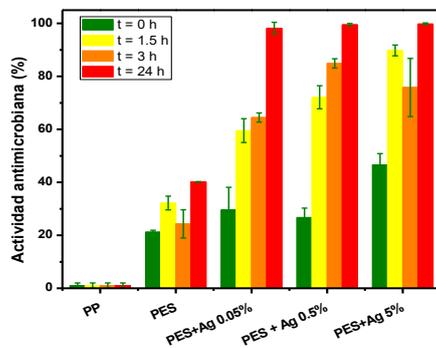


Figura 3. A) Evaluación de actividad antimicrobiana (%) de *E. Coli* al contacto con membranas de PES y PES/AgNps, durante 1.5 h, 3 h y 24 h. y B) Mecanismo de acción de las AgNps embebidas en PES al contacto con *E.Coli*

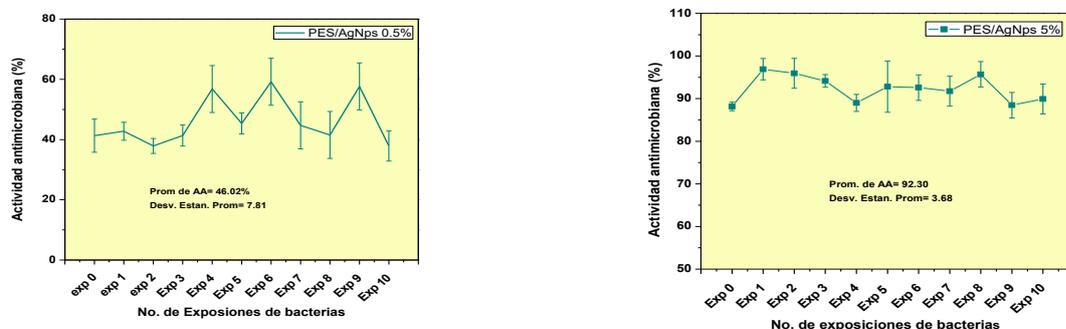
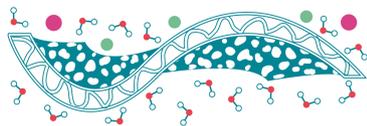


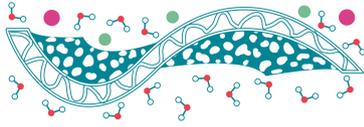
Figura 4. Ensayo de exposición seriada de membranas de PES/AgNps de 0.05 y 0.5% al contacto con *E. coli*.

Conclusiones

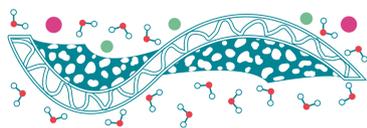
Se logró fabricar membranas electrohiladas de PES/AgNPs (0.05%, 0.5% y 5%) y los resultados de SEM, AFM y ángulo de contacto muestran una disminución en el diámetro, rugosidad y un comportamiento hidrófilico debido a la adición de AgNPs. Las membranas PES/AgNps muestran una actividad antimicrobiana al contacto con *E. Coli* a diferentes tiempos de exposición (0h, 1.5h, 3h y 24h). Bajo estas condiciones se establecieron los tiempos (3h y 1.5h) y concentraciones (0.5% y 5%) para el análisis de tolerancia bacteriana y al cabo de diez experimentos consecutivos de exposición de *E. Coli* la actividad antimicrobiana no presenta cambios, por lo que, se concluye que el nanocompuesto no genera tolerancia bacteriana y que tienen una posible aplicación como membrana antimicrobiana para la filtración de agua potable.

Referencias

- Arkhangelsky E, Kuzmenko D, Gitis V. (2007). "Impact of chemical cleaning on properties and functioning of polyethersulfone membranes". *Journal of Membrane Science* **305** (1–2): 176–84.
- Basri, H., A. F. Ismail, M. Aziz. (2011). "Polyethersulfone (PES)-silver composite UF membrane: Effect of silver loading and PVP molecular weight on membrane morphology and antibacterial activity". *Desalination* **273** (1): 72–80.
- Cheng C, Xiong Li, Xufeng Yu, Min Wang, Xuefen Wang. (2018). *Electrospun nanofibers for water treatment. Electrospinning: Nanofabrication and Applications*. Elsevier Inc.
- Gafri, Hasan Fouzi S., Fathiah Mohamed Zuki, Mohamed Kheireddine Aroua, Nur Awanis Hashim. (2019). "Mechanism of bacterial adhesion on ultrafiltration membrane modified by natural antimicrobial polymers (chitosan) and combination with activated carbon (PAC)". *Reviews in Chemical Engineering* **35** (3): 421–43.
- Hajipour, Mohammad J., Katharina M. Fromm, Ali Akbar Ashkarran, Dorleta Jimenez de Aberasturi, Idoia Ruiz de Larramendi, Teofilo Rojo, Vahid Serpooshan, Wolfgang J. Parak,



- Morteza Mahmoudi. (2012). “*Antibacterial properties of nanoparticles*”. Trends in Biotechnology **30** (10): 499–511.
- Mukherjee, Munmun, Sirshendu De. 2018. “*Antibacterial polymeric membranes: a short review*”. Environmental Science: Water Research and Technology **4** (8): 1078–1104.
- Pan, Shu Fang, Xiao Xue Ke, Ting Yu Wang, Qing Liu, Lu Bin Zhong, Yu Ming Zheng. (2019). “*Synthesis of Silver Nanoparticles Embedded Electrospun PAN Nanofiber Thin-Film Composite Forward Osmosis Membrane to Enhance Performance and Antimicrobial Activity*”. Industrial and Engineering Chemistry Research **58** (2): 984–93.
- Sudheer Khan, S., E. Bharath Kumar, Amitava Mukherjee, N. Chandrasekaran. (2011). “Bacterial tolerance to silver nanoparticles (SNPs): *Aeromonas punctata* isolated from sewage environment”. Journal of Basic Microbiology **51** (2): 183–90.



Discusión del efecto de la temperatura de síntesis de los depósitos de polianilina presentes en membranas de intercambio aniónico

L.M. Alvarez Cerda^{1,*}, A. Montes Rojas, L.M. Torres Rodríguez

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

* E-mail: a88852@alumnos.uaslp.mx

Palabras clave: Membranas de Intercambio Iónico, Polianilina, Temperatura, Electrosíntesis.

Introducción

La selectividad de las membranas de intercambio aniónico (MIA) se entiende como la capacidad de distinguir entre diferentes especies en términos de su tamaño o carga. Algunas propuestas para mejorar su selectividad es modificar la región interfacial membrana/solución depositando la polianilina (PAni) en la superficie de la membrana, en virtud a que la conductividad es cercana a la de un metal ($1-10 \text{ S cm}^{-1}$). Se ha reportado que, al sintetizar la PAni sobre electrodos sólidos, al disminuir la temperatura se ralentiza la velocidad de reacción obteniendo un acomodo más ordenado sobre la superficie de la membrana, mejorando su cristalinidad (Plesu et al., 2010). Entre los resultados obtenidos en nuestro laboratorio destaca que, si la polimerización se realiza en un rango de temperatura de 20 a 40 °C, las propiedades cristalinas del depósito son buenas a 20 °C (Rodríguez, 2020). Sin embargo, no se sabe el efecto de este parámetro sobre las propiedades de las membranas si se disminuye su valor. Por lo tanto, se estudió el efecto de la temperatura de electrosíntesis de PAni sobre una MIA a temperaturas de entre 10 a 20 °C, manteniendo constante la cantidad de depósito.

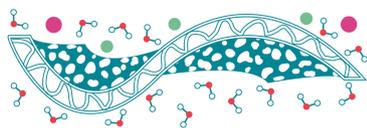
Materiales y Métodos

Para modificar a la MIA se utilizó la voltamperometría cíclica en una celda con tres electrodos (referencia Ag/AgCl, auxiliar Pt y electrodo de pasta de carbono de trabajo). El número de ciclos se varió hasta obtener una magnitud de corriente constante en 43, 30 y 12 para las temperaturas en estudio de 10, 15 y 20°C, denominado a las membranas como M10, M15 y M20 respectivamente, a una velocidad de barrido de 100 mV/s. La membrana sin modificar se denominó M-SM. La solución de trabajo consistió en anilina (0.1 M) en H₂SO₄ (1M). Para evaluar las propiedades de transporte de las MIA modificadas se utilizó el número de transporte $t(\text{NO}_3^-)$, la resistencia al paso iónico (R) y la Capacidad de intercambio iónico (CII). Finalmente, para las propiedades morfológicas se determinó los grupos funcionales y la cristalinidad, así como la microscopía electrónica de barrido (MEB) y Energía estática de arrastre (EEA).

Resultados y Discusiones

Los resultados de la caracterización de las MIA modificadas se encuentran en la Tabla 1.

Propiedades de transporte. Tanto el número de transporte como la resistencia, presentan valores más bajos que la membrana sin modificar. Sin embargo, en las membranas modificadas el valor de $t(\text{NO}_3^-)$ aumenta proporcionalmente con la temperatura, mientras que la resistencia disminuye. Este comportamiento en ambos parámetros se atribuye a que los canales superficiales de la



membrana se estrechan generando un mayor impedimento al paso de los iones. *Propiedades morfológicas.* Empleando Rayos X se observó un pico intenso a 27° aproximadamente el cual ha sido reportado como un plano (111) para las membranas M10 y M15 (Butoi et al., 2017), por lo que estos depósitos presentan un comportamiento semimetálico; mientras que el pico desaparece para la M20, lo cual nos indica un depósito más amorfo. Adicionalmente, la espectroscopia infrarroja arrojó la presencia de dos bandas en 1150 y 1240 cm^{-1} , para las tres membranas modificadas, las cuales son características de la PANi conductora. En cuanto a los valores de la EEA se observa que para la M10 y M15 el valor es prácticamente constante (5.44 y 4.99 respectivamente); mientras que para la M20 este valor se incrementa hasta 36.14 . Esto nos indica que existe una menor homogeneidad del depósito sobre la membrana en este último caso, mientras que el depósito es más uniforme en la M10 y M15. En la Figura 1 se esquematiza el arreglo de la PANi sobre la membrana. Según esto, a 10°C el depósito sobre la membrana presenta un acomodo muy ordenado el cual reduce el área expuesta de la membrana sin depósito. De forma contraria, a 20°C la PANi presenta un acomodo más desordenado el cual genera un depósito más “poroso” sobre la superficie de la membrana. Estos resultados se apoyan en la microscopía MEB.

Tabla 1. Propiedades de las MIA.

Parámetro	M-SM	M10	M15	M20
$t(\text{NO}_3^-)$	0.93	0.90	0.91	0.92
$R \Omega \text{ cm}^{-1}$	1.41	1.20	1.04	0.85

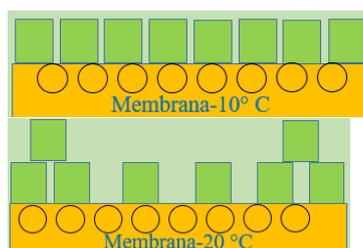


Figura 1. Esquema de los depósitos de PANi sobre las MIA.

Conclusiones

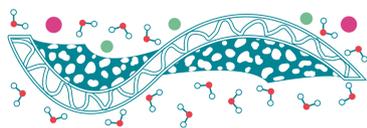
La temperatura de polimerizado de la PANi influye sobre la morfología de los depósitos y por lo tanto afecta a las propiedades superficiales de las membranas selectivas.

Referencias

Butoi, B. et al. (2017). *Morphological and Structural Analysis of Polyaniline and Poly(o-anisidine) Layers Generated in a DC Glow Discharge Plasma by Using an Oblique Angle Electrode Deposition Configuration*, *Polymers*, 9, 732-750.

Plesu, N. et al. (2010). *Effect of temperature on the electrochemical synthesis and properties of polyaniline films*, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 356, 1081–1088.

Rodríguez, J. G. A. (2020) *Comparación de las propiedades de transporte de membranas de intercambio aniónico modificadas electroquímicamente con polianilina a 20 y 40 °C e implementación de la Espectroscopía de Impedancia Electroquímica para determinar la resistencia eléctrica de membranas de intercambio iónico*. Tesis de doctorado, UASLP-FCQ.



Preparación y caracterización de membranas de matriz mixta con propiedades potenciales para la separación de oxígeno

D. Perea-Santos¹, B. Portales-Martínez², J. Vega-Moreno², A. A. Lemus-Santana^{1*}

¹ Instituto Politécnico Nacional, Centro de Investigación en Ciencia Aplicada y Tecnología Avanzada unidad Legaria. Ciudad de México, México.

² CONACYT - IPN, Centro de Investigación en Ciencia Aplicada y Tecnología Avanzada unidad Legaria
Modalidad: oral

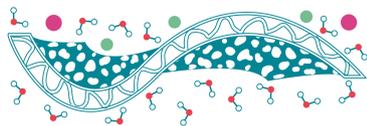
Palabras clave: cianuros de metal doble; membranas compuestas; permeabilidad de gases; separación de O₂;

Resumen

Se prepararon materiales compuestos en forma de membrana (sólido poroso/polímero) con propiedades potenciales para la separación de gases. Debido a la afinidad a gases (O₂, CO₂, CH₄), de los sólidos porosos cianuros de metal doble (CMD), con fórmula general M₃[Co(CN)₆]₂ (donde M= Co y Zn), fueron usados como cargas en bases poliméricas. En una primera etapa, los CMD se sintetizaron y se caracterizaron usando las técnicas de DRX, FTIR, UV-vis, SEM y TGA. Los materiales presentaron fases puras y cristalinas. Además, los materiales porosos CMD, presentaron estabilidad térmica hasta los 280°C. Posteriormente, se prepararon las membranas compuestas (ahora membranas de matriz mixta, MMM), usando cargas en 25 y 35% peso, en la base polimérica de polieterimida. Las MMM obtenidas fueron caracterizadas por SEM y las técnicas anteriormente mencionadas. Presentaron la combinación de una fase cristalina y fase amorfa correspondientes a los CMD y base polimérica, respectivamente. La hipótesis del trabajo surge de los avances en la utilidad de materiales nanoporosos (en procesos de sorción de gases) los cuales pueden mostrarán resultados competitivos e implantarse en la tecnología de separación de gases.

Introducción

El fraccionamiento de mezclas de gases en sus componentes es una necesidad en muchos procesos industriales y medio-ambientales. En la industria, las tecnologías más recurridas a la separación de gases se basan en procesos de adsorción por oscilación, vaivén de presión y destilación criogénica. Estos procesos son costosos por el elevado consumo de energía.[1,2] En un contexto de necesidad creciente de optimizar el uso de energía, resulta conveniente implementar alternativas de menor consumo energético para los procesos de separación de mezclas de gases. Una alternativa, quizás la más atractiva, es la separación de gases usando membranas compuestas.[3] Actualmente, la mayoría de los estudios de separación de gases en membranas, parecen estar orientados hacia el uso de materiales como tamices moleculares, donde la relación tamaño de poro/diámetro cinético (polímero/gas, respectivamente) apunta a ser el factor predominante antes de la permeación y la separación de gases. Simultáneamente, la sorción adsorbato-membrana, es un factor importante en la separación de gases y poco estudiado. Los cianuros de metal doble (CMD) con fórmula química M₃[Co (CN)₆]₂ · xH₂O (donde M = Ni, Co, Fe, Mn, Cd y Cu), son sólidos porosos miembros de la familia de los MOFs y se han reportado como materiales con gran potencial en la sorción de gases.[4,5] Los CMD constituidos por el bloque molecular hexacianocobaltato, [Co(CN)₆]₂³⁻, y cationes de metales de transición divalentes [M]²⁺, forman enrejados moleculares bien definidos.[4] que pueden interactuar como ácidos de Lewis con momentos dipolares y cuadrupolares de diferentes gases.



Materiales y métodos

Los CMD fueron preparados por el método de adición-precipitación en condiciones de temperatura y presión ambiente. Centrifugados, lavados con H₂O DI. y secados a con aire. La caracterización físico química de los materiales obtenidos se llevó a cabo por las técnicas de DRX, FTIR, TGA. En segunda etapa (y final), se prepararon las membranas por el método de casting y se caracterizaron por SEM y las técnicas anteriormente mencionadas.

Resultados y discusión

Los resultados obtenidos por refinamiento Rietveld, de los PDRX en polvos de CMD presentaron estructuras cristalinas de células unitarias cúbicas (Fm-3m) que coinciden con los informes cristalográficos reportados en la literatura; La Figura 1a muestra los índices de Miller de los patrones de difracción del CoCMD y ZnCMD, reportado en la literatura [5] De acuerdo a curvas de adsorción de CO₂ y N₂ (a 1 bar y 296 K) en CoCMD y ZnCMD se obtuvieron sorciones de 1.5 y 0.01 mmol g⁻¹, respectivamente. Las señales de vibración obtenidas de los espectros FTIR observaron las bandas de ν (CN), ν (OH) y ν (MN) a 2100, 1600, y 420 cm⁻¹, respectivamente. Los materiales CMD fueron usados como rellenos en 25 y 35 % peso en la base polimérica PEI y mediante la técnica de casting, se obtuvieron las MMM de CoCMD/PEI y ZnCMD/PEI (MnCo y MnZn respectivamente. Donde n=1 a 25% peso y n=2 a 35% peso). Las MMM caracterizadas por PDRX y FTIR mostraron las señales de ambos materiales (CMD/PEI), sin cambio aparente, lo que sugiere la mezcla física de ambos compuestos. Por otro lado, los termogramas obtenidos (véase figura 1b), mostraron una reducción en la estabilidad térmica en las MMM (de 50°C aprox), comparada a la base polimérica PEI.

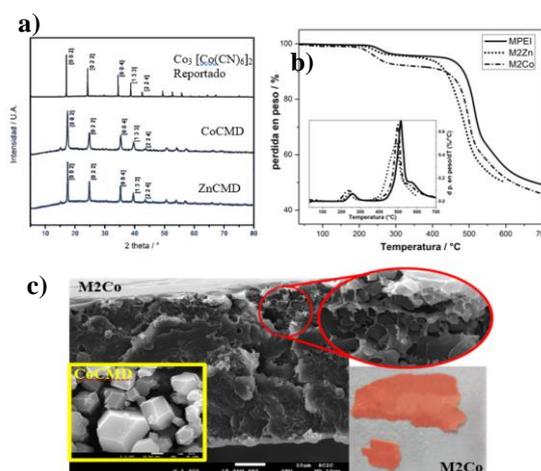
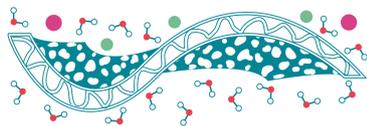


Figura 1. a) PDRX en polvos de CoCMD, ZnCMD y reportado; b) TGA de MMM
c) M2Co y micrografías SEM

Conclusiones

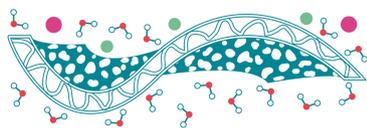
Las concentraciones de adsorción de CO₂ y N₂ (a 1 bar y 296 K) en CoCMD y ZnCMD de 1.5 y 0.01 mmol g⁻¹, respectivamente, muestran el potencial que tienen estos materiales para su aplicación en tecnologías de separación de gases.



Se prepararon MMM con rellenos CoCMD y ZnCMD. Las membranas presentaron buena homogeneidad, flexibilidad y no presentaron hinchamiento por agua. Además, presentaron una estabilidad térmica hasta los 250 °C. Se sugiere que, las MMM presentadas en este trabajo presentan propiedades potenciales en la separación de mezclas gaseosas tales como O₂/N₂ y CO₂/N₂.

Referencias

- [1] H. Yang, S. Fan, X. Lang, Y. Wang, J. Nie, Economic Comparison of Three Gas Separation Technologies for CO₂ Capture from Power Plant Flue Gas, *Chinese J. Chem. Eng.* 19 (2011) 615–620. [https://doi.org/10.1016/S1004-9541\(11\)60031-1](https://doi.org/10.1016/S1004-9541(11)60031-1).
- [2] R. Prasad, R.L. Shaner, K.J. Doshi, Comparison of Membranes with Other Gas Separation Technologies, *Polym. Gas Sep. Membr.* (2018) 513–614. <https://doi.org/10.1201/9781351075886-11>.
- [3] A.R. Kamble, C.M. Patel, Z.V.P. Murthy, A review on the recent advances in mixed matrix membranes for gas separation processes, *Renew. Sustain. Energy Rev.* 145 (2021) 111062. <https://doi.org/10.1016/J.RSER.2021.111062>.
- [4] † L. Reguera, ‡ J. Balmaseda, ‡ and L. F. del Castillo, §, † E. Reguera*, Hydrogen Storage in Porous Cyanometalates: Role of the Exchangeable Alkali Metal, *J. Phys. Chem. C.* 112 (2008) 5589–5597. <https://doi.org/10.1021/JP7117339>.
- [5] J. Roque, E. Reguera, J. Balmaseda, J. Rodríguez-Hernández, L. Reguera, L.F. del Castillo, Porous hexacyanocobaltates(III): Role of the metal on the framework properties, *Microporous Mesoporous Mater.* 103 (2007) 57–71. <https://doi.org/10.1016/J.MICROMESO.2007.01.030>.



TEMA 9: ULTRAFILTRACIÓN, NANOFILTRACIÓN Y ÓSMOSIS INVERSA

Sorción de hierro en perlas de gel de quitosano

E. Castañeda Rodríguez¹, O. Flores Murillo¹, O. Almeida Escalante¹, R. Conejo Flores¹, R.C. Villegas Martínez, J.M. García González^{1,*}, J. Guzmán Pantoja²

¹ Unidad Académica de Ciencias Químicas de la Universidad Autónoma de Zacatecas

² Gerencia de Refinación de Hidrocarburos, Dirección de Investigación en Transformación de Hidrocarburos, Instituto Mexicano del Petróleo

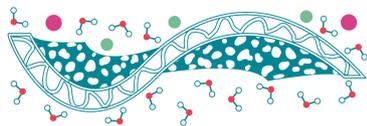
* E-mail: jmgarcia@uaz.edu.mx

Palabras clave: Sorción; perlas de gel de quitosano; hierro

Introducción

El agua es un recurso indispensable para la vida cotidiana y ha sido empleada desde las antiguas civilizaciones humanas ya que de esta manera se tuvo a lugar las primeras formas de vida en la Tierra (Camposano, 2021). El agua empleada para el consumo humano se denomina agua potable la cual pasa por un proceso de potabilización, con el fin de que el producto obtenido no represente un riesgo para la salud (Barrera, 2021). La presencia de hierro es un problema de calidad del agua muy común, el agua que contiene cantidades pequeñas de hierro puede parecer clara cuando es extraída, pero podrá rápidamente tornarse roja después de su exposición al aire. Este proceso es denominado oxidación, y envuelve la conversión de hierro disuelto (ferroso), que es altamente soluble, en hierro precipitado (férrico), que es muy insoluble. Principalmente se encuentra disuelto en forma de bicarbonato ferroso, $\text{Fe}(\text{HCO}_3)_2$. La concentración de hierro es medida en ppm o mg/L; la remoción puede ser hecha por medio de intercambio iónico (ablandador) o por oxidación/filtración. No se sabe de algún efecto que perjudique a la salud por tomar agua que contenga hierro. Se presenta en aguas dulces naturales en concentraciones de 0,5 a 50 mg/L en concentraciones mayores que 0,3 mg/L causa manchas en la ropa o utensilios de porcelana, produce sabores metálicos y en general le da un aspecto desagradable e inapropiado para ciertos usos (Lima, 2021). El hierro en grandes cantidades resulta ser tóxico para el consumo humano, es por ello que se pretende mantener una regulación de las cantidades que ingresan al sistema metabólico (L.Toxqui, 2010); para la reducción de las concentraciones de hierro en el proceso de potabilización se emplearán perlas de gel quitosano que mediante la sorción del elemento en cuestión se disminuirá su concentración en el agua comprobando esto con la medición de determinados parámetros tales como el pH. (Arias, 2017). Se han presentado en la literatura varios artículos en los que se emplea el quitosano en la sorción de metales, de los cuales se pueden destacar: los presentados por Pinagorte & Vera (2021) y Aguirre (2021) en la sorción del plomo; Dima y Zaritzky (2016), presentan la adsorción de Cr en quitosano, así como Arenas, *et al.* (2021), presentaron los resultados al adsorber Cr, Pb y Cd en quitosano.

Materiales y Métodos



Las perlas de gel quitosano se fabricaron por medio de una dilución en ácido acético del quitosano. Se colocó en una solución de NaOH al 30 %. Luego, las perlas se enjuagan en baños de agua desionizada. Posteriormente usando una solución de 100 ml de FeSO_4 con 1 g de perlas, las cuales fueron sometidas a agitación constante por 90 min y 250 rpm, ajustando el pH a 5, con soluciones 0.1 M de NaOH y 0.01 M de H_2SO_4 . Se realizó una prueba cualitativa de adsorción.

Resultados y Discusiones

Se demostró que toda la estructura de la perla se encuentra disponible con sitios activos para la adsorción del hierro. Por último, se realizó un análisis de SEM y EDX lineal a una muestra de perlas de gel de quitosano. La superposición del análisis SEM y EDX lineal (Figura 1), es notorio que al interior de la perla, el contenido de hierro es uniforme, sin embargo para los extremos que corresponden a la superficie externa hay un incremento notable en el contenido de hierro, por lo que se podría decir que para el hierro hay una mayor resistencia a la difusión interna, esto tiene sentido pues el hierro cuenta con el radio iónico más grande.

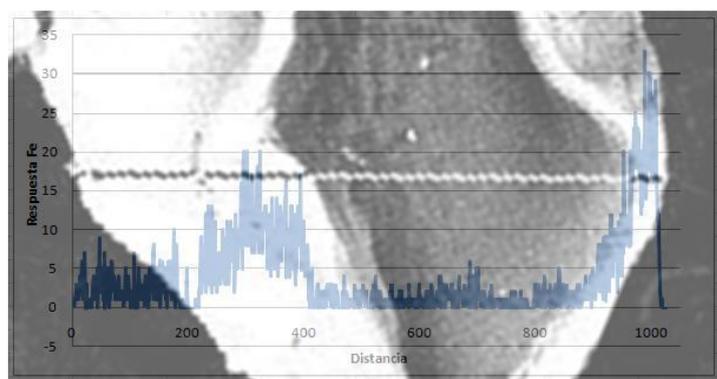


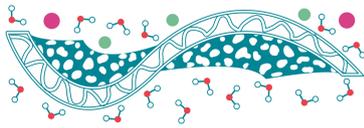
Figura 1. Superposición de SEM y EDX lineal para Fe.

Conclusiones

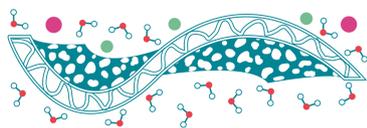
El Fe se adsorbe en las perlas de gel de quitosano de acuerdo con el análisis cualitativo por la coloración adquirida por las perlas. Además, la SEM y la EDAX permiten comprobar que el Fe se depositó en las perlas. Por último, es conveniente de realizar un estudio cinético, para cuantificar cuanto adsorben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

Referencias

- Aguirre, Valdiviezo L. A. (2021) Propuesta de adsorción de plomo con quitina y quitosano del exoesqueleto del camarón por descargar de agua contaminada de industria minera. *Trabajo de Titulación* Universidad Agraria del Ecuador. Guayaquil, Ecuador.
- Arenas, Flores E.R. Almeida, Escalante O., Conejo, Flores R., García, González J.M., Rojas, Amaro A., Terres, Rojas E., Guzmán, Pantoja J. (2021) *Treatment of a mining water effluent for the sorption of heavy metal ions using polymer composite beads in a continuous column*. Water and Environment Journal, April 2021, Wiley. DOI: 10.1111/wej.12710
- Arias, D. P. (2017). *Estudio de la adsorción de plomo utilizando quitosano modificado con hierro*.



- Barrera, F. N. (2021). Monografía para optar el título de especialista en gerencia de la calidad. *PROPUESTA DE UN SISTEMA DE GESTIÓN AMBIENTAL*, 105.
- Campozano, V. R. (2021). Proyecto de titulación. Diseño de una planta de tratamiento de agua para consumo humano para la Parroquia Membrillal de cantón, 121.
- Dima, J. B. Zaritzky, N. E. (2016) Efectividad del las micropartículas de quitosano obtenidas de residuos pesqueros en la adsorción de cromo hexavalente. The Fifth International Symposium on Environmental Biotechnology and Engineering. <https://ri.conicet.gov.ar/handle/11336/136555> Consultada: 19 de agosto de 2021.
- Lima, M. O. (2021). Diagnóstico de la calidad del agua para consumo humano de los pozos ubicados dentro del Campus Central de la Universidad de san Carlos de Matehuala conforme a la Norma COGUANOR 29 001 y propuesta de acondicionamiento. Trabajo de graduación, 55.
- Pinargote, Arauz M. E. Vera, Ramos M. V. (2021) Adsorción de plomo mediante la utilización del exoesqueleto de camarón y cascarilla de arroz en aguas residuales de la industria fabricante de baterías. Trabajo de Titulación Escuela Superior Politécnica Agropecuaria de Manabí Manuel Félix López. Calceta, Cantón Bolívar. Ecuador.
- Toxqui L. (2010). *Deficiencia y sobrecarga de hierro; implicaciones en el estado oxidativo y la salud cardiovascular*. *Nutrición Hospitalaria*, 16.



Preparación de películas porosas de Quitosano-Cobre (CTS-Cu₂OMCs) utilizando el DES ChCl:U como agente porógeno

L.H. Delgado Rangel¹, E. Reyes Mercado¹, J.D. Mota Morales², J.B. González Campos^{1,*}

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

² Centro de Física Aplicada y Tecnología Avanzada, Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM) Unidad Querétaro, Querétaro 76230, México

* jbgonzalez@umich.mx

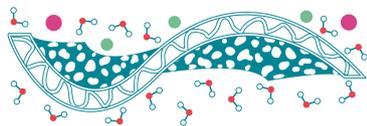
Palabras clave: quitosano, DES, porógeno, micro-cristales, cobre.

Introducción.

El quitosano (CTS) es el derivado desacetilado de la quitina, es un biopolímero de gran interés en diferentes áreas, como la ingeniería de tejidos, la remediación de aguas residuales, o inclusive en catálisis como soporte de catalizadores. Un aspecto químicamente interesante de la molécula de CTS es su actividad quelante frente a diferentes metales originada por su interacción con los grupos NH₂ y OH presentes a lo largo de sus cadenas poliméricas (Reyes-Mercado *et al.*, 2021). Esta capacidad de quelación es aprovechada para el uso del CTS en la absorción de metales presentes en aguas residuales, pero también es útil para el anclaje de metales con actividad catalítica o de especies que puedan potenciar la capacidad de absorción del CTS frente a diferentes tipos de contaminantes como lo es el caso de los colorantes (Vallejo-Macías *et al.*, 2020; Reyes-Mercado *et al.*, 2021). Una ventaja del uso de CTS es que puede ser procesado para obtenerlo en diferentes presentaciones, ya sea como películas, hidrogeles, nanofibras o esponjas (2015; Pérez-Nava *et al.*, 2018), no obstante, la obtención de materiales de CTS con estas características no suele ser simple, principalmente en forma de nanofibras o materiales porosos tipo esponjas. Por lo anterior, la implementación de nuevas metodologías para la obtención de materiales porosos basados en CTS es de gran interés. En esta investigación, se ha explorado el uso de una metodología basada en la separación de fases, denominada separación de fase inducida por evaporación (EIPS) en la cual se hace uso del disolvente eutéctico profundo (DES) cloruro de colina:urea (ChCl:U) como agente porógeno, tal metodología ha dado buenos resultados en la obtención tanto de películas como de monolitos porosos de CTS puro (Delgado-Rangel *et al.*, 2020). Lo que se explora ahora, es aprovechar las ventajas de esta metodología para la obtención de películas porosas de CTS cargadas con microcristales de óxido de cobre I (Cu₂OMCs) con características adecuadas para su uso en la adsorción de colorantes o como catalizadores.

Materiales y Métodos

La metodología EIPS utilizada es similar a la reportada por nuestro grupo para la obtención de películas porosas de CTS puro (Delgado-Rangel *et al.*, 2020); en este caso empleando soluciones de CTS cargadas con Cu₂OMCs. La preparación de las soluciones de CTS-Cu₂OMCs se realizó usando hojuelas de CTS con Cu₂OMCs (10, 5 y 2.5 % p/p) (Reyes-Mercado *et al.*, 2021), las cuales posteriormente se disolvieron en una solución acuosa de ácido acético al 40 % v/v. El análisis microscópico de los materiales resultantes se realizó en un equipo FESEM Jeol JSM 7600F.



Resultados y Discusiones

Para la preparación de las películas de CTS-Cu₂OMCs se planteó obtener materiales que macroscópicamente fueran parecidos a las películas de CTS puro obtenidas por la misma metodología EIPS (Figura 1A). Para la obtención de películas porosas CTS-Cu₂OMCs, se trabajó con diferentes concentraciones de Cu₂OMCs; 10% p/p, 5% p/p, 2.5% p/p, en un solo caso se obtuvo una morfología similar a la de la película de CTS puro, esta fue usando un 5% p/p de Cu₂OMC (Figura 1 B), la cual presenta el color verde azulado característico de la presencia de Cu, además de ser una película opaca similar a la de CTS puro, el análisis por FESEM muestra la obtención de una superficie porosa, con poros interconectados (Figura 1C y 1D) lo cual ayuda a que la superficie de contacto sea mayor. Por otro lado, el análisis elemental de esta película (Figura 1 E) muestra una distribución homogénea del Cu en el material.

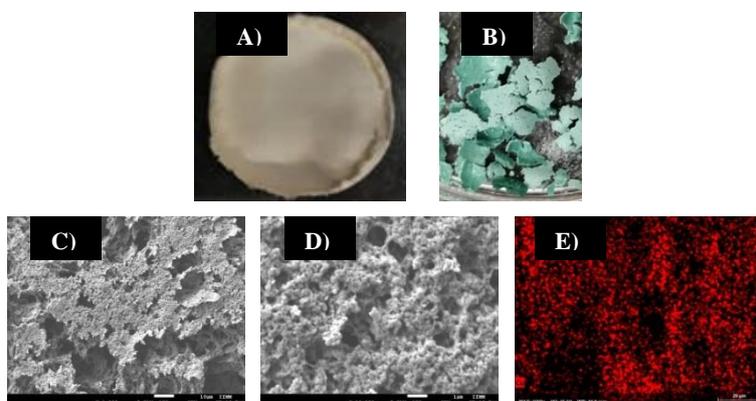


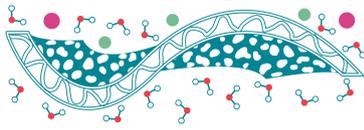
Figura 1. A) Fotografía de una película porosa de CTS puro (Delgado-Rangel *et al.*, 2020), B) fotografía de la película porosa CTS-Cu₂OMCs obtenida mediante la metodología EIPS con un 5% p/p de Cu₂OMCs, C) imagen FESEM de la película porosa CTS-Cu₂OMCs a X1000, D) imagen FESEM de la película porosa CTS-Cu₂OMCs a X10000, E) mapeo elemental de Cu en la película CTS-Cu₂OMCs.

Conclusiones

Se ha logrado la implementación de la metodología EIPS para la obtención de películas porosas de CTS cargadas con Cu₂OMCs, en las cuales el metal se encuentra con una distribución homogénea a lo largo y ancho de la matriz polimérica. Se continúa explorando los parámetros para la estandarización del método y la obtención de películas porosas con características mucho más adecuadas para su posterior análisis como material adsorbente de colorantes.

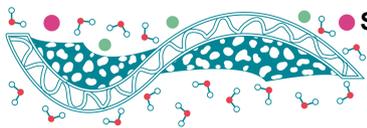
Referencias

- Delgado-Rangel, L. H. *et al.* (2020) *Deep eutectic solvent-assisted phase separation in chitosan solutions for the production of 3D monoliths and films with tailored porosities*, International Journal of Biological Macromolecules, **164**, 4084–4094.
- Pérez-Nava, A. *et al.* (2018) *Eco-friendly Production of Metallic Nanoparticles in Polymeric Solutions and Their Processing into Biocompatible Composites*, Fibers and Polymers, **19**(1), 156–169.
- Reyes-Mercado, E. *et al.* (2021) *Chitosan-supported copper salt and copper metal nanoparticles/ copper (I) oxide microcrystals: Efficient and recyclable heterogeneous catalysts for the synthesis of bis(indolyl)methanes*,



Chemical Engineering and Processing - Process Intensification, **159**

Vallejo-Macías, M. T. *et al.* (2020) *Macroporous Polyacrylamide γ -Fe₂O₃ Nanoparticle Composites as Methylene Blue Dye Adsorbents*, ACS Applied Nano Materials, **3**(6), 5794–5806.



Experiencias en el uso de la ósmosis inversa en comunidades rurales Yaquis

C.D. Silva Luna¹, I.E. Villegas Mendoza², J.A. Bañuelos Díaz³

^{1,2,3} Instituto Mexicano de Tecnología del Agua. Paseo Cuauhnáhuac 8532, Colonia Progreso, Jiutepec, Morelos. C.P. 62550

* E-mail: carlos_silva@tlaloc.imta.mx

Palabras clave: Ósmosis inversa; Potabilización; Comunidad Rural; Arsénico; Pueblo Yaqui.

Introducción

Desde 2019 el Gobierno de México está implementando una atención integral a los pueblos indígenas del estado de Sonora y así responder a las legítimas reivindicaciones de los Pueblos Yaqui en materia de tierra, territorio y agua. Respecto al tema de derecho al agua, el Instituto Mexicano de Tecnología del Agua (IMTA) coadyuva para restituir el derecho al agua de las comunidades Yaquis y garantizar su uso y consumo de manera segura, realizando acciones en tres comunidades Yaquis: Vicam Pueblo, Torim, y Rahum. Del análisis de parámetros de calidad se encontraron valores elevados en contaminantes como arsénico, manganeso, sodio, SDT, entre otros. Es importante resaltar que la presencia de arsénico en agua de consumo humano resulta en un riesgo inaceptable para la salud ya que este es un carcinógeno (OMS, 2006). Debido a lo anterior, se establece como prioritario la instalación y puesta en marcha de filtros para potabilización, que permitan suministrar agua para consumo humano, y que ayudarán a proteger la salud de la población Yaqui. El objetivo de este trabajo fue coadyuvar en la restitución de derecho al agua de las comunidades Yaquis a través de acciones que permitan que el pueblo Yaqui cuente con la tecnología para obtener agua libre de agentes contaminantes.

Materiales y Métodos

Las actividades realizadas para alcanzar los objetivos en las 3 comunidades Yaquis, incluyeron el muestreo de agua y su análisis (con los criterios de la NOM-127-SSA1-1994 mod 2000) en laboratorio acreditado considerado 10 metales, inorgánicos (nitrógeno amoniacal, nitritos, nitratos, sulfatos, sodio, fluoruros y cloruros), parámetros como dureza, color verdadero, sólidos disueltos totales (SDT), turbiedad, así como microbiológicos. Además, se llevó a cabo una visita diagnóstico a las comunidades donde a través de entrevistas y cuestionarios se conoció la infraestructura de potabilización, hidráulica, acceso a líneas eléctricas, número de habitantes y fuente de abastecimiento. A través del análisis de la información recabada se diseñó el prototipo de purificación de agua con base en tres operaciones: filtración por zeolita, filtración por cartucho de 5 µm y membrana de ósmosis inversa, seguido de desinfección por UV. Posteriormente de la finalización de las pruebas de desempeño e instalación de equipos de purificación, se muestreo el agua producto para verificar el cumplimiento del permeado con la normatividad.

Resultados y Discusiones

La Tabla 1 muestra el desempeño de los sistemas de purificación para remover los contaminantes que estuvieron fuera de la norma al comparar el agua cruda y permeado. La eficiencia de remoción en las tres comunidades rondó entre 94 y 97% globalmente. Cabe señalar que de entre los contaminantes prioritarios como el arsénico, se determinaron concentraciones por debajo del LMP (0.025 mg/L) señalados en la NOM-127-SSA1-1994 mod 2000.

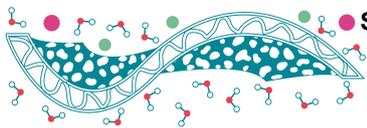


Tabla 1. desempeño de los sistemas de purificación para remover los contaminantes.

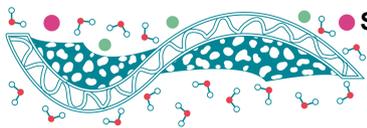
Parámetros (mg/L)	Vicam Pueblo		Torim		Rahum	
	Entrada	Salida	Entrada	Salida	Entrada	Salida
Arsénico	0.0738	0.0157	0.0106	<0.0010	0.0700	<0.0010
Manganeso	0.541	0.027	<0.050	<0.050	<0.05	<0.050
Sodio	85.97	3.86	74.34	3.34	421.4	12.64
Cloruros Totales	<1.0	<1.0	1.07	<1.0	513.0	15.39
SDT	750	37.5	458	22.9	1410	38.42
Coliformes totales (NMP/100 mL)	<3	N/D	4.0	N/D	<3	N/D

Conclusiones

Los contaminantes fuera de norma tuvieron un decremento entre 94 y 97% en su concentración en el permeado, resaltando al arsénico y manganeso, por los problemas a la salud y estéticos que ocasionan. Los sistemas de purificación demostraron la utilidad de la tecnología de membranas aplicada a comunidades rurales ya que a pesar de limitaciones en espacio e infraestructura fue posible tratar sus fuentes de abastecimiento y así se cumpla los límites máximos permisibles establecidos en NOM-127-SSA1-1994.

Referencias

OMS (2006). *Guías para la calidad del agua potable [recurso electrónico]: incluye el primer apéndice. Vol. 1: Recomendaciones. Tercera edición.* Organización Mundial de la Salud, Ginebra Suiza.



Efecto del agente reticulante en la modificación de membranas de quitosano

C. Solís Martínez^{1*}, J. A. Galicia Aguilar¹, E. Águila Almanza¹, M. A. García Castro¹, J. L. Varela Caselis¹, S.A. Lozano Morales²

¹ Facultad de Ingeniería Química, BUAP. 18 sur y San Claudio Ciudad Universitaria, Puebla, Pue. C. P. 72570
Colonia Jardines de San Manuel

² Centro de Investigación en Química Aplicada, Enrique Reyna H. No. 140, San José de los Cerritos, 25294 Saltillo, Coahuila

* E-mail: celestes.solis@alumno.buap.mx

Palabras clave: Quitosano; Membrana; Reticulación; Ácido Cítrico; Ácido Sulfúrico.

Introducción

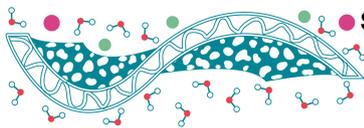
El uso de biopolímeros ha surgido como un tema de interés tecnológico debido a su versatilidad de aplicaciones en diferentes áreas, siendo el quitosano uno de los más importantes por sus propiedades y abundancia. Para potenciar las aplicaciones sugeridas, es necesario ahondar en el conocimiento de sus propiedades. El interés de vincular al quitosano con otros materiales proviene de la necesidad de mejorar sus propiedades mecánicas, físicas y químicas siendo la reticulación química un método que permite dichas modificaciones. En este trabajo se realizó la extracción de quitosano a partir de exoesqueletos de camarón, utilizando el producto purificado en la formación de membranas densas purificado. Las membranas fueron reticuladas con ácido sulfúrico y ácido cítrico para determinar el efecto del agente reticulante sobre las propiedades químicas y físicas de las membranas.

Materiales y Métodos

El quitosano se obtuvo a partir de residuos de exoesqueletos de camarón siguiendo la metodología propuesta por Hernández [Hernández, 2009] con modificaciones. El proceso consiste en 3 reacciones, desmineralización, desproteínización y desacetilación termoalcalina, en esta última se varió el volumen de la solución de NaOH en 3, 4 y 5 mL y el tiempo de reacción en 2, 3 y 4 horas. Se determinó el peso molecular (PM) por viscosimetría capilar y el grado de desacetilación (DDA) por FTIR – ATR de las diferentes muestras de quitosano. La formación de la membrana se realizó siguiendo el método de casting [Kaya, 2016], disolviendo 0.1g de quitosano en ácido acético al 0.1 M. Para la reticulación con H₂SO₄ se varió la concentración en 0.1, 0.3 y 0.5 M y el tiempo de inmersión en 0.5, 1, 6, 12 y 24 horas. Por su parte, la reticulación con ácido cítrico se efectuó durante el proceso de formación de las membranas agregando fracciones peso de 0.02, 0.04, 0.06 y 0.08 al quitosano en solución y manteniendo la agitación por 15 minutos a 90 °C.

Resultados y Discusiones

Se determinó el PM y el DDA de cada una de las muestras. En la Tabla 1 se reporta que el volumen de solución NaOH tiene mayor influencia en el DDA que el tiempo de reacción. Las muestras M23, M33 y M43 presentaron DDA del orden del 80%, rangos deseables para la formación de membranas densas. El PM más alto se obtuvo en la muestra M33 y se seleccionó para la formación de membranas.

**Tabla 1.** Porcentajes de desacetilación y peso molecular con diferentes volúmenes y tiempos.

Clave	Muestra*	Desacetilación%	Peso molecular (g/mol)
M23	2h/3mL	80.25 ± 1.03	355156 ± 1.03
M24	2h/4mL	83.65 ± 0.629	261588 ± 0.629
M25	2h/5mL	87.51 ± 1.104	95164.8 ± 1.104
M33	3h/3mL	80.41 ± 1.118	567054 ± 1.118
M34	3h/4mL	85.24 ± 0.608	201211 ± 0.608
M35	3h/5mL	89.39 ± 0.968	84335 ± 0.968
M43	4h/3mL	80.145 ± 1.262	274143 ± 1.262
M44	4h/4mL	85.21 ± 0.698	221261 ± 0.698
M45	4h/5mL	91.39 ± 1.051	64487.7 ± 1.051

*tiempo de reacción de desacetilación / volumen de solución de NaOH

Las membranas reticuladas con 0.3M H₂SO₄ presentaron baja absorción de agua, como lo indicó el factor de hinchamiento. Esto indica la modificación química de la estructura del polímero que forma la membrana. Las membranas reticuladas con ácido cítrico con 0.02 y 0.04 g se mostraron menos quebradizas y con menor absorción con relación a las membranas reticuladas con ácido sulfúrico.

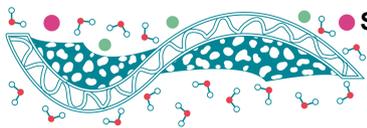
Conclusiones

Se obtuvo quitosano de exoesqueletos de camarón con un peso molecular viscoso de 567054 g/mol y un grado de desacetilación del 80%. Estas características permitieron la formación de membranas densas, sin aparentes defectos de superficie. Las membranas se reticularon mediante inmersión en soluciones de ácido sulfúrico o ácido cítrico, siendo las membranas reticuladas con ácido cítrico físicamente más maleables y menos hidrófilas.

Referencias

Hernández H., Águila E., Flores A., Viveros N., and Ramos M.E. (2009). *Obtención caracterización de quitosano a partir de exoesqueletos de camarón*, *Superf. y Vacío*, **22**, 57-60.

Kaya M., Asan-Ozusaglam M., Erdogan S., Park S. Y., Marsh K.S., and Rhim J.W. (2016). *Characteristics of different molecular weight chitosan films affected by the type of organic solvents*, *J. Food Sci.* **67**, 678–684, 2016.



TEMA 10: SEPARACIÓN DE GASES Y VAPOR

Identificación de las transiciones térmicas de membranas a base poliimidadas con grupos polares

M. López Badillo¹, J. A. Galicia Aguilar^{1*}, M. A. García Castro¹, J. L. Valera Casellis¹, F. J. Enríquez Medrano², S. A. Lozano Morales², N. Villa Ruano¹

¹Facultad de Ingeniería Química, Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, Avenida San Claudio y 18 Sur, Ciudad Universitaria, C.P. 72570, Puebla, Pue., México.

²Centro de Investigación en Química Aplicada, Blvd. Enrique Reyna Hermosillo No. 140 Saltillo, Coahuila México.

* E-mail: maribel.lopezb@alumno.buap.mx

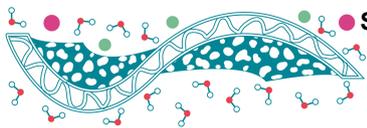
Palabras clave: Poliimidadas, grupos polares, estabilidad térmica, membranas, separación, CO₂

Introducción

Las poliimidadas (PI), actualmente son de los mejores materiales poliméricos utilizados en la formación de membranas para la separación de gases como O₂, N₂, CO₂, CH₄, entre otros. Las PI son útiles para esta aplicación debido a que exhiben excelentes propiedades físicas, químicas, mecánicas y de procesabilidad (López Badillo, *et al.*, 2018) Sin embargo, para evitar su envejecimiento físico y químico del polímero se propone el reforzamiento de la estructura. La inclusión a la estructura de grupos polares como -O-, -SO₂-y -COOH, pueden aumentar las interacciones dipolares entre cadenas o formar enlaces de hidrógeno aumentando la densidad de empaquetamiento. En este trabajo se utilizó calorimetría diferencial de barrido y termogravimetría para determinar el comportamiento y la estabilidad térmica para cinco poliimidadas a base de 6FDA conformadas como membranas, con diferentes relaciones molares del grupo polar -COOH, incorporado a la estructura a partir del monómero ADAB. Las poliimidadas fueron sintetizadas por policondensación en un paso e identificados sus grupos funcionales por FTIR-ATR.

Materiales y Métodos

Los reactivos utilizados para la síntesis de las poliimidadas fueron 4,4'-(hexafluoroisopropilideno) dianhidrido ftálico (6FDA), 4,4'-hexafluoropropilideno bis(p-fenileno) dianilina (6FPA) y 3,5-ácido diamino benzoico (ADAB). Las relaciones molares para 6FDA-ADAB:6FDA-6FPA en las cinco poliimidadas son: 6FDA-ADAB (**1:0**), co-PI 73 (**0.7:0.3**), co-PI 55 (**0.5:0.5**), co-PI 37 (**0.3:0.7**) y 6FDA-6FPA (**0:1**). Las PI se sintetizaron mediante policondensación en un paso. Se identificaron los grupos funcionales por espectrofotometría de infrarrojo en un equipo Perkin Elmer. Las membranas fueron formadas a partir de la técnica de evaporación controlada de disolvente. Para las membranas se calculó la fracción de volumen libre (FVL) por el método de contribución de grupos de Bondi, la temperatura de transición vítrea (**T_g**) mediante calorimetría diferencial de barrido en un equipo DSC marca Mettler Toledo-DSC1, se realizó el análisis termogravimétrico (TGA) en un instrumento TA Q500 a una velocidad de calentamiento de 10°C·min⁻¹ hasta 800° y se realizaron patrones de difracción de rayos X en un equipo Bruker D8 Advance, usando una fuente de radiación K α Cu (λ_{Cu} =1.542Å).



Resultados y Discusiones

Las cinco PI fueron sintetizadas por policondensación en un paso. Los estudios térmicos indican que la T_g aumentó de 235 a 304 °C con la inclusión de grupos polares. Se ha reportado que estos grupos restringen el movimiento intrasegmental debido a las interacciones entre las cadenas poliméricas por la formación de enlaces de hidrógeno (Sanaeepur et al., 2019). Lo anterior queda evidenciado mediante la identificación de la vibración en 1005 cm^{-1} en FTIR-ATR. Así mismo, la temperatura de degradación (T_d) para la formulación sin grupos polares aumentó de 540 a 566 °C por la incorporación de los grupos -COOH del ADAB. Estos resultados muestran que la inclusión de ADAB refuerza la estructura. Las Figuras 1 y 2 muestran los termogramas donde se identifican las temperaturas de las transiciones vítreas y la pérdida de peso por inicio de la degradación del polímero.

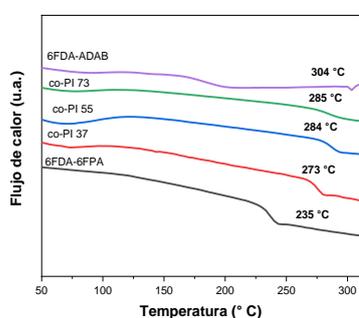


Figura 3. Termograma para las PI

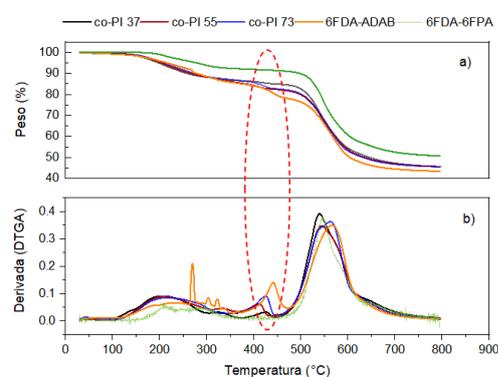


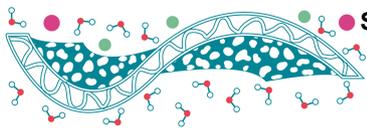
Figura 4. Análisis termogravimétrico para las PI

Conclusiones

El incremento de T_g y la T_d son indicativos del reforzamiento de la estructura de las PI. Las cadenas poliméricas interaccionan por la formación de enlaces de hidrógeno como lo muestra el espectro de FTIR. Estas características se lograron por la inclusión de los grupos polares a la estructura.

Referencias

- López Badillo, M., Galicia Aguilar, J., Ortiz Muñoz, E., Hernández Rodríguez, G. and Del Valle Soto, F. (2019) *Chemical Cross-Linking of 6FDA-6FPA Polyimides for Gas Permeation Membranes*, *International Journal of Chemical Reactor Engineering*, **17** (6), 1-11. <https://doi.org/10.1515/ijcre-2017-0252>
- Sanaeepur, H., Ebadi Amooghin, A., Bandehali, S., Moghadassi, A., Matsuura, T., & Van der Bruggen, B. (2019). *Polyimides in membrane gas separation: Monomer's molecular design and structural engineering*, *Progress in Polymer Science*, **91**, 80–125. doi:10.1016/j.progpolymsci.2019.001.



Reestructuración térmica de poliimididas orto-funcionalizadas para su uso como membranas de separación de gases.

M. Rojas-Rodríguez^{1*}, C. Aguilar-Lugo¹, A. E. Lozano², L. Alexandrova¹

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

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

*E-mail: mariorojas.r@outlook.com

Palabras Clave: Reordenamiento térmico, policondensación; Separación de Gases, polibenzoxazoles.

Introducción

La separación en fase gaseosa usando membranas es una de las técnicas de más rápido crecimiento, debido al pequeño tamaño de las instalaciones, a su gran eficiencia energética y a sus ventajas económicas [1,2]. Las membranas poliméricas dominan el mercado de separación de gases, gracias a una combinación de buena procesabilidad, bajo precio, facilidad de escalado y compatibilidad con sistemas integrados [3]. Robeson, et al. describe e ilustra que la separación de gases a través de membranas poliméricas presenta una productividad limitada por una relación de compensación llamado “*trade-off*” entre permeabilidad (P) y selectividad (α) para diferentes pares de gases, donde polímeros más permeables son generalmente menos selectivos y viceversa [4,5]. Polímeros que se obtienen a partir de un reordenamiento térmico como: TR PBOs (Thermally Rearranged Polybenzoxazoles) [6–8] son una clase novedosa de materiales que se obtienen mediante tratamiento térmico, a altas temperaturas en estado sólido, de *orto*-hidroxipoliimididas aromáticas (*o*-HPIs) obteniendo materiales que poseen permeabilidades sobresalientes junto con una excelente selectividad, por encima de los usados comercialmente [9,10].

Este proyecto tiene como finalidad el desarrollo de nuevos polímeros tipo TR-PBO capaces de separar el CO₂ de otros gases. Lo cual se logrará a través de la síntesis de nuevos monómeros con grupos voluminosos a fin de aumentar la fracción de volumen libre y la productividad hacia la permeación de gases como CO₂ y CH₄.

Materiales y Métodos

fenol, ciclohexanona, 4-*tert*-butilciclohexanona, benzaldehído, 4-*tert*-butilbenzaldehído, Hidracina monohidratada, Pd/C (10%), N,N-dimetilaminopiridina (DMAP), piridina anhidro (Py), clorotrimetilsilano (CTMS) 1-Metil-2-pirrolidinona anhidro (NMP), dianhídrido 4,4'-(hexafluoroisopropilideno)diftálico (6FDA) y sulfolano.

La síntesis de monómeros orto-funcionalizados se obtienen a partir de una serie de reacciones que involucra la obtención de bisfenoles aromáticos en una primera etapa, reacciones de dinitración y reducción de los grupos dinitro. Para la obtención de polímeros se realizarán policondensaciones clásicas en dos etapas y una etapa [11,12] figura 1.

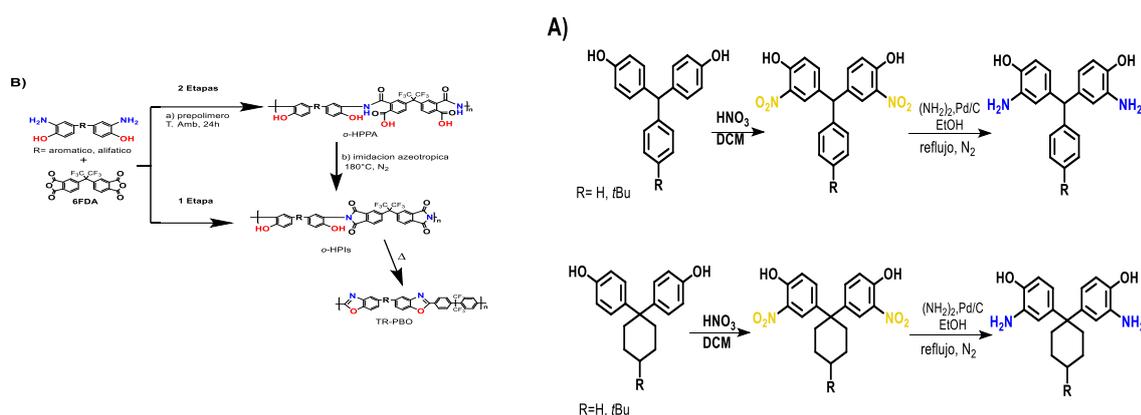
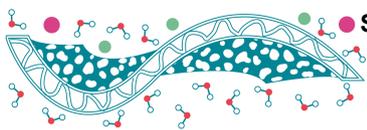


Figura 1. A) Ruta de síntesis de *ortho*-dihidroxi-diaminas aromáticas. B) Síntesis general de *ortho*-HPIs por policondensación en 1 y 2 etapas y obtención de TR PBOs

Resultados

Los monómeros necesarios para la obtención de PIs *ortho*-funcionalizadas fueron preparados por condensación de fenol y diversos aldehídos aromáticos y cetonas alifáticas obteniendo buenos rendimientos de entre 60-80%, dinitraciones entre 50-65% y reducciones con rendimiento del 90%. Las polimerizaciones se realizaron por dos métodos diferentes, en 2 etapas y una sola etapa obteniendo materiales con alto peso molecular, alta solubilidad tanto en THF como en solventes orgánicos. Logrando la formación de membranas. Tanto monómeros y polímeros se caracterizaron por IR-FT, RMN ¹H y ¹³C y análisis térmicos mostrados en la figura 2 para los basados en el monómero que contiene ciclohexano como grupo lateral.

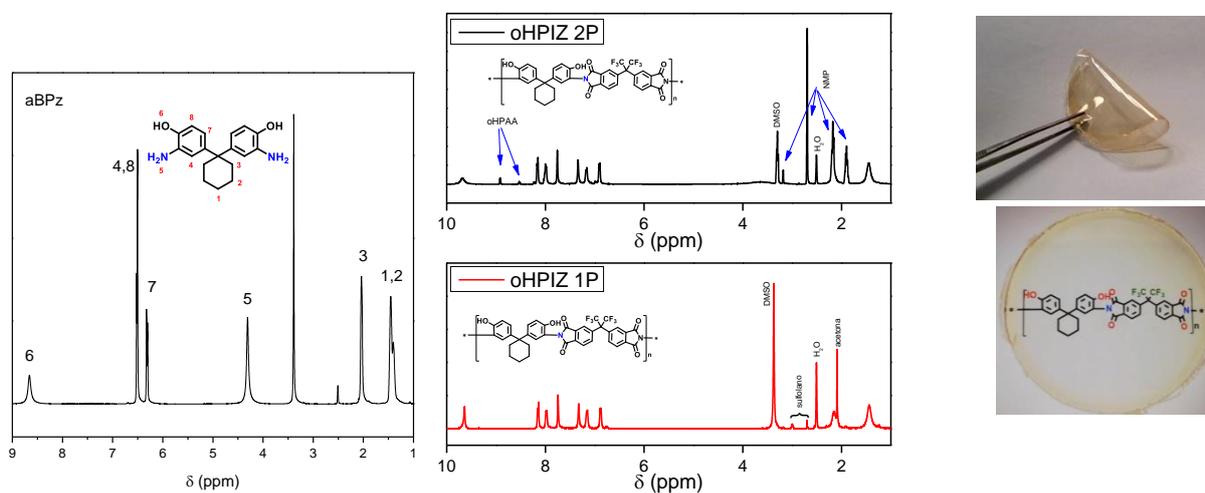
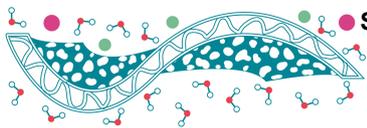


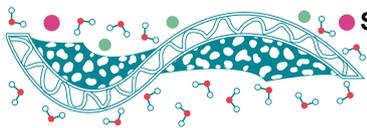
Figura 2. Espectro de resonancia magnética de protón de a) dihidroxi-diamina (aBPz) y b) *ortho*-HPIs vía 1 etapa y 2 etapas basadas en el monómero aBPz. C) obtención de membranas del polímero *ortho*-HPIz.

Bibliografía

1. Wang, X.-Y.; Hill, A.J.; Freeman, B.D.; Sánchez, I.C. *J. Memb. Sci.* **2008**, *314*, 15–23.
2. Han, Y.; Ho, W.S.W. *Chinese J. Chem. Eng.* **2018**, *26*, 2238–2254.
3. Ulbricht, M. *Polymer (Guildf)*. **2006**, *47*, 2217–2262,
4. Robeson, L.M. *J. Memb. Sci.* **2008**, *320*, 390–400.



-
5. Freeman, B.D. *Macromol.* **1999**, *32*, 375–380.
 6. Han, S.H.; Misdan, N.; Kim, S.; Doherty, C.M.; Hill, A.J.; Lee, Y.M. *Macromol.* **2010**, *43*, 7657–7667.
 7. Comesaña-Gándara, B.; Calle, M.; Jo, H.J.; Hernández, A.; de la Campa, J.G.; de Abajo, J.; Lozano, A.E.; Lee, Y.M. *J. Memb. Sci.* **2014**, *450*, 369–379.
 8. Calle, M.; Lozano, A.E.; Lee, Y.M. *Eur. Polym. J.* **2012**, *48*, 1313–1322.
 9. Budd, P.M.; McKeown, N.B. *Polym. Chem.* **2010**, *1*, 63.
 10. Luo, S.; Liu, J.; Lin, H.; Kazanowska, B.A.; Hunckler, M.D.; Roeder, R.K.; Guo, R. *J. Mater. Chem. A* **2016**, *4*, 17050–17062.
 11. Muñoz, D.M.; Calle, M.; de la Campa, J.G.; de Abajo, J.; Lozano, A.E. *Macromol.* **2009**, *42*, 5892–5894.
 12. Likhatchev, D.; Alexanrova, L.; Tlenkopatchev, M.; Martinez-Richa, A.; Vera-Graziano, R. *J. Appl. Polym. Sci.* **1996**, *61*, 815–818.



Síntesis de PBIs de alto peso molecular para aplicación en membranas de separación usando Reactivo de Eaton modificado.

M. García Vargas^{1*}, C. Aguilar Lugo², M. Rojas Rodríguez², L. Alexandrova², J. Palacios Alquisira¹

¹ Facultad de Química. Depto. Físicoquímica, Laboratorio 108. UNAM

² Instituto de Investigaciones en Materiales, Laboratorio C-104. UNAM

* E-mail: miriam.garcia@iim.unam.mx

Palabras clave: reactivo de Eaton; polibenzimidazoles; caracterización.

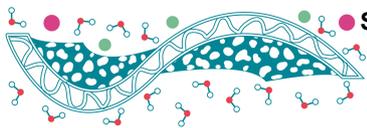
Introducción

Los polibenzimidazoles (PBIs) representan una gran familia de polímeros de alto rendimiento que se caracterizan por tener excelentes propiedades termomecánicas, alta temperatura de transición vítrea y excelente resistencia química y a la humedad (Tsur *et al.*, 1974; Liu *et al.* 2005; Yang *et al.* 2016). Estas propiedades los hacen adecuados para aplicaciones como materiales resistentes al fuego y, más recientemente, en celdas de combustible y como membranas de separación de gases (Wang, Chung 2015). La separación de gases mediante membranas poliméricas ha atraído atención a nivel industrial debido a que ofrecen un bajo costo y facilidad de operación (Joseph *et al.*, 2018). Los PBIs son buenos candidatos como membranas de separación de gases; sin embargo, su aplicación presenta el inconveniente de una baja permeabilidad (Stevens *et al.*, 2020) como resultado de su estructura rígida provocado por un empaquetamiento denso de cadenas; por lo cual, la búsqueda de nuevos materiales basados en PBIs con estructuras novedosas que puedan hacer frente a los requisitos de estas nuevas aplicaciones ha sido el motivo del renovado interés por la síntesis de PBIs.

Síntesis de Polibencimidazoles

Los principales métodos de síntesis involucran reacciones de condensación y ciclación de los monómeros en estado fundido o en disolventes polares, la mayor desventaja son las altas temperaturas de reacción. Se han desarrollado métodos alternativos, como el uso de ácido poli fosfórico (Asencio *et al.*, 2002) y el reactivo de Eaton (RE) (ac. Metanosulfónico (MSA)/P₂O₅) (Kim *et al.*, 2004). Ambas alternativas permiten la disminución de la temperatura y el tiempo de reacción; sin embargo, a pesar del desarrollo de estos métodos, la variedad estructural de PBIs es muy limitada, ya que las variaciones estructurales de los monómeros, particularmente de las tetraaminas representa un desafío, debido a su alta reactividad y difícil purificación. La mayoría de las veces, los polímeros obtenidos con tetraaminas poco reactivas (desactivadas) están parcialmente reticulados o tienen bajo peso molecular, lo que los hace imposibles de utilizar en aplicaciones superiores. Debido a esto, el desarrollo o modificación de la metodología de síntesis de PBIs abrirá una amplia gama de posibilidades para nuevas y variadas estructuras, así como sus aplicaciones.

En trabajos previos en nuestro grupo de investigación fue posible obtener PBIs de buen peso molecular empleando el RE, reduciendo significativamente el tiempo de reacción (Olvera *et al.*, 2018); sin embargo, presentaban cierta cantidad de fracción gel. Por lo cual, en este trabajo se propone una nueva ruta sintética para obtener PBIs utilizando un RE modificado; este nuevo RE se preparó utilizando diferentes proporciones de ácido metanosulfónico y ácido trifluorometanosulfónico. Se discute el efecto de la concentración de los ácidos y la temperatura de reacción.



Materiales y Métodos

Se sintetizaron dos PBIs (Figura 1) a partir de los diácidos 4,4'-oxibisbenzoico (OBBA) y 4,4'-(hexafluoropropilideno) bis benzoico (HFBBA) y 3,3'-diaminobencidina (DAB) en cantidades equimolares. El RE modificado se preparó disolviendo 1 g de P_2O_5 en una mezcla de ácido metanosulfónico/ácido trifluorometanosulfónico a distintas concentraciones. La mezcla de reacción se coloca en un baño a la temperatura indicada. Para optimizar la obtención de PBIs, se hizo un barrido de temperaturas y concentración de los ácidos en el RE modificado. Los productos obtenidos fueron lavados, secados y caracterizados.

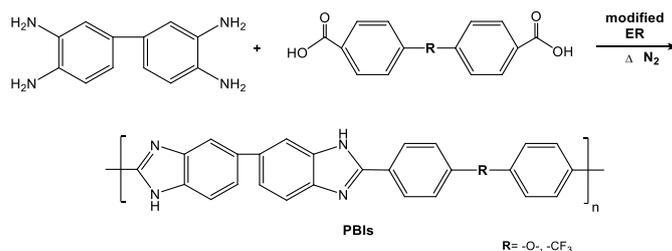


Figura 1. Síntesis de PBIs.

Resultados y Discusión

Se encontró que al incrementar la concentración de ácido trifluorometanosulfónico en la preparación del RE modificado, la reacción se gela en muy poco tiempo a temperaturas mayores a 100°C para OPBI y 140 °C para CF₃PBI; mientras que a temperaturas inferiores la reacción se prolonga por más tiempo, sin embargo, no se llega a la ciclación completa del grupo benzimidazol. Las viscosidades obtenidas se presentan en la tabla 1.

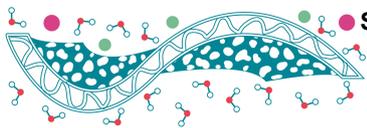
Tabla 1. Efecto de las condiciones de reacción sobre algunas propiedades de PBIs sintetizados en RE y RE modificado.

Muestra	Reactivo de Eaton (AcM/AcT)	Temperatura (°C)	Tiempo (min)	Viscosidad inherente (η_{inh} , dL/g)
OPBI*	RE	180	10	1.7
OPBI-1	50/50	100	240	1.7
CF ₃ PBI*	RE	180	45	1.6
CF ₃ PBI-1	50/50	140	100	2.0

AcM= ácido metanosulfónico; AcT= ácido trifluorometanosulfónico

* (Olvera et al., 2018)

RE= reactivo de Eaton convencional



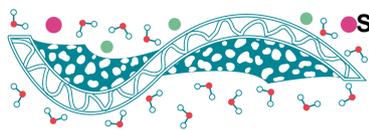
Los polímeros fueron solubles en NMP y DMSO a temperatura ambiente con fracción gel menor al 5% por lo cual fue posible obtener películas para caracterizar mediante distintas técnicas.

Conclusiones

Fue posible la obtención de OPBI y CF₃PBI a menor temperatura de reacción empleando el reactivo de Eaton modificado. Los polímeros fueron caracterizados mediante RMN, FT-IR, TGA, DRX, GPC. Los resultados obtenidos concuerdan con lo reportado en la literatura para ambos polímeros, por lo cual se puede asegurar que el reactivo de Eaton modificado es eficiente en la obtención de PBIs solubles de alto peso molecular. En el futuro, esta metodología puede ser extrapolada para la síntesis de PBIs a partir de monómeros voluminosos y poco reactivos.

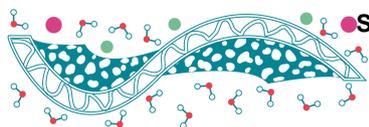
Referencias

- Asensio, J.A., Borró, S., Gómez Romero, P. J., (2002) *Proton-Conducting Polymers Based on Benzimidazoles and Sulfonated Benzimidazoles*. *Polym. Sci. A: Polym. Chem.* 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*. *J. Membr. Sci.* 587-597.
- 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*. *Macromol. Rapid Commun.* 894-897.
- Liu, Q.Z. H.T. Pu. (2005). *Advance in research and application of modified polybenzimidazole membranes for fuel cells*. *Polym. Mater. Sci. Eng.* 21 29.
- Olvera, M. J., Alquisira, P. J., Alexandrova, L. (2018). *Eaton's reagent in polybenzimidazole synthesis: the influence of temperature and microwave irradiation*. *High performance polymers.* 699-709.
- Stevens, K. A., Moon, J.D., Borjigin, H., Liu, R., Joseph, R.M., Riffle, S. Freemna, B.D. (2020). *Influence of temperature on gas transport properties of tetraaminodiphenylsulfone (TADPS) based polybenzimidazoles*. *J. Membr. Sci.* 593, 117427
- Tsur, Y., Levine, H.H., Levy, M. (1974). *Effects of structure on properties of some new aromatic-aliphatic polybenzimidazoles*, *J. Polym. Sci. Polym. Chem.* 1515.
- Wang, Y. Chung, T. (2015). *Polybenzimidazoles*. *Handbook of Thermoplastics*. Chapter 19.
- Yang, J. He, R. David, A. (2016). *Synthesis of Polybenzimidazoles*. *High Temperature Polymer Electrolyte Membrane Fuel Cells*. Chapter 7.

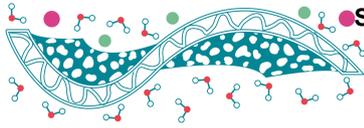


ÍNDICE DE AUTORES

Águila Almanza E.	83
Aguilar Lugo C.	87, 90
Aguilar Vega M.	13
Aguilar-Vega M. J.	39
Aldeco-Pérez E.	51
Alexandrova L.	87,90
Alfaro Corrales A.J.	45
Almeida Escalante O.	75
Alvarez Cerda L.M.	70
Álvarez Contreras L.	31,33, 65
Álvarez-López A.	31,33
Arellano Arreola V.M.	65
Arjona N.	31, 33
Armendáriz Ontiveros M.M.	53
Arriaga L.G.	31, 33
Ávila Rodríguez M.	48
Ávila-Niño J.A.	51
Bañuelos Díaz J.A.	81
Bucio-Carrillo E.	17
Campos-Guillen J.	27
Castañeda Rodríguez E.	75
Castellanos Espinoza R.	65
Castro Arámbula A.M.	53
Coello-Mauleón C.A.	29
Conejo Flores R.	75
Contreras-Martínez M.V.	31,33
Delgado Rangel L.H.	78
Durón Torres S.M.	37
Elizalde Peña E. A.	11
Enríquez Medrano F. J.	85
España Sanchez B.L.	31,33,65
Espinoza Márquez E.	55
Estrada-Pérez J. G.	27
Fimbres-Weihs G.A.	58
Flores Murillo O.	75
Flores-Hernández J. R.	42
Galicia Aguilar J. A.	83,85
Galván Valencia M.	37
García Beleño J.	24
García Castro M. A.	83,85
García González J.M.	75
García Morales A.F.	19
García Vargas M.	90
García-Picazo F.J.	58
Gómez Murillo M.A.	62
González Campos J.B.	78



González Díaz M.O.	13,39
González Gutiérrez L.V.	65
González Muñoz M.P.	45
Guerra-Balcázar M.	31,33
Guzmán Pantoja J.	75
Guzmán Torres J.	35
Hernández Dueñas G.	60
Hernández Orozco M.M.	65
Hernández-Flores A.	42
Jaime Ferrer J. S.	6,45,48
Ledesma García J.	19
Lemus-Santana A. A.	72
López Badillo M.	85
Loría-Bastarrachea M. I.	39
Lozano A. E.	87
Lozano Morales S. A.	83
Medrano Lango F.N.	6
Montes Rojas A.	70
Morales E.	6
Mota Morales J.D.	78
Muñoz Macías J. J.	48
Nava Mendoza R.	19
Olvera Garza L.I.	51
Olvera-Rodríguez I.	19
Ordoñez L. C.	39
Orona Tamayo D.	6
Palacios Alquisira J.	90
Perea-Santos D.	72
Pérez Bueno J. J.	55
Perez Moreno T.	11
Pérez Robles J.F.	55
Pérez Sicaños S.	42,62
Pérez-Moreno V.	27
Pineda Delgado J. L.	55
Portales-Martínez B.	72
Quintana Rodríguez E.	6
Ramírez-Flores B. E.	17
Ramos-López M.A.	27
Reyes Mercado E.	78
Rico A.	51
Rodríguez de San Miguel E.	24
Rodríguez Fuentes N.	13
Rodríguez López A.	55
Rodríguez Morales J. A.	19
Rojas de Soto B.I.	37
Rojas Rodríguez M.	87, 90
Romero-Castañón T.	42
Salazar Gastelum L.	42
Salazar-Gastélum M. I.	42



Sánchez Cervantes E.M.	35
Silva Luna C.D.	81
Solís Martínez C.	83
Soto Zarazúa G.M.	55
Sulub-Sulub R.	39
Torres Rodríguez L.M.	70
Trujillo Navarrete B.	62
Valera Casellis J. L.	85
Varguez Catzim A.P.	13
Vega-Moreno J.	72
Velasco García U.	60
Velasco Hernández J. Xicoténcatl	60
Velázquez Arjona W.N.	29
Villa Ruano N.	85
Villafaña López L.	45
Villegas Martínez R.C.	75
Villegas Mendoza I.E.	81