Sociedad Mexicana de Ciencia y Tecnología de Membranas, A.C.

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

XV CONGRESO ANUAL

ISSN: 2395-8650

Directorio

Dr. Leonardo Lomelí Vanegas
Rector

Dra. Patricia Dolores Dávila Aranda
Secretaria General

Dra. María Soledad Funes Argüello
Coordinadora de la Investigación Científica

Dr. Diego Solís Ibarra
Director del Instituto de Investigaciones en Materiales

Dr. Ricardo Antonio Escalona Villalpando
Dra. Fabiola Ilian Espinosa Lagunes
Editores Responsables

Ing. Daniel Reséndiz Jaramillo
Diseño

MEMORIAS DEL CONGRESO DE LA SOCIEDAD MEXICANA DE CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE MEMBRANAS, Año 12, No. 13, agosto de 2026, es una publicación anual editada por la Universidad Nacional Autónoma de México, Ciudad Universitaria, Alcaldía Coyoacán, C.P. 04510, México D.F., a través del Instituto de Investigaciones en Materiales, Circuito Exterior, Ciudad Universitaria, Alcaldía Coyoacán, C.P. 04510, México D.F. Tel 56224500, http://www.smcytm.com, smcytm@gmail.com, http://www.smcytm.org.mx/revista/9cn2026.pdf. Editores responsables: Dr. Ricardo Antonio Escalona Villalpando, Dra. Fabiola Ilian Espinosa Lagunes. Reserva de Derechos al uso Exclusivo No. 04_2014_100211565900_ 203, otorgado por el Instituto Nacional del Derecho de Autor, ISSN: 2395-8650. Responsable de la última actualización de este número, Instituto de Investigación en Materiales, Dr. Alfredo Maciel Cerda, Circuito Exterior, Ciudad Universitaria, Alcaldía Coyoacán, C.P. 04510, México D.F., fecha de la última modificación, 29 de agosto 2026. La responsabilidad de los textos publicados en esta revista recae exclusivamente en los autores y su contenido no refleja necesariamente el criterio de la institución. Se autoriza la reproducción total o parcial de los artículos aquí presentados, siempre y cuando se cite la fuente completa y su dirección electrónica.

Comité Directivo

- Dr. Ricardo Antonio Escalona Villalpando (UAQ). Presidente
- Dra. Lilian Irais Olvera Garza (UNAM). Vicepresidenta
- Dra. Fabiola Ilian Espinosa Lagunes (Artificial Intelligence for Manufacturing and Supply Chain Institute (AIMS)-Tec Monterrey). Tesorera
- Dra. Mayra Pollett Gurrola (TecNM-Chetumal) y Dr. José Roberto Espinoza Lumbreras (UAZ). Secretarios de Eventos
- Dr. Luis Jesús Villarreal Gómez (UABC). Secretaria de Organización
- Dr. Luis Gerardo Arriaga Hurtado (Artificial Intelligence for Manufacturing and Supply Chain Institute (AIMS)- Tec Monterrey). Secretario de Difusión

Comité Organizador

- M. en IA Jazmín Salett Novelo Castilla (UADY) Presidente
- Dr. Irving Josué González Chan (UADY) Vicepresidente y coordinador de conferencias plenarias
- M. en C. Graniel Sabido Manlio (UADY) Coordinador de conferencias plenarias
- M en C. Amílcar R. Aguilar González (UADY) Coordinador de procurador de fondos y patrocinadores
- Dr. Miguel A. Rosado Mendoza (UADY) Coordinador de procurador de fondos y patrocinadores
- Dra. Nayely Padilla Montaño (UADY) Coordinadora de difusión y de divulgación
- Dra. Karla García Uitz (Instituto

Tecnológico de Chetumal)
Coordinadora de conferencias y carteles

- Dr. Gumersindo Mirón López (UADY)
Coordinador de planeación y logística

Comité Científico

- Dr. Irving Josué González Chan (Universidad Autónoma de Yucatán)
- Dr. Gonzalo Joaquín Mena Rejón (Universidad Autónoma de Yucatán)
- 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 (Instituto Mexicano de Tecnología del Agua)
- Dr. Marco Antonio Chávez Rojo (Universidad Autónoma de Chihuahua)
- Dr. Juan José Quiroz Ramírez (Centro de Innovación Aplicada en Tecnologías Competitivas)
- Dr. Ricardo Antonio Escalona Villalpando (Universidad Autónoma de Querétaro)
- Dra. Beatriz Torrestiana Sánchez (Instituto Tecnológico de Veracruz)
- Dra. Liliana Villafaña López (Centro de Innovación Aplicada en Tecnologías Competitivas)
- Dr. Jesús Salvador Jaime Ferrer (CIATEC)
- Dr. Gustavo Adolfo Fimbres Weihs (The University of Syndey)

- Dra. Fabiola Ilian Espinosa Lagunes (Artificial Intelligence for Manufacturing and Supply Chain Institute (AIMS)- Tec Monterrey)
- Dr. Mario Rojas Rodriguez (UNAM facultad de química)
- Dr. Luis Gerardo Arriaga Hurtado (Artificial Intelligence for Manufacturing and Supply Chain Institute (AIMS)- Tec Monterrey)
- Dra. Lilian Iraís Olvera Garza (IIM-UNAM)
- Luis Villarreal (Universidad Autónoma de Baja California)
- Dr. Alfredo Maciel Cerda (IIM-UNAM)
- Dra. Georgette Rebollar Pérez (BUAP)
- Dr. Jorge F. Palomeque Santiago (IMP)
- Dr. Javier Guzmán Pantoja (IMP)
- Dra. Janet Ledesma García (Universidad Autónoma de Querétaro)
- Dr. José Alberto Rodríguez Morales (Universidad Autónoma de Querétaro)
- Dr. Elí Sánchez González (IIM-UNAM):
- Dra. Carla Aguilar Larissa Alexandrova (Instituto de Materiales)
- Dra. Itzel Marisol Garnica Palafox (IIM-UNAM)
- Dra. Miriam Garcia Vargas (Fac Quimica)
- Dr Filiberto Rivera Torres (Facultad de Química)
- Dra. Karla García Uitz (Instituto Tecnológico de Chetumal)

TAMI INDUSTRIES

Sociedad Mexicana de Ciencia y Tecnología de Membranas, A.C.

UNIVERSIDAD AUTONOMA YUCATAN

XV CONGRESO ANUAL

Presentación

Por medio de la presente, la Sociedad Mexicana de Ciencias y Tecnología de Membranas extiende un cordial saludo y presenta con entusiasmo la realización del **"XV Congreso Anual de la Sociedad Mexicana de Ciencia y Tecnología de Membranas"**, evento que se ha consolidado como un referente nacional y regional en el campo de las ciencias y tecnologías de membranas.

La Sociedad Mexicana de Ciencias y Tecnología de Membranas es una organización comprometida con la promoción, el desarrollo y la difusión de la investigación, innovación y aplicación de membranas en México y Latinoamérica. Desde nuestra fundación, hemos reunido a personas investigadoras, estudiantes, profesionales y representantes de la industria que comparten el interés por el avance científico y tecnológico en este campo multidisciplinario.

Nuestro principal objetivo es fomentar la colaboración entre instituciones educativas, centros de investigación y empresas, generando espacios de encuentro y diálogo para el intercambio de conocimientos, experiencias y nuevas ideas. Trabajamos activamente para fortalecer la formación de personas jóvenes investigadoras, impulsar proyectos de impacto social y ambiental, y promover el uso responsable y eficiente de tecnologías de membranas en diversos sectores.

El XV Congreso Anual de la Sociedad Mexicana de Ciencia y Tecnología de Membranas es una plataforma única para la presentación de avances científicos, desarrollos tecnológicos y aplicaciones innovadoras en el área de membranas. Este congreso reúne a especialistas nacionales e internacionales, permitiendo la exposición de resultados de investigación, casos de éxito industrial, desarrollos en el ámbito educativo y retos actuales que enfrenta la disciplina.

Durante el congreso se ofrecerán conferencias magistrales, mesas redondas, presentaciones orales y sesiones de carteles, abriendo espacios para el debate

constructivo y el fortalecimiento de redes académicas y profesionales. Asimismo, se promoverá la participación de personas estudiantes y jóvenes investigadoras, reconociendo la importancia de su voz en el futuro de la ciencia mexicana.

Objetivos del evento

- Propiciar el intercambio científico y tecnológico entre especialistas de membranas.
- Presentar investigaciones recientes y desarrollos innovadores en materiales, procesos y aplicaciones de membranas.
- Fomentar la formación de nuevas colaboraciones interdisciplinarias.
- Impulsar la vinculación entre academia e industria para fortalecer la transferencia tecnológica.
- Promover la participación de personas jóvenes investigadoras y estudiantes.
- Visibilizar soluciones de membranas ante desafíos sociales, ambientales y económicos.

Es para mí un honor invitarlos a tan magnífico evento que se llevará a cabo los días **7 al 11 de septiembre del 2026** en la ciudad de **Mérida, Yucatán**, en las instalaciones de **[nombre del recinto/auditorio], [dirección completa], Mérida, Yucatán**. Las actividades iniciarán con los **cursos precongreso**, que se impartirán del **7 al 8 de septiembre**, y continuarán con el **XV Congreso Anual**, el cual tendrá lugar del **9 al 11 de septiembre del 2026**. Al cual extiendo un agradecimiento en atención a **[nombre(s) de la persona o personas anfitrionas/directoras]**, por todo el apoyo brindado para el desarrollo y el logro del éxito del congreso.

La Sociedad Mexicana de Ciencias y Tecnología de Membranas reitera su compromiso con la excelencia, la innovación y la colaboración. El XV Congreso Anual es fruto del trabajo y la pasión de toda una comunidad que busca transformar el conocimiento en soluciones tangibles para los grandes desafíos del país y del planeta.

Esperamos contar con su presencia y aportaciones en este magno evento que, sin duda, marcará un hito en la historia de las ciencias y tecnologías de membranas en México.

Armonicemos a través de colaboraciones nacionales e internacionales entre instituciones de educación superior, centros de investigación, empresas, gobierno y disfrutemos de este gran evento.

Sean ustedes bienvenidos, disfruten el evento.

M. en IA Jazmin Salett Novelo Castilla
Presidente del Comité organizador 2026

Índice

Estudio de la remoción de glifosato en soluciones acuosas mediante membranas de pectina/polietilenglicol modificadas con nanopartículas de óxido de cobre 12

M.C. Chan Chuc1, I.J. González Chan 1, E. Flores Cuevas2*.....12

Zeta Potential of SnO_2 in Isopropanol: A Colloidal Stability Criterion for Drop-Casting Deposition onto Cu Interdigitated Electrodes. 18

Juan G. Sotelo[1], Cristina Tehaní Aparicio-García[2], Alex Zetzsche Silva[2], Cecilia D. Treviño-Quintanilla[1]*.....18

Desarrollo y caracterización de una membrana híbrida de PET reciclado y alginate de calcio con potencial aplicación en la remoción de Cd (II) y Pb (II) 27

M.M. González Ortiz[1], I.J. González Chan [2], M.A Rosado Mendoza[3].....27

Remoción de los colorantes azul de metileno y rojo Congo por medio de membranas de *Sargassum vulgare*. 34

I. J. González Chan[1], E. G. Casillas Brust[2], J. S. Novelo Castilla[1], J. A. Tec Sánchez[3].....34

Síntesis de polinorbornen dicarboximidas halogenadas vía ROMP para la separación selectiva de gases. 40

E. Conde-Madruga[1], B.M. Pescoso-Torres [1], J.A. Cruz-Morales [1], S. Gutiérrez[1]* 40

Preparación de membranas compuestas a base de estructuras metal orgánicas (MOF) de Zn y polifenilsulfona (PPSU) con potencial aplicación en procesos de separación en tratamiento de agua.....52

D. J. Morales Pérez[1,3], G. Castruita de León[2], A. de León Santillan[2], M.I. Loria Bastarrachea[3], R. R. Sulub Sulub [3], A. J. Montes Luna[3] 52

Synthesis of membranes with resistance to biofouling for water treatment.....58

F. Gamboa-Lopez[1], S. Pérez-Sicairos[1], J. I. de León-Ramírez[2], V. A. Reyes-Villegas[2]. M. I. Salazar-Gastélum[1], Luis J. Salazar-Gastélum[3], D. S. Vasquez-Ambris[1] 58

DESEMPEÑO E IMPACTO AMBIENTAL DE MEMBRANAS DE FIBRA HUECA DE RESIDUOS DE POLICARBONATO.....64

F. J. Zapata Catzin[1], J. Sacramento Rivero[2], M. Huhn.Ibarra[1], M. Yam-Cervantes[1], W. Herrera Kao[1], R. Sulub Sulub[1], G. A. Fimbres Weihs[3], M. O. González Díaz [1]* 64

Efecto de los aditivos TEA-CSA, PVA y Fenol en membranas poliméricas de nanofiltración de presión ultra baja.....70

A.V. Martínez Ayala[1], S.Pérez Sicairos [2], S.W. Lin Ho[3]*.....70

Membranas de nanofiltración dopadas con óxido de grafeno/AgNPs, efecto sobre su desempeño.....75

N.O. Ancheta-Salcido[1], S. Pérez-Sicairos [1], D.S Vasquez-Ambris[1], J.I. de León-Ramírez[2], I. Cruz-Reyes[1], A. Zizumbo-López[1].* 75

Síntesis de membranas dopadas con NTC para sistemas VRFB.....82

*D.S. Vasquez Ambris[1], L.J. Salazar Gastélum [2], M. Beltrán Gastélum[1], S. Pérez Sicairos[1]** 82

Membranas densas de PVDF/Nafion dopadas con óxido de grafeno para baterías de flujo 88

S.N. Pérez-Bustamante[1], S. Pérez-Sicairos[1], D.S. Vasquez-Ambriz[1]* *88*

Aprovechamiento de polímeros reciclados de policarbonato y ácido poliláctico para la obtención de membranas de fibra hueca para tratamiento de aguas 94

M. Huhn-Ibarra1, M. Yam-Cervantes, M.O. González-Díaz 1,2 S* *94*

Generador de energía portátil habilitado por la humedad 99

J.F. Velázquez Sánchez[1,], J. Ledesma-García[1], L.G. Arriaga[2], F.I. Espinosa-Lagunes[2], R.A. Escalona-Villalpando[1]* *99*

Evaluación de la capacidad de remoción de Escherichia coli y coliformes fecales en aguas residuales domésticas mediante un reactor biológico de lecho fijo acoplado a un reactor foto Fenton 106

O. Reyes Domínguez[1,], J.A. Rodriguez Morales [1] Campos-Guillen J.[1] Amaro-Reyes A. [1], Ramos-López M.A. [1], Alvarez-Lopez A. [1]* *106*

Modulación de la microestructura de membranas PLA/Magnetita utilizando un campo magnético. ..111

V. A. Ibarra Ortiz[1,], A. Sánchez Castillo[1], M.P. Gutiérrez Amador [1], A. Maciel Cerda[2]* *111*

Estudio de la remoción de glifosato en soluciones acuosas mediante membranas de pectina/polietilenglicol modificadas con nanopartículas de óxido de cobre

M.C. Chan Chuc1*, I.J. González Chan 1, E. Flores Cuevas2

[1] Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán

[2] Centro de Investigación y Estudios Avanzados (CINVESTAV), Unidad Mérida

* E-mail: E-mail: A20219519@alumnos.uady.mx

Palabras clave: Membranas; nanotecnología; fotocatálisis; pesticidas; remoción. .

Introducción

El uso excesivo de plaguicidas como el glifosato representa una problemática ambiental y de salud pública en Yucatán, debido a su amplia aplicación en actividades agrícolas y falta de prácticas sostenibles para su manejo. Estudios recientes han detectado la presencia de este contaminante en concentraciones superiores a las permitidas en distintas zonas agrícolas de Yucatán, lo que incrementa el riesgo de contaminación del agua, afectaciones al ecosistema y a la salud humana *(1)*. Ante esta situación, el presente trabajo propone el desarrollo de una membrana de pectina modificada con nanopartículas de óxido de cobre (Nps CuO) para la remoción y degradación fotocatalítica del glifosato bajo luz solar. Las membranas serán caracterizadas mediante TGA y FTIR, y se evaluará su eficiencia en la eliminación del contaminante objetivo.

Materiales y Métodos

Obtención y caracterización de las nanopartículas de óxido de cobre

Se prepararon soluciones de sulfato de cobre ($CuSO_4$) e hidróxido de sodio (NaOH), las soluciones se mezclaron bajo agitación constante hasta la formación de un precipitado. El sedimento obtenido se recuperó mediante filtración al vacío y se le añadió ácido acético (CH_3COOH), se filtró al vacío y posteriormente se calcinó a 600 °C durante 2 h para obtener Nps CuO. Finalmente se caracterizaron mediante SEM, DRX y Raman.

Elaboración de la membrana de pectina modificada con nanopartículas de CuO

Se elaboraron dos membranas modificadas con 5 % y 1 % de Nps de CuO. Para la preparación de las membranas, la pectina y el PEG se calentaron a 60 °C durante 45 min bajo agitación constante hasta obtener una solución homogénea, posteriormente se añadieron las Nps de CuO previamente suspendidas y se mezclaron hasta lograr una dispersión adecuada. Por último, se vertió en una caja Petri y se colocó en un horno a 40 °C durante 6 h. Finalmente, se caracterizaron mediante FTIR y TGA.

Resultados y Discusiones

Caracterización de las nanopartículas de óxido de cobre

En la Figura 1, la micrografía SEM de las nanopartículas de CuO mostró partículas homogéneas, de morfología rugosa y forma redonda, con tamaños menores a 1 µm, de igual manera se puede observar que poseen una tendencia a agruparse (2). Estos resultados concuerdan con lo reportado por Sarah Constance[3], quien observó que las CuONp presentan una tendencia marcada a la aglomeración después del proceso de calcinación.

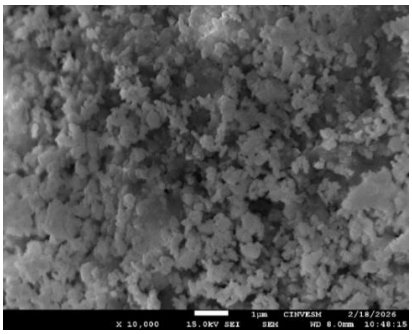


Figura 1. Micrografía electrónica de barrido de las CuONp a un aumento de x10000.

La Figura 2 se observa el espectro Raman, donde los picos en 288.863 cm^{-1} corresponden a la vibración Ag, mientras que a 337.205 cm^{-1} y 628.92 cm^{-1} corresponden a la vibración Bg, ambas confirmaron la estructura monoclínica del CuO (4), La banda a 1002.21 cm^{-1} puede asociarse a una dispersión multifonónica de segundo orden. Irwin, *et al*[5]., reportaron una banda similar alrededor de 1100 cm^{-1} en cristales de CuO, la cual fue atribuida a un sobretono de dos fonones.

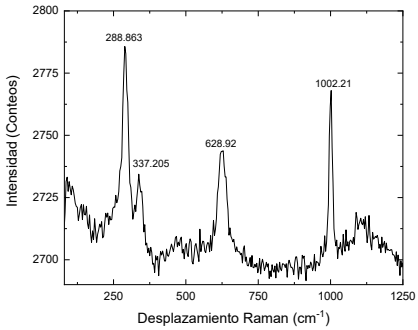


Figura 2. Espectro de Raman de las Nanopartículas de Óxido de Cobre

En la Figura 3, el difractograma de rayos X mostró picos característicos del CuO; particularmente, las señales alrededor de 35° y 38° en 2θ confirmaron la formación de CuO monoclínico. El tamaño del cristalito se estimó mediante la ecuación de Scherrer y fue de 60.5 nm *(4)*.

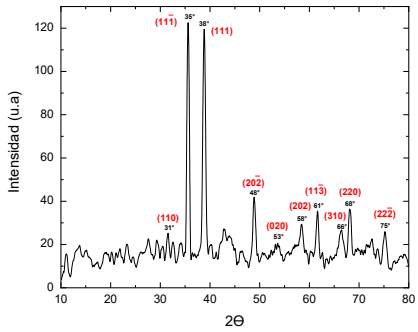


Figura 3. Difractograma de Rayos X de las Nanopartículas de Óxido de Cobre

Caracterización de las membranas de pectina

En la figura 4A se puede observar el espectro de FTIR de las membranas dopadas con 10% y 5% de CuO, las bandas más importantes se encuentran en ~ 400 y 3500 cm^{-1} corresponde al estiramiento de los grupos hidroxilo (O–H)), La banda localizada alrededor de ~ 2800 cm^{-1} se atribuye al estiramiento de los grupos C–H presentes en las cadenas de PEG, la banda correspondiente al grupo carbonilo (C=O), ubicada alrededor de 1600 cm^{-1} - 1700 cm^{-1}, se observa una disminución en la intensidad a medida que aumenta la concentración de CuO. La banda comprendida entre 1400 cm^{-1} se observan las bandas asociadas a los grupos carboxilato (COO^-) característicos de la pectina y la banda de 1340 cm^{-1} es característica del PEG. La región de 1200 a 800 cm^{-1} se identifican las bandas correspondientes a los enlaces C–C y C–O–C, asociados tanto a la estructura de la pectina como a los enlaces glucosídicos.

la incorporación de Nps CuO provoca modificaciones principalmente en las bandas asociadas con los grupos hidroxilo y carboxilato de la pectina *(4 y 6).* Sin embargo, la ausencia de nuevas bandas en los espectros FTIR sugiere que no se forman nuevos enlaces y que las nanopartículas se encuentran dispersas dentro de la membrana. En la figura 4B se puede observar la curva de TGA de las membranas, la membrana con 10 % de Nps CuO presenta la primer pérdida de masa es entre los 34.72 °C-83.19 °C atribuida a la pérdida de agua, la segunda pérdida es alrededor de los 166.72 °C asociada a la deshidratación de las cadenas poliméricas y a la degradación de la estructura polisacárida de la pectina. Los eventos térmicos a 435.37 °C y 538.4 °C están relacionados con la degradación progresiva de residuos carbonosos generados durante las etapas previas de descomposición. La membrana presenta estabilidad térmica entre los 83.19 °C -166.72 °C, después de esa temperatura inicia la degradación significativa de la matriz polimérica. La degradación de la membrana con 5 % de Nps CuO empieza a los 84.45 °C atribuida a la eliminación de agua adsorbida y a la humedad residual presente en la matriz polimérica la muestra permanece relativamente estable entre 176.07 °C – 350. 35 °C, después de ese rango, entre 350.35 °C – 480.08 °C el descenso del % de masa está asociado a la degradación de los componentes orgánicos de la membrana, provocando una disminución significativa del peso. Finalmente, a temperaturas superiores a 480 °C la membrana se encuentra estable, hasta la última pérdida de masa que ocurre a los 520.38 °C observándose un residuo final cercano al 5 %, asociado a la formación de materia carbonizada y a la presencia de Nps CuO. En comparación con la membrana de referencia, la membrana dopada con Nps CuO presenta una mayor resistencia a la degradación térmica, ya que la etapa principal de descomposición ocurre a temperaturas más elevadas. Este comportamiento sugiere que la incorporación de las nanopartículas de CuO incrementa la estabilidad térmica del material, posiblemente debido a las interacciones entre las nanopartículas y la matriz polimérica *(7)*.

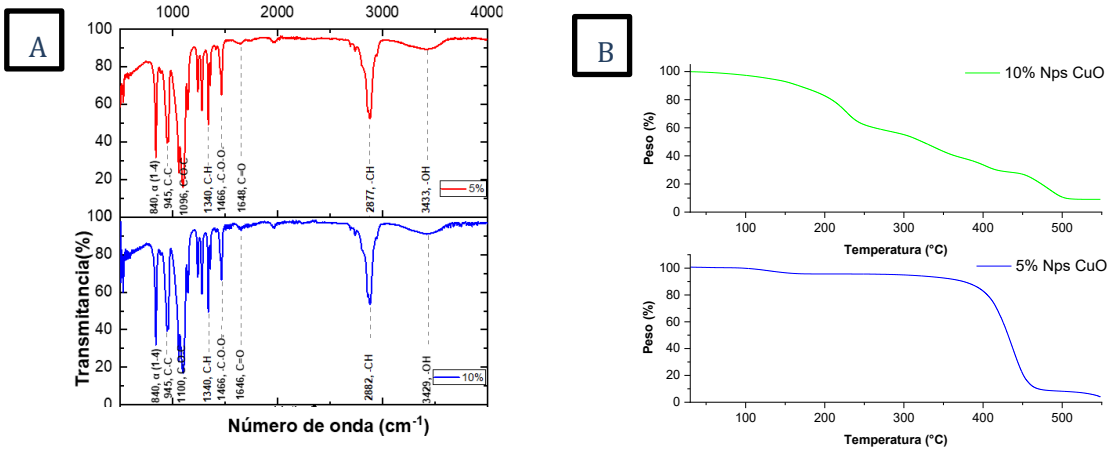


Figura 4. Caracterizaciones de las membranas de pectina con 10% y 5% de Nps de CuO. A) FTIR de las membranas. B) TGA de las membranas de pectina con 10% y 5% de Nps CuO.

Conclusiones

Se sintetizaron Nps CuO con estructura monoclínica. Posteriormente, estas se integraron en una solución de pectina y PEG para la obtención de una membrana híbrida, la cual presentó mayor estabilidad a la degradación térmica con 5% de Nps de CuO. Actualmente, se trabaja en la obtención de resultados relacionados con la degradación fotocatalítica del glifosato bajo la luz solar.

Referencias

(1) Polanco, A. G.; Magaña, T. V.; Cetz, J.; Quintal, R. Uso de agroquímicos cancerígenos en la región agrícola de Yucatán, México. Ctro. Agr. [En línea] 2019, 46 (2), pp 72-83

(2) Zarei, A. R.; Moloudi, A.; Hosseini, S. G. Synthesis, characterization, and application of Stabilized-NI/FE bimetallic nanoparticles for the selective elimination of chlorate impurity in military grade ammonium perchlorate. Central European Journal of Energetic Materials 2017, 14 (1), 120–133. https://doi.org/10.22211/cejem/68391.

(3) Motshekga, S. C. Structural and Antibacterial Properties of Copper Oxide Nanoparticles: A Study on the Effect of Calcination Temperature. Nano-Struct. Nano-Objects 2022, 32, 100918. https://doi.org/10.1016/j.nanoso.2022.100918

(4) Rajamohan, R.; Raorane, C. J.; Kim, S.-C.; Lee, Y. R. One pot synthesis of copper oxide nanoparticles for efficient antibacterial activity. Materials 2022, 16 (1), 217. https://doi.org/10.3390/ma16010217.

(5) Irwin, J. C.; Chrzanowski, J.; Wei, T.; Lockwood, D. J.; Wold, A. Raman Scattering from Single Crystals of Cupric Oxide. Physica C 1990, 166 (5–6), 456–464.

(6) Mishra, R. K.; Datt, M.; Pal, K.; Banthia, A. K. Preparation and characterization of amidated pectin based hydrogels for drug delivery system. Journal of Materials Science

Materials in Medicine 2007, 19 (6), 2275–2280. https://doi.org/10.1007/s10856-007-3310-4.

(7) Kozioł, A.; Środa-Pomianek, K.; Górniak, A.; Wikiera, A.; Cyprych, K.; Malik, M. Structural Determination of Pectins by Spectroscopic Methods. Coatings 2022, 12 (4), 546. https://doi.org/10.3390/coatings12040546

Zeta Potential of SnO_2 in Isopropanol: A Colloidal Stability Criterion for Drop-Casting Deposition onto Cu Interdigitated Electrodes.

Juan G. Sotelo[1], Cristina Tehaní Aparicio-García[2], Alex Zetzsche Silva[2], Cecilia D. Treviño-Quintanilla[1]*

[1]Tecnologico de Monterrey, Artificial Intelligence for Manufacturing and Supply Chain Institute, Querétaro, 76130, México.

[2] Tecnologico de Monterrey, School of Engineering and Sciences, Monterrey, 64700, México.

* E-mail: cdtrevino@tec.mx

Palabras clave: Zeta potential; Colloidal stability; SnO_2; Drop-Casting; Cu interdigitated electrodes; Chemiresistive ethanol sensor.

Introduction

Films and membranes of semiconductor oxides form the basis of chemiresistive gas sensors, whose electrical response arises from surface reactions between the material and adsorbed gaseous species (Staerz et al., 2022). The growth of tetragonal SnO_2 by dip-coating on glass, integrated with Cu electrodes, was previously reported for ethanol detection (Sotelo et al., 2021).

A critical aspect in the fabrication of these devices is the integration of the sensing layer onto the interdigitated electrode (IDE). Coating quality depends largely on the deposition method and on the quality of the precursor suspension (Yuan et al., 2022); in wet-processing routes such as drop-casting, the colloidal properties of the dispersion determine the homogeneity of the resulting film and its performance as a sensor (Fisenko et al., 2022).

Zeta potential (ζ) is the reference parameter for assessing the stability of colloidal dispersions, as it reflects the effective surface charge of the particles and the magnitude of the electrostatic repulsion between them. Its interpretation, however, depends on the electrokinetic model and the experimental conditions; so, an absolute value of $|\zeta|$ does not necessarily imply greater stability (Pochapski et al., 2021). This is particularly relevant in low-dielectric-constant solvents such as isopropanol ($\varepsilon \approx 18.2$ versus ≈ 78 for water), where stronger electrostatic screening of the surface charge intrinsically reduces the measured magnitude of ζ for the

same real charge (Qamhieh, 2024), so stability thresholds established for aqueous media do not apply directly. For SnO_2, the stability of dispersions in water and in polar solvents assisted by ultrasonication has also been studied, with notable differences between media (Ong et al., 2023).

In this work, the tetragonal phase of the SnO_2 powder used was confirmed by X-ray diffraction (XRD), and its zeta potential in isopropanol was evaluated as a function of concentration, as a criterion for identifying a colloidal stability window aimed at homogeneous coatings deposited by drop-casting onto Cu interdigitated electrodes; the resulting morphology in the high-concentration regime was further characterized by scanning electron microscopy (SEM).

Materials and Methods

Preparation of the dispersions

SnO_2 dispersions in reagent-grade isopropanol were prepared over a concentration range of 0.4167 to 30 mg/mL, by directly weighing the SnO_2 powder into fixed solvent volumes and, for the more dilute concentrations, by serial dilution from a stock suspension. All dispersions were homogenized by sonication before each measurement.

Zeta potential measurement

Zeta potential was measured using a Zetasizer Nano ZS instrument (Malvern Instruments, UK) with a dip cell, at 20 °C, using an automatic number of runs (minimum 10, maximum 50 runs per measurement); three consecutive measurements were performed for each dispersion, with 0 s of delay between them. For isopropanol, a refractive index of 1.378, a viscosity of 2.3703 mPa·s, and a dielectric constant of 18.2 (software default value) were used. The electrical conductivity of each dispersion was also recorded. Measurements showing technical quality flags reported by the instrument itself were excluded from the main analysis.

Membrane deposition and characterization

Membranes were deposited onto Cu interdigitated electrodes by drop-casting using the supernatant fraction of a nominal concentrated suspension (0.100 g of SnO_2 in 1 mL of isopropanol, extensively sonicated), following sedimentation of the coarser material. Deposition was performed in 6 successive cycles of 100 µL each, with drying at 80 °C between cycles. The morphology of the coatings was examined by scanning electron

microscopy (SEM) using an EVO MA25 microscope (Zeiss, Oberkochen, Germany), with a secondary electron detector (SE1), at an accelerating voltage of 15 kV and under high vacuum, with magnifications from 23x to 3000x.

Structural characterization

The crystal structure of the SnO_2 powder was determined by X-ray diffraction (XRD) using a PANalytical diffractometer (The Netherlands), over a scan range of 2θ = 20° to 80°, with an automatic divergence slit (from 1° to ¼°), a step size of 0.01°, and a step time of 60s, under electrical operating conditions of 45 kV and 40 mA.

Results and Discussion

Crystal structure (XRD)

The XRD pattern of the SnO_2 (**Figure 1**) shows main reflections at 2θ values corresponding to the (110), (101), and (211) crystallographic planes, consistent with the tetragonal (rutile) phase of SnO_2, confirming the identity of the starting material used in the subsequent characterizations.

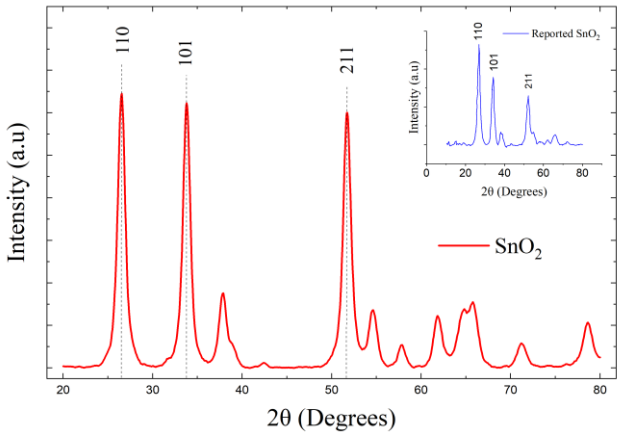


Figure 1. Experimental XRD pattern of the SnO_2 (main curve). The inset shows the diffraction pattern reported in other works (Fisenko et al., 2022) and used as a reference for phase identification.

Zeta potential and dispersion stability

Zeta potential (**Figure 2a**) and electrophoretic mobility (**Figure 2b**) of SnO_2 suspensions in isopropanol show the same non-monotonic behavior as a function of concentration, with a pronounced maximum at 1.0 mg/mL (25.76 ± 2.06 mV; 0.1795 µm·cm/V·s), followed by a

decrease toward both lower (0.4167 - 0.8333 mg/mL) and higher (1.667 - 5.0 mg/mL) concentrations. This quantity, directly related to zeta potential through the Henry equation, shows the same general trend with concentration. This point is also the most statistically robust in the series, as it comes from multiple independent preparations rather than a single dilution. The conductivity of the suspension (**Figure 2c**), in contrast, remains relatively stable across this entire concentration range (approximately 0.38 - 0.55 µS/cm), with no clear trend or abrupt shifts, suggesting that in this range the ionic charge of the medium is not the dominant factor governing zeta potential behavior.

From the perspective of the sensor application, the colloidal stability maximum observed at 1.0 mg/mL would, in principle, be the ideal concentration for depositing a homogeneous SnO_2 film with minimal particle aggregation onto the interdigitated electrode by drop-casting, favoring a uniform distribution of the active material and, therefore, a more reproducible sensing response between devices. However, working exactly at this optimum poses an important practical limitation for fabrication: since it is a relatively dilute concentration, the mass of SnO_2 contained in each deposited drop is low, so forming a continuous film with sufficient active material loading to give a measurable sensing signal would require a very high number of successive deposition and drying cycles by drop-casting over the same electrode area, an impractical process in terms of fabrication. There is therefore a trade-off between the concentration that is optimal from a colloidal stability standpoint (1.0 mg/mL) and an operationally efficient concentration for sensor fabrication that requires fewer deposition cycles.

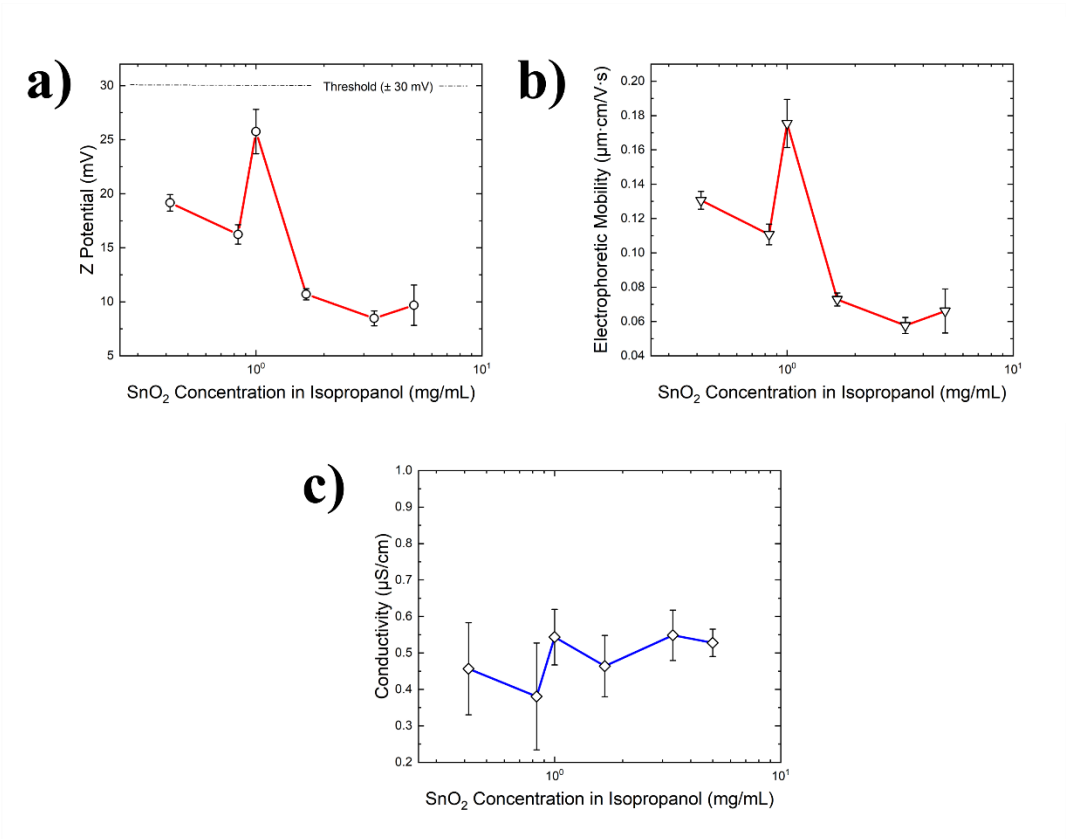


Figure 2. Electrokinetic characterization of SnO2 suspensions in isopropanol as a function of concentration (logarithmic scale, 0.4167 – 5.0 mg/mL): (a) zeta potential, (b) electrophoretic mobility, and (c) conductivity.

Within the range studied here, this trade-off appears reasonable: toward higher concentrations (1.667 – 5.0 mg/mL), zeta potential decreases gradually but does not collapse, remaining at moderate values (approximately 8 – 11 mV) with no evidence within this range, of severe aggregation or complete loss of dispersion. This suggests that it is possible to use a concentration above the optimum point, for example at the upper end of tested range (~3.3 - 5.0 mg/mL), to substantially reduce the number of drop-casting cycles required; accepting in exchange a somewhat less optimal dispersion than that at the maximum at 1.0 mg/mL, but still within a colloidal stability regime reasonable for sensor fabrication purposes. The stable conductivity across the entire range (**Figure 2c**) supports that this choice would not introduce, at least within the concentrations evaluated here, an excess of ionic charge in the deposited suspension.

Morphology of the membranes on the Cu IDE

SEM micrographs of the membrane deposited from the supernatant fraction of the concentrated suspension (**Figure 3a-d**, from lower to higher magnification) show a continuous but markedly porous membrane, with a cluster-type aggregated microstructure and clearly visible voids at higher magnification (**Figure 3c**, **d**), in contrast to what would be expected from a film formed by well-dispersed individual particles.

This morphology is consistent with the aggregation/multiple-scattering behavior identified in the zeta potential characterization: the nominal concentration used for this deposit (100 mg/mL) is 20 times higher than the most concentrated point evaluated directly in **Figure 2** (5.0 mg/mL), and it is also well above the concentrations at which zeta potential measurements had to be discarded due to technical signals of severe aggregation (3.0 – 30.0 mg/mL). It is reasonable to infer that at such a high concentration, the solid material was already significantly aggregated in suspension before reaching the substrate, and that this aggregated structure is preserved, and even accentuated, during solvent evaporation, resulting in the observed porous cluster morphology.

This result illustrates, in a very concrete way, the practical trade-off between colloidal stability and fabrication efficiency discussed for **Figure 2**: even starting from a nominal concentration 100 times higher than the optimum colloidal stability (1.0 mg/mL) and using only the supernatant fraction after sedimenting the coarser material, it was necessary to apply 6 successive deposition cycles of 100 µL to obtain a continuous film on the electrode. This suggests that depositing directly at the concentration of maximum colloidal stability would have required a considerably larger number of cycles, practically validating the fabrication time limitation anticipated from the zeta potential data.

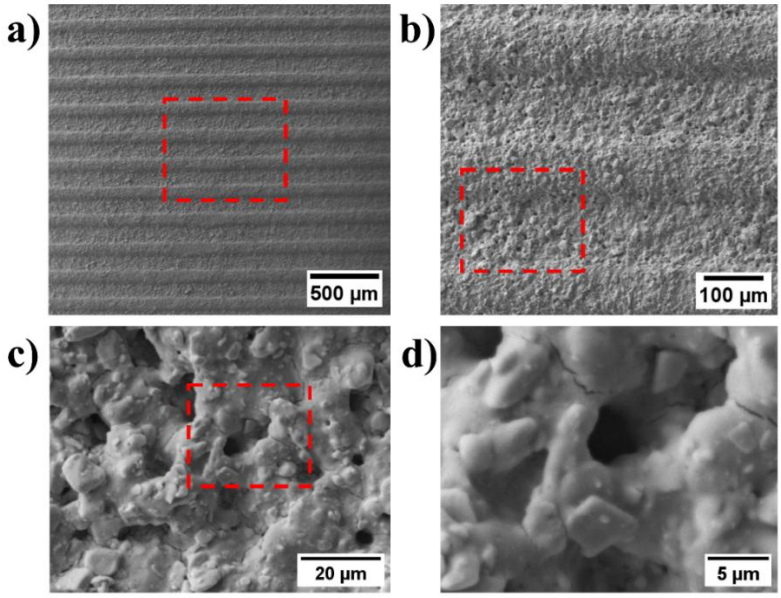


Figure 3. SEM micrographs of the SnO_2 membrane deposited by drop-casting (6 cycles of 100 µL) onto a Cu interdigitated electrode, from the supernatant fraction of a nominal concentrated suspension (0.100 g of SnO_2 in 1 mL of isopropanol, extensively sonicated). (a-d) Increasing magnifications, showing a continuous, porous membrane with a cluster-type aggregated microstructure and visible voids at higher magnification.

Taken together, these results show that, although high concentrations compromise the colloidal stability required to obtain homogeneous dispersions, they can be deliberately exploited to fabricate high-surface-area porous membranes within a practical number of deposition cycles, a potentially attractive feature for gas-sensing applications, where a larger exposed surface area may favor interaction with the analyte. This fabrication route would complement (not replace) the thin, uniform films obtainable at the colloidally optimal concentration (~1.0 mg/mL), whose main limitation is the high number of deposition cycles it would require in practice.

It should be clarified that the nominal concentration of 100 mg/mL corresponds to the stock suspension before sedimentation, not to the actual concentration of the material effectively deposited (only the supernatant was used); therefore, this connection to the zeta potential data should be understood as qualitative, well above the identified colloidal stability regime, and not as an exact numerical correspondence with a specific point in **Figure 2**. In fact, given the

progressive degradation of signal quality already observed in the zeta potential measurements between 3.0 and 30 mg/mL, it is reasonable to consider that a reliable zeta potential measurement at a nominal concentration of 100 mg/mL, several times higher than the highest point at which the instrument already showed signs of collapse, would have been of limited feasibility with this technique.

Conclusions

The tetragonal phase of the SnO_2 powder used in this work was confirmed by XRD. The zeta potential and electrophoretic mobility of its dispersions in isopropanol showed non-monotonic behavior with concentration, with a maximum at 1.0 mg/mL (25.76 ± 2.06 mV), the most robust point in the series as it came from five independent preparations; conductivity remained stable across the entire range studied (0.4167 - 5.0 mg/mL), ruling out the ionic charge of the medium as the dominant factor in this trend.

Although 1.0 mg/mL represents the optimum colloidal stability, its direct use for fabricating coatings by drop-casting would require an impractically large number of deposition cycles; slightly higher concentrations (1.667 - 5.0 mg/mL) offer a reasonable trade-off between stability and fabrication efficiency. At considerably higher concentrations, the porous, aggregated morphology observed by SEM is consistent with the colloidal aggregation regime inferred from the zeta potential measurements and suggests a complementary (not substitute) route for fabricating high-surface-area membranes.

These results provide a practical criterion for selecting the working concentration of SnO_2-based chemiresistive ethanol sensors, allowing a choice between homogeneous films or porous membranes depending on the device requirements. As future work, it is proposed to determine the actual concentration of the solid material in the supernatant used for the high-concentration deposit, to assess whether it falls within a range where a zeta potential measurement would be technically feasible.

Acknowledgements

The authors acknowledge the Manufacturing Laboratory of the Center for Innovation in Digital Technologies, especially Regina Vargas-Mejía, for her assistance in obtaining SEM images and Zetasizer Training.

References

Fisenko, N. A., Solomatov, I. A., Simonenko, N. P., Mokrushin, A. S., Gorobtsov, P. Yu.,

Simonenko, T. L., Volkov, I. A., Simonenko, E. P., & Kuznetsov, N. T. (2022). Atmospheric Pressure Solvothermal Synthesis of Nanoscale SnO2 and Its Application in Microextrusion Printing of a Thick-Film Chemosensor Material for Effective Ethanol Detection. *Sensors*, *22*(24), 1–16. https://doi.org/10.3390/s22249800

Ong, C., Lee, W., Lim, L., Chong, W., Chew, J., Hayashi, Y., Nishikawa, T., Öhberg, P., Ahmad, H., & Yap, Y. (2023). Dispersion stability of tin(IV) oxide nanoparticles in polar solvents and water aided by ultrasonication. *Japanese Journal of Applied Physics*, *62*(3), 1–9. https://doi.org/10.35848/1347-4065/acc0b5

Pochapski, D. J., Carvalho dos Santos, C., Leite, G. W., Pulcinelli, S. H., & Santilli, C. V. (2021). Zeta Potential and Colloidal Stability Predictions for Inorganic Nanoparticle Dispersions: Effects of Experimental Conditions and Electrokinetic Models on the Interpretation of Results. *Langmuir*, *37*(45), 13379–13389. https://doi.org/10.1021/acs.langmuir.1c02056

Qamhieh, K. (2024). Effect of Dielectric Constant on the Zeta Potential of Spherical Electric Double Layers. *Molecules*, *29*(11), 1–12. https://doi.org/10.3390/molecules29112484

Sotelo, J. G., Bonilla-Ríos, J., García-Escobar, F., & Gordillo, J. L. (2021). Film Growth of Tetragonal SnO2 on Glass Substrate by Dip-Coating Technique for Ethanol Sensing Applications. *Coatings*, *11*(3), 1–12. https://doi.org/10.3390/coatings11030303

Staerz, A., Weimar, U., & Barsan, N. (2022). Current state of knowledge on the metal oxide based gas sensing mechanism. *Sensors and Actuators B: Chemical*, *358*, 1–18. https://doi.org/10.1016/j.snb.2022.131531

Yuan, Z., Yang, F., & Meng, F. (2022). Research Progress on Coating of Sensitive Materials for Micro-Hotplate Gas Sensor. *Micromachines*, *13*(3), 1–23. https://doi.org/10.3390/mi13030491

Desarrollo y caracterización de una membrana híbrida de PET reciclado y alginate de calcio con potencial aplicación en la remoción de Cd (II) y Pb (II)

M.M. González Ortiz[1], I.J. González Chan [2], M.A Rosado Mendoza[3]

[1] Posgrado Institucional en Ciencias Químicas y Bioquímicas, Universidad Autónoma de Yucatán, Mérida, Yucatán, México

* E-mail: marthaglezortiz@gmail.com

Palabras clave: PET recilado; alginato de calcio: membrana híbrida, NIPS, adsorción, metales potencialmente tóxicos.

Introducción

La presencia de metales potencialmente tóxicos en sistemas acuosos constituye un problema ambiental por su persistencia y toxicidad como Cd(II) y Pb(II) que no cumplen funciones biológicas vitales esenciales produciendo efectos adversos aun en bajas concentración.

Las tecnologías de membranas ofrecen una alternativa vérsatil para el tratamiento de agua, el tereftalato de polietileno recilado (rPET) resulta atractivo como soporte por su disponibilidad, estabilidad y posibilidad de valorización de residuos posconsumo (Kirshanov et al., 2022). Su carácter hidrofóbido es una limitante, no obstante, la modificación superficial mediante hidrólisis alcalina permite modificar los grupos éster y aumentar la polaridad del material, favoreciendo el anclaje posterior biopolímero funcional.

El alginato es un polisácrido aniónico cuyos grupos carboxilato coordinan cationes divalentes. En presencia de Ca^{2+}, las cadenas forman una red iónica descrita por el modelo *egg-box* (Grant et al., 1973; Braccini & Pérez, 2001). Estos grupos también pueden intervenir en procesos de intercambio iónico y complejación con especies como Pb^{2+} y Cd^{2+} (Papageorgiou et al., 2006). El objetivo de este trabajo fue desarrollar membranas híbridas rPET/Alg-Ca bajo tres condiciones de recubrimiento y comparar la incorporación del biopolímero, los cambios en composición química, el comportamiento térmico y la estabilidad macroscópica frente al pH, como estaba de selección previa a la evaluación de adsorción de Cd (II) y Pb (II)

Materiales y Métodos

Se emplearon botellas posconsumo de PET sin aditivos de color con código de reciclaje 1, las cuales se lavaron, cortaron en hojuelas de 5-10 mm y secaron a 45 °C durante 1 h. Las membranas de rPET se obtuvieron por separación de fases inducida por un no disolvente (NIPS). Se perapró una solución de fenol:rPET (80:20 p/p) con 8.0 g de fenol y 2.0 g de rPET, calentada a 120 °C en baño de aceite durante 60 min bajo agitación constante. La solución homogénea se extendió sobre una placa de vidrio a precalentada a 70 °C con un aplicador de 250 µm y se prevaporó durante 20 min. La película se coaguló durante 24 h a 25 °C en agua destilada:etanol (5:1 p/p), se lavó tres veces con agua destilada y se secó a temperature ambiente.

Las membranas se activaron superficialmente mediante inmersión en NaOH 0.5 M durante 5 min a temperature ambiente, seguida de lavado con agua destilada y secado. Para formar el recubrimiento de alginate de calcio se evaluaron tres condiciones de alginate de sodio/$CaCl_2$ (Tabla 1). Las membranas se sumergieron sucesivamente en $CaCl_2$ durante 40 s. Despúes de 24 h de secado a temperature ambiente se registró la masa final. Cada condición se evaluó por triplicado.

La modificación química mediante hidrólisis alcalina se evaluó por espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier con reflectancia total atenuada (FTIR-ATR; PerklinElmer Frontier MIR/NIR), en el interval de 500-4000 cm^{-1}. La estabilidad térmica se estudió mediante análisis termogravimétrico (TGA) entre 30 y 500 °C, con una rampa de 10 °C/min. Para evaluar la estabilidad frente al pH, las membranas se lavaron previamente con agua destilada y se mantuvieron durante 120 min en soluciones buffer de pH 4. 7 y 9. Al finalizer, se examine la integridad del recubrimiento y los cambios macroscópicos después del secado.

Tabla 1. Concentraciones del recubrimiento de alginato de calcio.

Membrana	**%p/v Alginato de sodio (g/100 mL)**	**Cloruro de calcio (M)**
M1	1%	0.10 M
M2	1.5%	0.15 M
M3	2%	0.2 M

M -molaridad.

Resultados y Discusiones

La incorporación del recubrimiento produjo un aumento de masa en las tres formulaciones (Tabla 2). El incremento fue de 16.81 ± 6.68 % para M1, 44 ± 4.00% para M2 y 78.88 ± 10.10% para M3. La tendencia creciente es consistente con una mayor cantidad de material retenido al aumentar las concentraciones de alginato de sodio y cloruro de calcio. No obstante, la reproducibilidad no siguió la misma tendencia: M2 presentó el menor coeficiente de variación seguida de M3, mientras que M1 mostró una dispersión considerablemente mayor. Así, aunque M3 alcanzó la mayor ganancia de masa, M2 proporcionó el recubrimiento más reproducible.

Tabla 2. Incremento de masa de las membranas activadas mediante hidrólisis después del recubrimiento con alginato de calcio. En seco por triplicado.

Membrana	Masa inicial Membrana rPET (mg)	Masa final Membrana rPET/Alg-Ca (mg)	Incremento de masa (%)	CV (%)
M1	21.7 ± 0.6	25.3 ± 2.1	16.81 ± 6.68	39.74
M2	25.0 ± 0.0	36 ± 1.0	44.00 ± 4.00	9.09
M3	26.3 ± 1.5	47.0 ± 0.0	78.88 ± 10.10	12.80

*CV -Coeficiente de variación.
M1 – Membrana rPET/Alg-Ca (1% Alg-Na/ 0.1 M $CaCl_2$)
M2 – Membrana rPET/Alg-Ca (1.5% Alg-Na/ 0.15 M $CaCl_2$)
M3 – Membrana rPET/Alg-Ca (2% Alg-Na/ 0.2 M $CaCl_2$)

Los espectros FTIR permitieron seguir las modificaciones químicas del soporte de rPET y la incorporación del recubrimiento. El rPET sin tratamiento presentó la banda del carbonilo del éster a 1712 cm^{-1} y señales asociadas a C-O-C/C-O a 1237 y 1090 cm^{-1}. Después de la hidrólisis alcalina disminuyó la intensidad relativa de estas señales y apareció una banda ancha alrededor de 3386 cm^{-1} atribuida a grupos -OH, debido a la modificación superficial

del rPET. En las membranas recubiertas se observaron, además, bandas de -COO^- alrededor 1592 y 1408-1416 cm^{-1}, características del alginato. Su intensidad relativa aumentó de M1 a M3 mientras disminuyó la contribución espectral del PET, lo que concuerda con la tendencia gravimétrica de la incorporación del biopolímero.

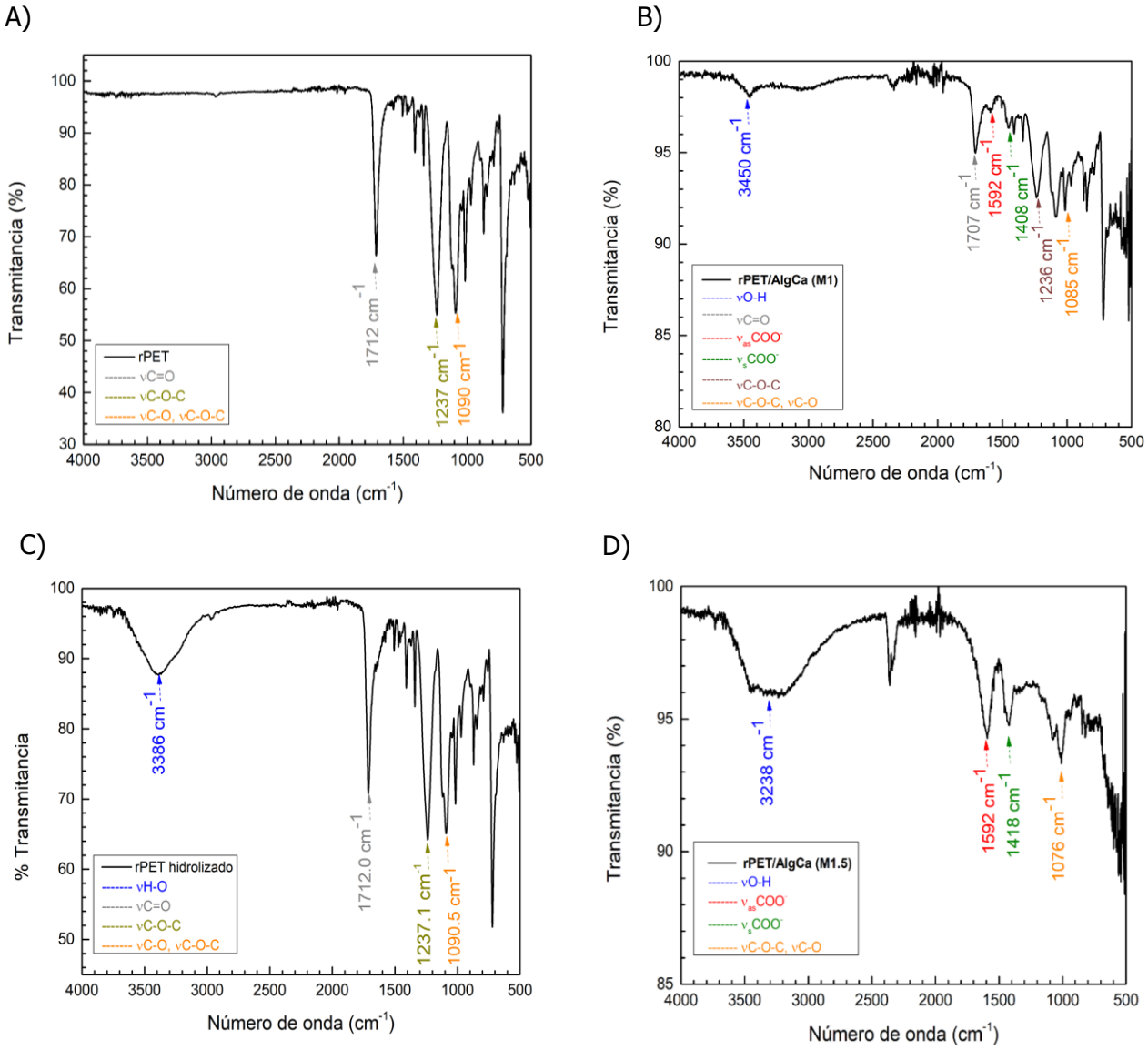


Figura 1. A) FTIR de la membrana de rPET; B) FTIR de la membrana M1; C) FTIR de la membrana M2, D) FTIR de la membrana M3.

El análisis TGA/DTG mostró eventos asociados con la eliminación de agua, la degradación del alginato de calcio y la degradación principal del soporte del rPET. La temperatura

máxima de degradación atribuida al recubrimiento fue de 260.0, 265.8 y 286.0 °C para M1, M2 y M3, respectivamente (Tabla 3). Este desplazamiento de aumento de temperatura sugiere una mayor estabilidad térmica de la fase de alginato conforme aumentó la condición de recubrimiento, debido al efecto de la reticulación iónica sobre la red del polisacárido (Grant et al., 1973). En contraste, la degradación principal del rPET se mantuvo entre 437.6 444.2 °C, indicando que el soporte conservó su compartamiento térmico característico. El residuo final aumentó 12.8 % en M1 a 20.3 % en M3; esta tendencia, junto con el incremento de masa y la mayor contribución de las bandas de carboxilato en FTIR, aporta evidencia de una mayor incorporación de la fase de alginato de calcio (Tabla 5).

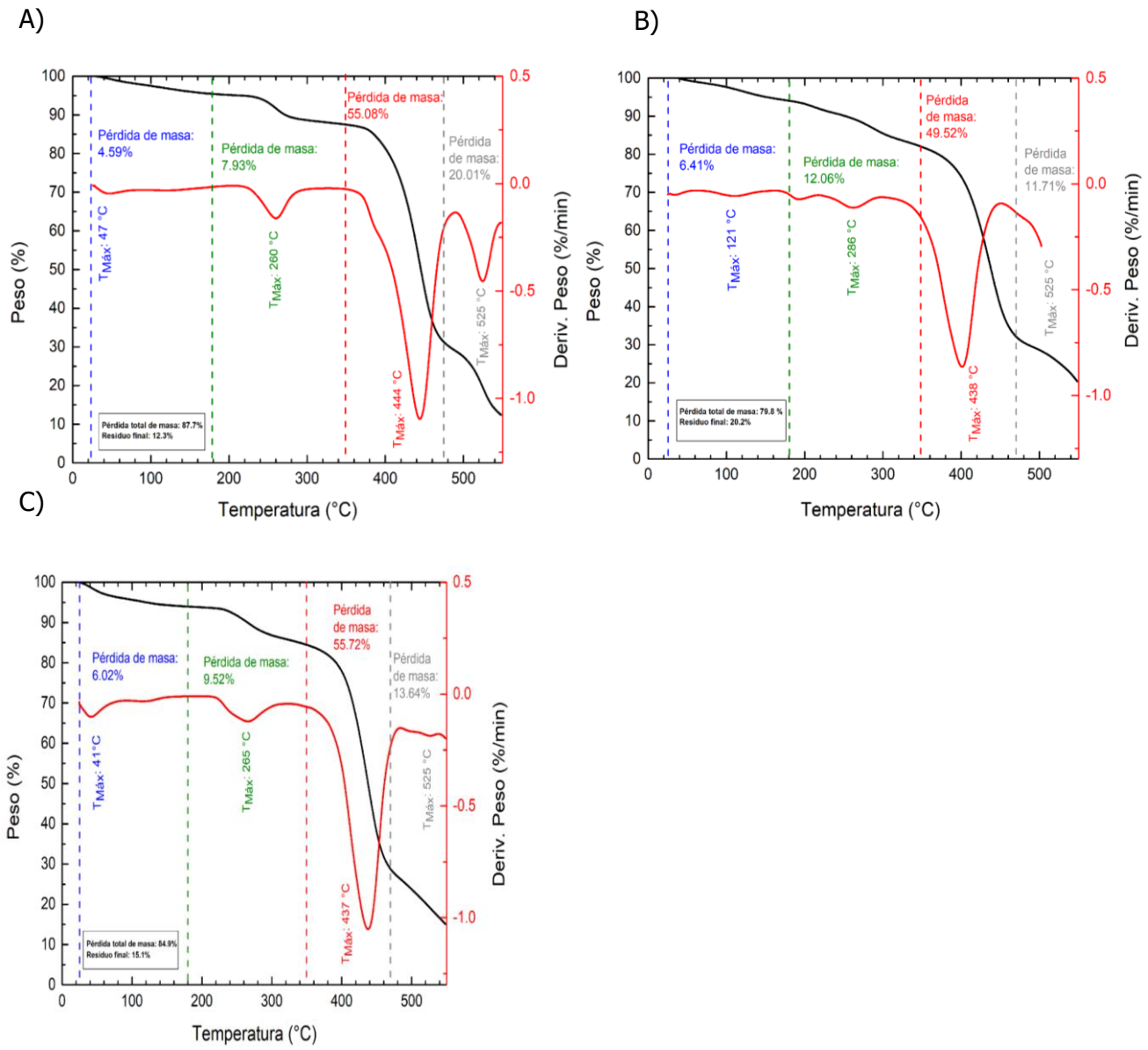


Figura 2. A) TGA de la membrana M3; B) TGA de la membrana M2, C) TGA de la membrana M1.

Tabla 5. Temperaturas máximas de degradación y residuos finales de las membranas de rPET recubiertas con alginato de calcio.

Membrana	T_{max} Alg-Ca (°C)	T_{max} rPET (°C)	Residuo final (%)
M1	260.0	444.2	12.8
M2	265.8	437.6	15.1
M3	286.0	437.6	20.3

T_{max} -Temperatura máxima

La evaluación conjunta de los resultados permitió distinguir entre cantidad de recubrimiento y desempeño físico del material. M3 presentó la mayor incoporación aparente de alginato, evidenciada por la ganacia de masa, la contribución de las bandas de -COO^- y el residuo térmico; sin embargo, también mostró la mayor deformación macroscópica. M1 presentó la menor incorporación y la mayor variabilidad experimental. En cambio, M2 combinó una ganancia de masa de 44.0 ± 4.00%, el menor CV (9.09 %), señales FTIR de definidas del alginato y una mayor conservación macroscópica después de la exposición a los tres valores de pH. Bajo las condiciones estudiadas, M2 representa la major opción entre la incorporación, reproducibilidad y estabilidad dimensional. Esta selección corresponde a la etapa de desarrollo del material y no constituye todavía evidencia de capacidad de adsorción; la eficiencia de remoción, capacidad y cinética frente a Cd (II) y Pb (II) deberán establecerse mediante los ensayo posterior.

Conclusiones

Se desarrollaron membranas híbridas rPET/Alg-Ca mediante NIPS, activación alcalina y reticulación iónica superficial. La ganancia de masa y la aparición de bandas -OH y COO^- en FTIR muestran la modificación del soporte y la incorporación del alginato de calcio. El TGA mostró que la degradación principal del rPET permaneció entre 437.6 y 444.2 °C, mientras

que el incremento del residuo final incrementó junto con el aumento del recubrimiento. M3 incorporó la mayor cantidad aparente de alginato, presentando mayor contracción y deformación después del secado. M2 mostró el menor CV y la mejor conservación macroscópica, por que se seleccionó como la formulación más equilibrada.

Referencias

Braccini I., Pérez S. (2001). Molecular basis of Ca^{2+}-induced gelation in alginates and pectins: The egg-box model revisited. Biomacromolecules 2(4), 1089–1096. DOI: 10.1021/bm010008g

Donati I., Paoletti S. (2009). Material properties of alginates. In: Alginates and Their Biomedical Applications. Springer. DOI: 10.1007/978-3-540-92679-5_1

Grant G.T., Morris E.R., Rees D.A., Smith P.J.C., Thom D. (1973). Biological interactions between polysaccharides and divalent cations: The egg-box model. FEBS Letters 32(1), 195–198. DOI: https://doi.org/10.1016/0014-5793(73)80770-

Guillen G.R., Pan Y., Li M., Hoek E.M.V. (2011). Preparation and characterization of membranes formed by nonsolvent-induced phase separation: A review. Industrial & Engineering Chemistry Research 50(7), 3798–3817. DOI: 10.1021/ie101928r

Kirshanov K., et al. (2022). Recent developments and perspectives of recycled poly(ethylene terephthalate)-based membranes: A review. Membranes 12(11), 1105. DOI: https://doi.org/10.3390/membranes12111105

Li X., et al. (2023). Recent advances in membrane fabrication by non-solvent induced phase separation (NIPS) technique. Advances in Membranes 3, 100077. DOI: https://doi.org/10.3390/membranes13010058

Remoción de los colorantes azul de metileno y rojo Congo por medio de membranas de *Sargassum vulgare*.

I. J. González Chan[1], E. G. Casillas Brust[2], J. S. Novelo Castilla[1], J. A. Tec Sánchez[3]

[1]Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán.

[2]Universidad de Guadalajara

[3]Universidad Anáhuac Mayab

* E-mail: irving.gonzalez@correo.uady.mx

Palabras clave: Sargazo; colorantes; filtración; absorción; rojo Congo; azul de Metileno.

Introducción

El arribo de sargazo a las costas yucatecas se ha convertido en uno de los problemas ecológicos más grandes en años recientes debido a su impacto negativo en actividades ambientales, económicas y sociales. A pesar de esto, el sargazo posee diversos compuestos biológicos y propiedades fisicoquímicas valiosas lo cual puede ser aprovechado para aplicarse en diversas industrias (Abdelwahab *et al*., 2023). De manera particular, en la península de Yucatán recala la especie *Sargassum vulgare* la cual posee un alto contenido en alginatos, celulosa, fucoidanos y fucoxantina, los cuales dan propiedades antioxidantes, antivirales y antiinflamatorias (Vicente *et al.,* 2021). Por otro lado, el sargazo posee una capacidad de absorción destacada y la posibilidad de formar geles que, aunado a su capacidad de cohesión de sus fibras, le permiten ser materia prima en la generación de membranas de absorción para la eliminación de contaminantes del agua (Mansor *et al.,* 2020). A pesar de que esta tecnología se aplicado con éxito en la remoción de contaminantes emergentes (Ahmed et al., 2021) tiene problemas de biodegradabilidad al tener al polímero sintético dentro de su matriz. Debido a esto, surge la necesidad de desarrollar metodologías en las cuales se puedan obtener membranas orgánicas de sargazo sin componentes sintéticos. Por tanto, el objetivo de este trabajo es generar una membrana completamente de sargazo (*Sargassum vulgare*) para ser utilizada como filtro en la remoción de los colorantes rojo Congo (RC) y azul de metileno (AM). Para ello se propone una mezcla entre polvo de sargazo, almidón de maíz y glicerina. Las membranas fueron caracterizadas por medio de espectroscopías UV-Visible y por infrarrojo con transformada de Fourier antes y después del

proceso de filtrado. Las membranas fueron utilizadas en la remoción de los tintes RC y AM con flujo y sin flujo de corriente de agua obteniendo eficiencias de remoción máximas de 87 y 95 % respectivamente.

Materiales y Métodos

El sargazo se recolectó en la playa del Cuyo, Tizimín, Yucatán en bolsas de plástico y resguardado en neveras para su conservación y traslado a la Facultad de Química, en la ciudad de Mérida. El sargazo fue lavado con abundante agua destilada para eliminar rastros de arena e insectos y después se dejó secar en un horno a 40 °C por 24 horas. Este proceso se repitió tres veces. Posteriormente el sargazo se metió a una mufla a 100 °C por 6 h con la finalidad de obtener un material completamente seco y quebradizo. Por último, se trituró el sargazo hasta obtener un polvo fino que fue tamizado en una malla de $1mm^2$.

La membrana se obtuvo al mezclar 10 g del polvo de sargazo con 10 g de almidón de maíz en 100 mL de agua destilada a la cual se le añadieron 1.5 mL de glicerina. La mezcla se agitó de manera vigorosa hasta obtener una fase homogénea, después se calentó en una parrilla a 85 ± 5 °C hasta obtener una pasta densa y espesa. Esta pasta se colocó en moldes cilíndricos de 7 cm de diámetro y 3 cm de espesor. Por último, se metieron a un horno a 50 °C por 24 h. Las membranas obtenidas fueron caracterizadas por medio de las espectroscopías UV-Vis y FTIR.

Para el proceso de remoción se prepararon dos soluciones de 20 ppm de ambos tintes. Se midió el espectro de absorbancia para cada uno de ellos, centrándose en 500 nm para el rojo Congo (RC) y 663 nm para el azul de metileno (AM). El proceso sin flujo se realizó sumergiendo una membrana en 100 mL de la solución del tinte. Para el proceso con flujo se tomaron 500 mL de la solución los cuales fueron movidos con una bomba comercial de 1.5 L/min. Ambos procesos tuvieron una duración de 24 h y al final se midió nuevamente el espectro UV-Vis de la solución para poder obtener la eficiencia de remoción.

Resultados y Discusiones

La figura 1 muestra los espectros UV-Vis (a) y de FTIR (b) de las membranas de sargazo. Se puede observar que hay 4 señales en el espectro de UV-Vis centrados en aproximadamente 207, 308, 415 y 638 nm, los cuales se pueden asociar con compuestos fenólicos, polifenoles,

fucoxantina y clorofila, respectivamente, los cuales son compuestos característicos del sargazo. Por otro lado, en el espectro de FTIR se observan señales en aproximadamente 3250, 2873, 1600, 1386 y 1017 cm^{-1} que corresponden a los grupos funcionales -OH/-NH de los polisacáridos, C-H de lípidos, C=O de alginatos, $-COO^-$ también de alginatos y C-O-C de la celulosa, de manera respectiva. Al considerar los pesos en seco y húmedos de las membranas se obtuvo un porcentaje de absorción de 151 ± 10 % lo cual se asocia a una alta porosidad y capacidad de absorción de agua.

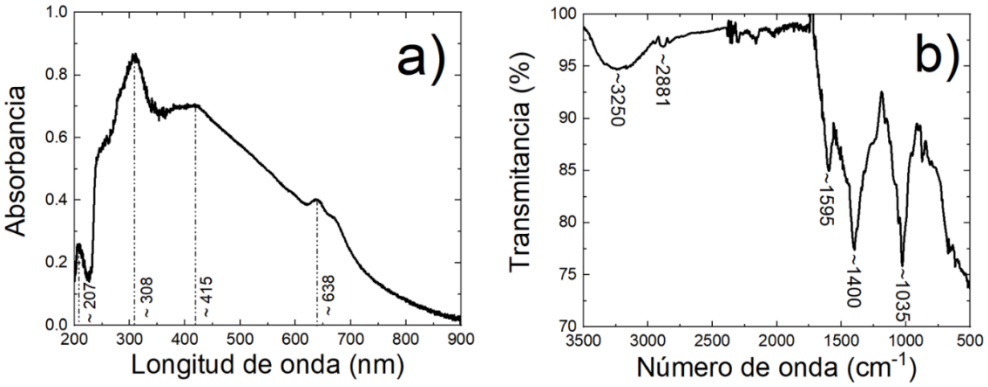


Figura 1. Espectros (a) UV-Vis y (b) FTIR de la membrana de sargazo.

Al realizar el proceso de remoción se observó un cambio en la coloración de las membranas, demostrando que fueron capaces de absorber los colorantes: Esto se sustenta por las mediciones de FTIR y UV-Vis de las membranas posteriores al proceso de remoción. De los espectros FTIR (Fig. 2a) se observa que el AM provocó el cambio más notorio al ensanchar la zona de los -OH/-NH y modificar las señales entre 1600 y 1200 cm^{-1}. Esto se puede deber a la naturaleza catiónica del tinte y las interacciones electrostáticas con los grupos carboxilato del sargazo. En tanto el RC no modificó de manera notoria el espectro, lo cual pudiera derivarse en interacciones débiles como puentes de hidrógeno entre la membrana y el tinte. Con respecto a los espectros UV-Vis (Fig. 2b) se observa que no existen cambios sustanciales entre el sargazo original y los utilizados en los procesos de remoción. No obstante, se puede notar la formación de los picos de los tintes en 500 y 660 nm correspondientes al RC y AM, respectivamente,

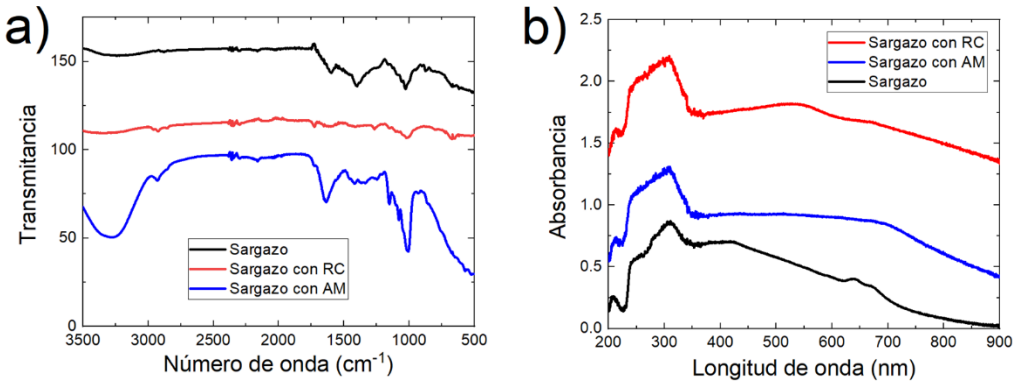


Figura 2. Espectros (a) FTIR y (b)UV-Vis de las membranas antes y después de los procesos de remoción.

La figura 3 muestra los espectros UV-Vis de las soluciones de los tintes antes y después del proceso de filtrado. Para el rojo Congo (Fig. 3a) Se puede observar que la absorbancia disminuyó de 1.55 a 0.42 y 0.2 con los procesos sin y con flujo, respectivamente. Con el azul de metileno (Fig. 3b) el comportamiento fue similar, en donde el tinte tuvo una absorbancia inicial de 3.33 y después de los procesos sin y con flujo terminó en 1.2 y 0.14 de manera respectiva. Con estos valores se pudo calcular la eficiencia de remoción del tinte por medio de la ecuación:

$$\varepsilon = \frac{Abs_{ini} - Abs_{fin}}{Abs_{ini}} x100$$

Donde Abs_{ini} es la absorbancia inicial y Abs_{fin} es la absorbancia final pasadas las 24 h del proceso. La Tabla 1 muestra los resultados de estos cálculos. Se puede notar que los procesos con flujo tienen una eficacia mayor a los procesos sin flujo. Esta diferencia está altamente relacionada con la difusión del tinte hacia la superficie de la membraba. En el sistema estático las moléculas del tiente llegan a la membrana por medio de difusión, un proceso que puede ser lento comparado con el movimiento de las moléculas por medio de la bomba.

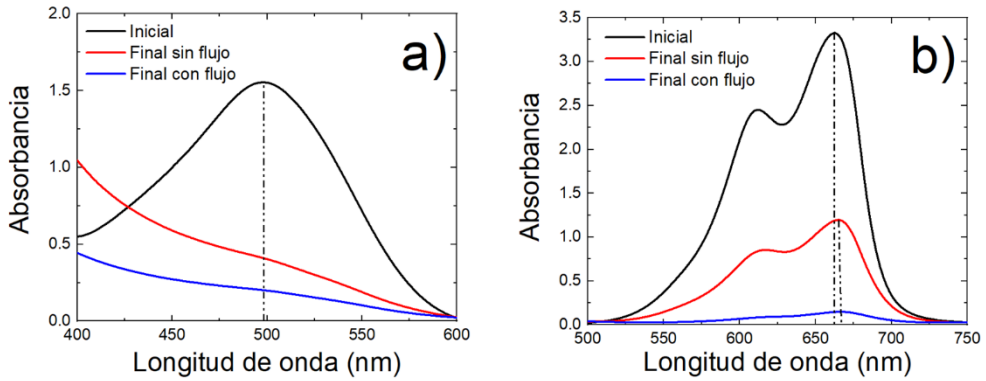


Figura 3. Espectros UV-Vis de las soluciones de los tintes a) RC y b) AM antes y después del proceso de remoción.

Tabla 1. Eficiencias de remoción de tintes de las membranas de sargazo.

Tinte	Proceso sin flujo	Proceso con flujo
Rojo Congo	71.1	87.3
Azul de metileno	64.1	95.5

De igual forma el flujo continuo permite la permeación del tinte hacia los poros de la membrana y utiliza con mayor eficacia los sitios activos proporcionados por los grupos funcionales del sargazo. Las diferencias en eficiencia entre los tintes se pueden atribuir a que el azul de metileno tiene una naturaleza catiónica, lo que favorece interacciones electrostáticas con los grupos carboxilato presentes en la biomasa. En contraste, el rojo Congo, al ser un colorante aniónico, presenta una menor afinidad electrostática por dichos grupos funcionales, por lo que su adsorción depende principalmente a la formación de puentes de hidrógeno lo que conlleva a una eficiencia ligeramente inferior.

Conclusiones

Se desarrollaron membranas para procesos de filtración cuyo componente principal es el sargazo *Sargassum vulgare*. La metodología propuesta permitió obtener membranas altamente porosas que no requirieron de algún otro componente como polímeros sintéticos. Las espectroscopías de UV-Vis y FTIR mostraron que el proceso de obtención no modificó los componentes químicos ni los grupos funcionales del sargazo. Al someter las membranas a soluciones de los tintes rojo Congo y azul de metileno, se obtuvieron eficiencias de

remoción de 87.3 (RC) y 95.5 % (AM) para procesos con flujo. La eficiencia disminuyó en el proceso donde no hubo flujo debido a la lentitud de la difusión y permeabilidad del tinte hacia la membrana.

Referencias

Abdelwahab, N., Rabie, W. & Mohamed, F. (2023) *Fabrication and characterization of novel biocomposite based on Sargassum vulgare for controlling sugar beet root diseases*. Chem. Biol. Technol. Agric. **10**, 52. https://doi.org/10.1186/s40538-023-00418-3

Ahmed H., Helal M., Abdo M., Fekry M., Abdelhamid A. (2021) *Disarmament of micropollutants from wastewater using nylon waste/chitosan blended with algal biomass as recoverable membrane,* Polymer Testing **104**, 107381. https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2021.107381.

Mansor E., Labena A., Moghazy R., Abdelhamid A. (2020) *Advanced eco-friendly and adsorptive membranes based on Sargassum dentifolium for heavy metals removal, recovery and reuse*, Journal of Water Process Engineering, **37**, 101424. https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2020.101424

Vicente T., Lemos M., Félix R., Valentão P., Félix C. (2021) *Marine Macroalgae, a Source of Natural Inhibitors of Fungal Phytopathogens*. Journal of Fungi **7**, 1006. https://doi.org/10.3390/jof7121006

Síntesis de polinorbornen dicarboximidas halogenadas vía ROMP para la separación selectiva de gases.

E. Conde-Madruga[1*], B.M. Pescoso-Torres [1], J.A. Cruz-Morales [1], S. Gutiérrez[1]

[1] Facultad de Química, Universidad Nacional Autónoma de México, Apartado Postal 70-360, Ciudad Universitaria, Coyoacán, CP, 04510, Ciudad de México, México.

*Correo electrónico: e3579964@gmail.com

Palabras clave: Membranas Poliméricas, ROMP, Polinorbornendicarboximidas halogenadas.

Introducción

La separación de gases ha sido una necesidad fundamental en múltiples sectores industriales desde principios del siglo XX, cuando comenzaron a desarrollarse métodos físicos como la destilación criogénica y la adsorción en lechos fijos. No obstante, estas técnicas tradicionales presentan altos costos energéticos y operativos, lo que motivó la búsqueda de tecnologías más eficientes y sostenibles. La separación de gases mediante membranas poliméricas ha adquirido gran relevancia debido a su bajo consumo energético, facilidad de operación y potencial aplicación en procesos industriales y ambientales. Pueden ser operadas de manera continua, a bajas presiones y temperaturas, son fáciles de escalar y se pueden adaptar según el gas de interés (Robeson, 2008), permitiendo su uso de aplicaciones como la captura de dióxido de carbono y la separación de gases en procesos industriales. A pesar de estas ventajas, esta tecnología enfrenta retos como la compensación inherente entre los dos parámetros clave para evaluar el rendimiento de una membrana, la permeabilidad, que indica la cantidad de gas que puede atravesar la membrana, y la selectividad, que expresa la capacidad para discriminar entre distintos gases (Robeson, 2008). Para superar estas limitaciones, en las últimas décadas se han abordado múltiples estrategias para optimizar los procesos de separación de gases como la inclusión de grupos voluminosos en membranas poliméricas densas los cuales aumentan la rigidez estructural dificultando el acomodo de las cadenas polimérica, permitiendo que los gases fluyan a través de la membrana con mayor facilidad(Cruz-Morales et al., 2016)

Entre las técnicas más comunes para obtener polímeros con grupos voluminosos se encuentra la polimerización por metátesis con apertura de anillo (ROMP), siendo un método eficaz para

transformar monómeros cíclicos tensionados, como el norborneno, en polímeros lineales mediante la apertura de anillos insaturados. La ROMP permite la obtención de polímeros con arquitectura definida, con altos porcentajes de conversión y baja polidispersidad, en tiempos cortos y condiciones suaves de reacción como temperatura ambiente y presión atmosférica. La utilización generalizada de la ROMP ha sido posible gracias al desarrollo de catalizadores bien definidos metal-carbeno. Particularmente, los complejos alquilideno de rutenio, conocidos como catalizadores de Grubbs de la primera y segunda generación, que han sido fundamentales para el desarrollo de la metátesis; por su estabilidad, compatibilidad con diversos grupos funcionales, alta actividad y tolerancia al oxígeno y la humedad(Trnka & Grubbs, 2001).

Entre los materiales más prometedores destacan los polinorbornenos funcionalizados obtenidos mediante polimerización por metátesis con apertura de anillo (ROMP) (Baker, 2002; Cruz-Morales et al., 2016). El objetivo de este trabajo fue diseñar, sintetizar y caracterizar una serie de polinorbornen dicarboximidas halogenadas para determinar el efecto de sustituyentes fluorados, clorados y bromados sobre la relación estructura-propiedad, y posteriormente, evaluar su eficiencia en la separación selectiva de gases.

Materiales y Métodos

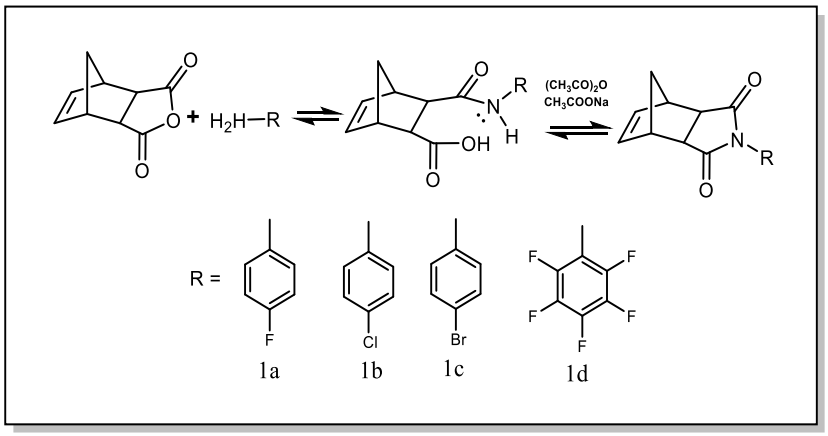
El 1,2-diclorometano R.A., *n*-hexano R.A., tolueno R.A., cloroformo R.A., metanol R.A. y etanol R.A fueron adquiridos de Tecsiquim, en tanto que, el 1,2,4-triclorobenceno R.A. fue recibido de Baker; y el 1,2-dicloroetano anhidro de Sigma-Aldrich. Asimismo, el anhídrido maleico, el diciclopentadiedo, 4-fluoroanilina, 4-cloroanilina, 4-bromoanilina y 2,3,4,5,6-pentafluoroanilina, la hidroquinona y el [1,3-*bis*(2,4,6-trimetilfenil)-2-imidazolidiniliden) dicloro (fenilmetilen)(triciclohexilfosfin) rutenio (G2) fueron adquiridos de Sigma-Aldrich. El anhídrido acético y el acetato de sodio anhidro fueron adquiridos de J.T. Baker, y el ácido clorhídrico de Tecsiquim. Los reactivos y disolventes fueron utilizados tal y como se recibieron de los proveedores.

Los espectros de RMN-^{1}H (600 MHz), RMN-^{19}F (565 MHz) y RMN-^{13}C (100 MHz) se registraron en un espectrómetro Varian Unity Inova, empleando $CDCl_3$ como disolvente y tetrametilsilano (TMS) como referencia interna. Los espectros FT-IR se obtuvieron en un espectrofotómetro Thermo Scientific Nicolet 6700 con accesorio ATR de diamante. El punto

de fusión se determinó en un equipo Electrothermal IA 9000. La estabilidad térmica se evaluó mediante análisis termogravimétrico (TGA) a una velocidad de calentamiento de 10 °C min^{-1}. Los ensayos mecánicos se realizaron de acuerdo con la norma ASTM D1708, a 25 °C y una velocidad de deformación de 10 mm min^{-1}. Los patrones de difracción de rayos X se obtuvieron con radiación Cu Kα (λ = 1,54 Å) en el intervalo $7° \leq 2\theta \leq 70°$.

Síntesis de monómeros

La síntesis de los monómeros ***N***-4-fluorofenil-*exo-endo*-norbornen-5,6-dicarboximida (**1a**), ***N***-4-clorofenil-*exo-endo*-norbornen-5,6-dicarboximida (**1b**), ***N***-4-bromofenil-*exo-endo*-norbornen-5,6-dicarboximida (**1c**) y ***N***-2,3,4,5,6-pentafluorofenil-*exo-endo*-norbornen-5,6-dicarboximida (**1d**) fue realizado acorde a lo mostrado en el Esquema 1. Asimismo, se realizó su caracterización estructural donde se determinó sus propiedades físico-químicas. El método de preparación consistió en hacer reaccionar anhídrido maleico (dienófilo) con ciclopentadieno (dieno conjugado), mediante la reacción de Diels-Alder, es mostrado en el Esquema 2, a altas temperaturas (200 ºC) para obtener el anhídrido-*exo-endo*-norbornen-5,6-dicarborcílico (NDA). Posteriormente, el NDA obtenido se hizo reaccionar con las anilinas 4-fluoroanilina, 4-cloroanilina, 4-bromoanilina o 2,3,4,5,6-pentafluoroanilina, mediante una reacción de imidación, obteniéndose en un primer momento un ácido ámico, el cual se deshidrató, en un último paso de reacción, para formar la norbornendicarboximida correspondiente.

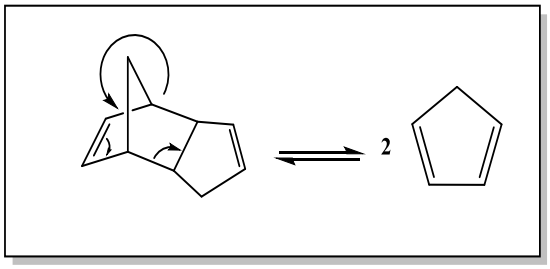


Esquema 1. Síntesis de los monómeros 1a, 1b, 1c y 1d.

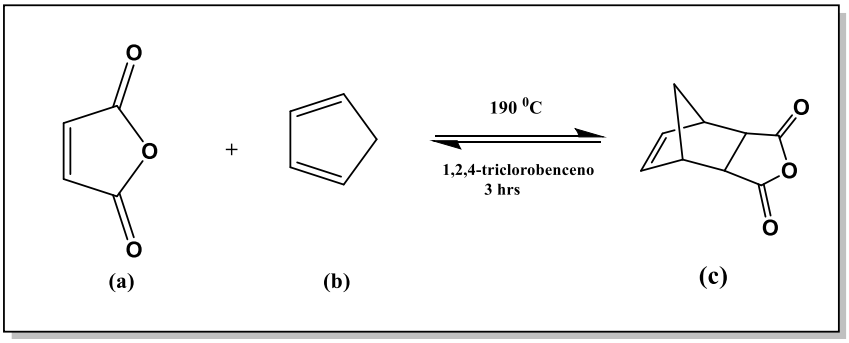
Síntesis del NDA

Una mezcla de anhídrido *endo(3 %)-exo(97 %)*-norbornen-5,6-dicarborcilico (NDA) fue

obtenida mediante la reacción de Diels-Alder, entre el ciclopentadieno y el anhídrido maleico (Esquema 2). Para ello, 6.74 g (0.102 mol) de ciclopentadieno recién destilado se dejaron caer lentamente en una solución de 10.00 g (0.102 mol) de anhídrido maleico, en 30 mL de 1,2,4-triclorobenceno, a 190 ºC. Una vez finalizada la adición, la mezcla de reacción se mantuvo en agitación conservando la temperatura durante 3 h. Posteriormente, se enfrió a temperatura ambiente y se vertió en 100 mL de *n*-hexano, manteniéndose en agitación durante 1 h. Transcurrido este tiempo, el producto fue filtrado a vacío, y purificado recristalizándolo varias veces en tolueno, obteniendo el NDA en forma de cristales de color blanco con 97 % de rendimiento y un intervalo de fusión de 130–133 °C (Esquema 3).



Esquema 2. Obtención de ciclopentadieno mediante la reacción de retro-Diels-Alder a partir del diciclopentadieno.



Esquema 3. Síntesis del (c) anhídrido de norborneno (NDA) mediante la reacción de Diels-Alder entre (a) anhídrido maleico y (b) ciclopentadieno.

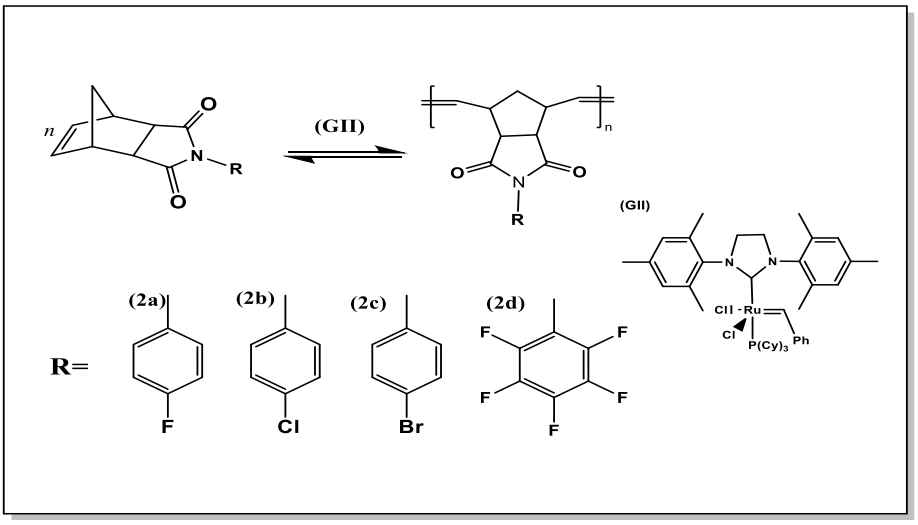
Síntesis de monómeros.

En un matraz de dos bocas se disolvieron 2.00 g de NDA (10.2mmol) en 10.5 mL de diclorometano. Posteriormente, se adicionó la anilina correspondiente en relación molar 1:1 respecto al NDA, disuelta en 5 mL del mismo disolvente. La mezcla se calentó a reflujo durante 3 h. Después de eliminar el disolvente a presión reducida, el ácido anímico obtenido

se trató con acetato de sodio anhidro y de anhídrido acético a 90 °C durante 8 h para promover el ciclo deshidratación. Finalizada la reacción, la mezcla se vertió en 400 mL de agua-hielo, el sólido se filtró, se recristalizó tres veces en metanol y se secó al vacío a 45 °C.

Síntesis de polímeros

La síntesis de los polímeros poli[*N*-4-fluorofenil-*exo*-*endo*-norbornen-5,6-dicarboximida] **(2a),** poli[*N*-4-clorofenil-*exo*-*endo*-norbornen-5,6-dicarboximida] **(2b),** poli[*N*-4-bromofenil-*exo*-*endo*-norbornen-5,6-dicarboximida] **(2c),** poli [*N*-2,3,4,5,6-pentafluorofenil-*exo*-*endo*-norbornen-5,6-dicarboximida] **(2d);** se realizó acorde a lo mostrado en el Esquema 4. La polimerización de los monómeros se llevó a cabo en atmósfera de nitrógeno vía ROMP, usando el complejo [$(PCy_3)(Imes)Cl_2Ru{=}CHPh$] (GII) como catalizador, a 25 °C, durante 2 horas, empleando la relación molar monómero/catalizador (Mon/Cat) = 1000). Finalizado el tiempo de reacción, el polímero fie precipitado en metanol e hidroquinona como estabilizador. El sólido obtenido fue filtrado, lavado varias veces con metanol y fue secado al vacío hasta masa constante.



Esquema 4. Síntesis de los polímeros 2a, 2b, 2c y 2d vía ROMP. Catalizador de Grubbs de la segunda generación (GII): [$(PCy_3)(Imes)Cl_2Ru{=}CHPh$].

Preparación de membranas.

Las membranas poliméricas fueron obtenidas por el método de *solving casting*. Se prepararon disoluciones de los polímeros con la proporción de 0.20 g de polímero en 3 mL de disolvente (cloroformo y en diclorometano). La disolución fue filtrada y colocada en una caja Petri con

un diámetro de 5.5 cm, previamente colocada en una superficie nivelada. A continuación, el disolvente fue evaporado durante 48 horas. Posteriormente, el polímero fue secado a vacío durante 24 horas, y finalmente, fue retirado del molde circular. Las membranas resultantes tuvieron un espesor entre 25-41 µm.

Resultados y Discusiones

Síntesis del NDA

La síntesis del NDA se optimizó para obtener un contenido de 97 % del estereoisómero *exo*. La proporción *exo/endo* se determinó mediante RMN-^{1}H (Figura 1) a partir de las integraciones de las señales olefínicas, observadas en δ 6.33 ppm para el isómero *exo* y δ 6.31 ppm para el isómero *endo.* Los protones metínicos adyacentes al doble enlace del isómero *exo* aparecieron aproximadamente en δ 3.45 y 3.00 ppm, en tanto que los del isómero *endo* se observaron en δ 3.50–3.58 ppm. Las señales de los protones del puente se localizaron en δ 1.80–1.40 ppm. La baja intensidad de las señales del isómero *endo* fue coherente con su baja proporción en la mezcla isomérica.

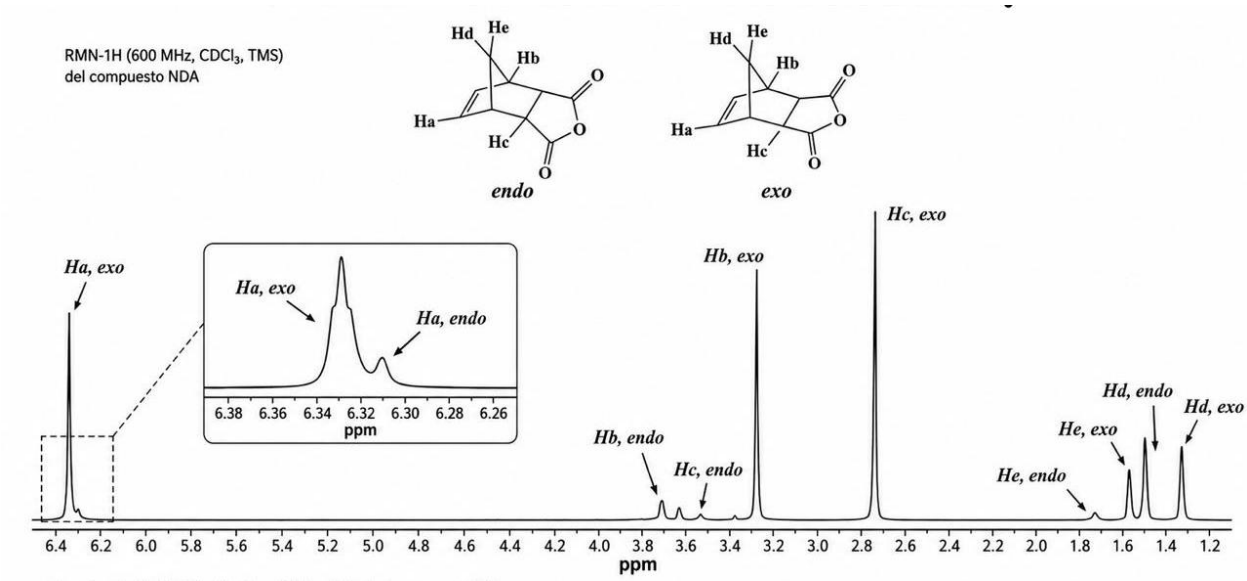


Figura 1. Espectro de RMN-^{1}H (600 MHz, $CDCl_3$, TMS) del NDA; se muestran las señales asignadas a los isómeros exo y endo.

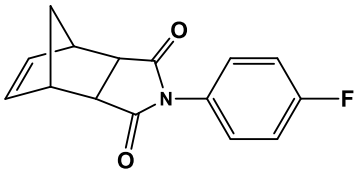
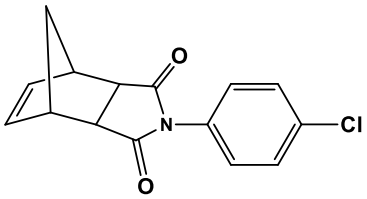
Reacción de imidación para la obtención de los monómeros.

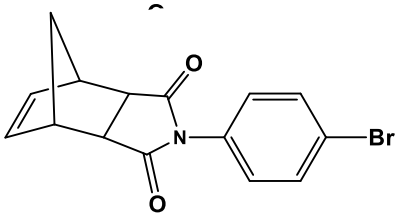
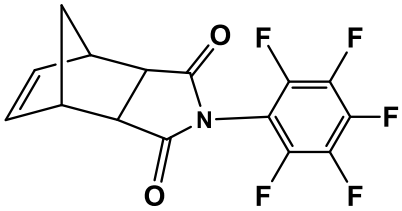
La síntesis de los monómeros fue efectuada a través de la reacción entre el anhídrido *endo-exo*-norbornen-3,5-dicarboxilico (NDA) y las anilinas: 4-fluoroanilina, 4-cloroanilina, 4-

bromoanilina y 2,3,4,5,6-pentafluoroanilina, obteniéndose en cada caso el monómero correspondiente. Los rendimientos, intervalos de fusión y proporciones del estereoisómero *exo* se resumen en la Tabla 1. Los cuatro productos presentaron rendimientos superiores a 80 % y un contenido aproximado de 97 % del isómero *exo*.

Los espectros de RMN-^{1}H de los monómeros se muestran en la Figura 2. En la región δ 8.00–7.10 ppm se observaron las señales de los protones aromáticos. Los monómeros **(1a, 1b y 1c)** integraron para cuatro protones aromáticos, en tanto que el monómero **(1d)** no presentó protones en esta región porque los cinco hidrógenos del anillo fueron sustituidos por flúor. El resto de las señales son comunes para todos los monómeros. Las señales olefínicas se muestran en δ = 6.35–6.23 ppm. Los protones metínicos adyacentes al doble enlace se observaron aproximadamente en δ = 3.50–2.80 ppm y los protones del puente en δ 1.80–1.40 ppm. Por otro lado, la Tabla 1 muestra la caracterización de los monómeros sintetizados.

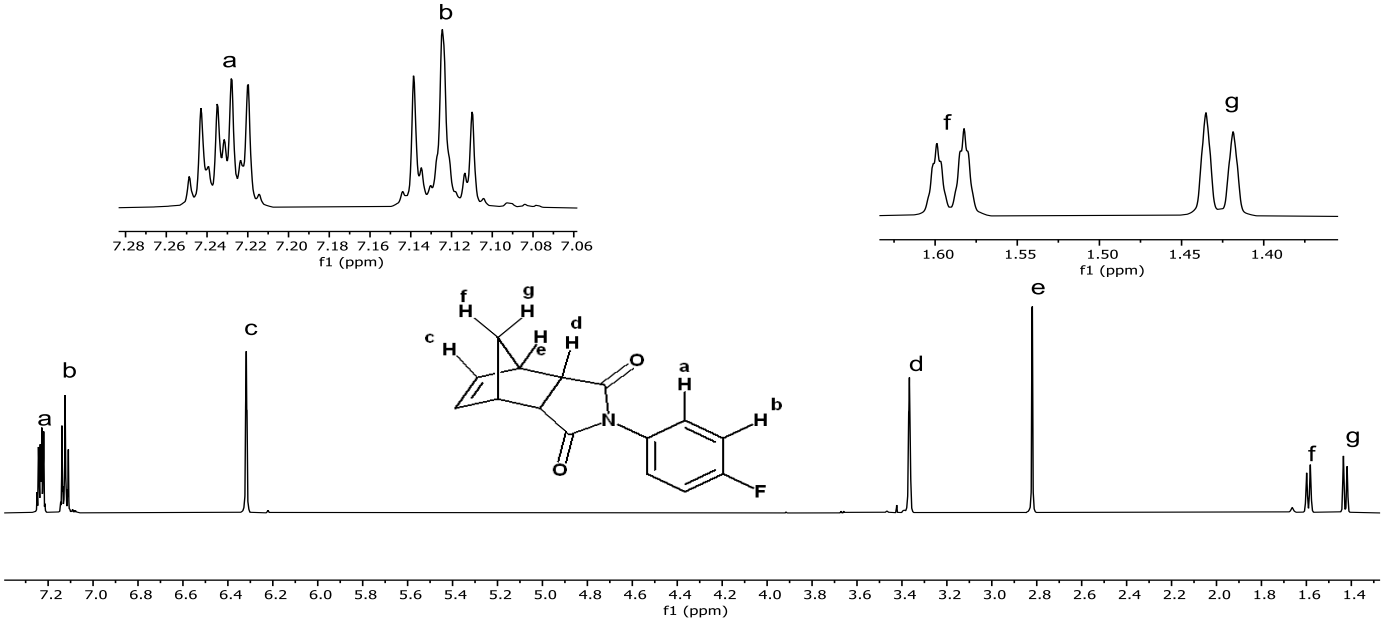
Tabla 1. Caracterización de los monómeros: Rendimientos, contenido del isómero *exo* e intervalos de fusión de los monómeros sintetizados.

Estructura	**Monómero**	**Rendimiento (%) [a]**	**Isómero *exo* (%) [b]**	**T_f [c] (°C)**
	**1a**	97.0	97	175-176
	**1b**	90.6	97	197-198

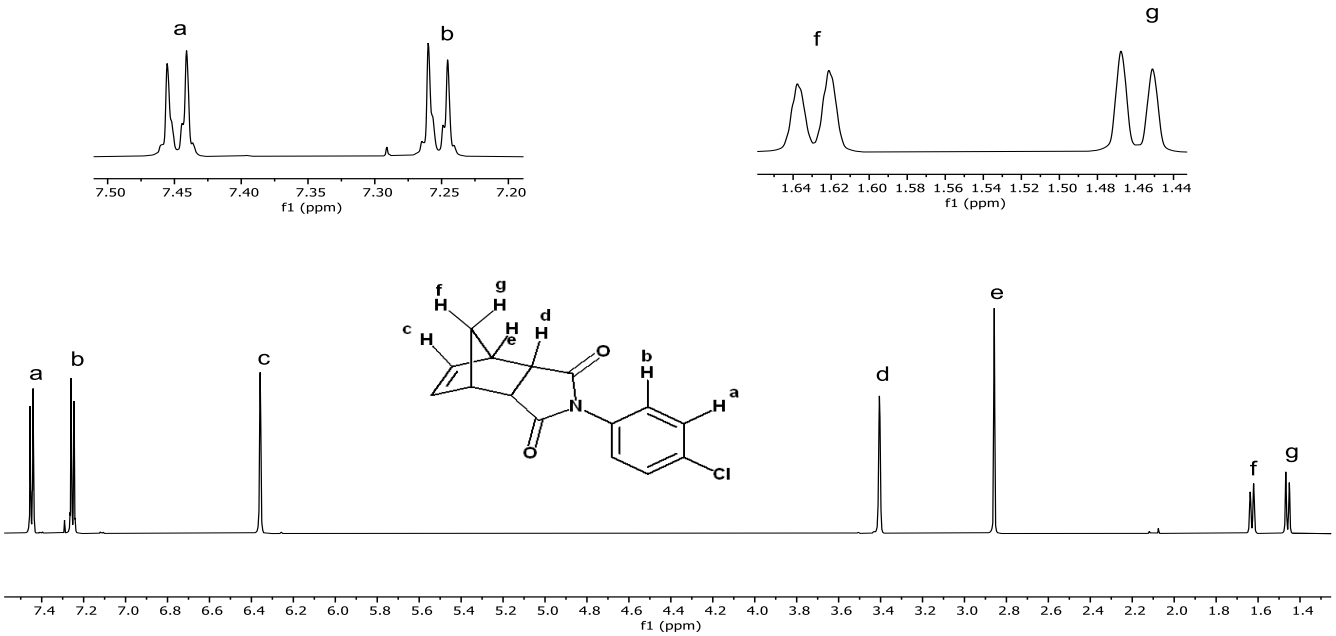
	**1c**	85.4	97	175-176
	**1d**	87.4	97	130-131

[a] Rendimiento determinado por gravimetría. [b] Determinado por RMN-^{1}H. [c] T_f = temperatura de fusión.

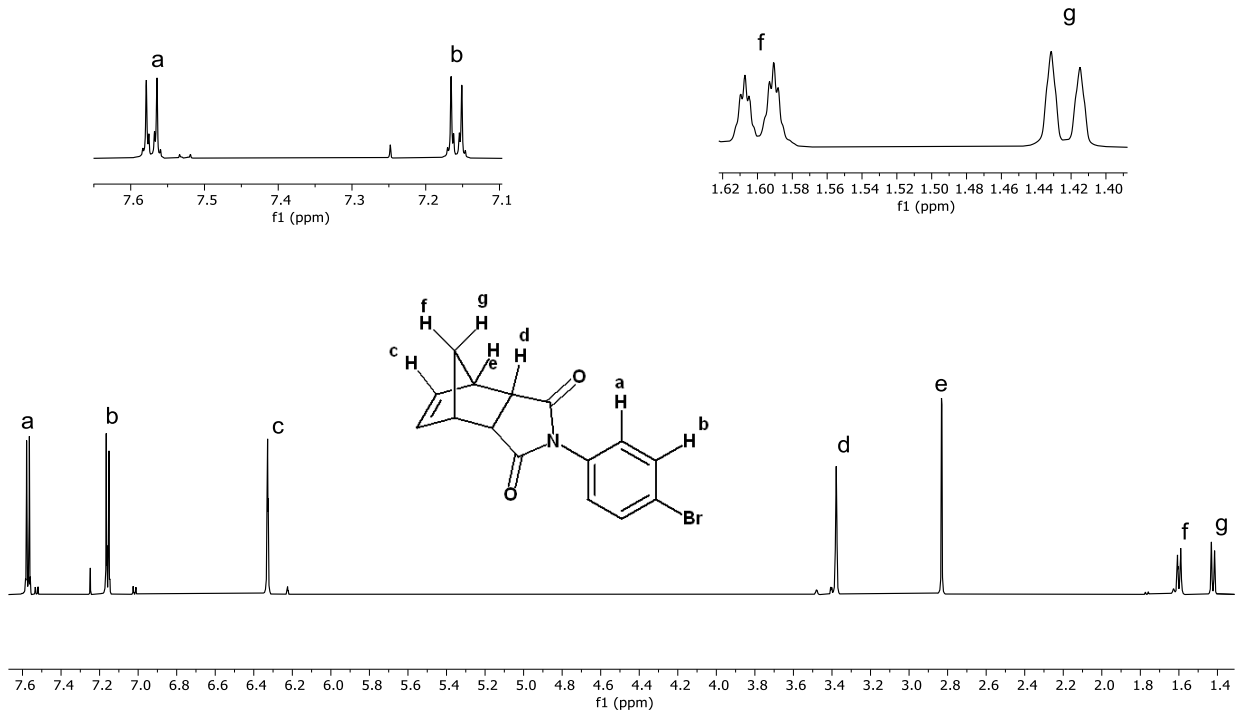
1a



1b


a
b
7.50 7.45 7.40 7.35 7.30 7.25 7.20
f1 (ppm)
f
g
1.64 1.62 1.60 1.58 1.56 1.54 1.52 1.50 1.48 1.46 1.44
f1 (ppm)
a
b
c
d
e
f
g
7.4 7.2 7.0 6.8 6.6 6.4 6.2 6.0 5.8 5.6 5.4 5.2 5.0 4.8 4.6 4.4 4.2 4.0 3.8 3.6 3.4 3.2 3.0 2.8 2.6 2.4 2.2 2.0 1.8 1.6 1.4
f1 (ppm)

1c


a
b
7.6 7.5 7.4 7.3 7.2 7.1
f1 (ppm)
f
g
1.62 1.60 1.58 1.56 1.54 1.52 1.50 1.48 1.46 1.44 1.42 1.40
f1 (ppm)
a
b
c
d
e
f
g
7.6 7.4 7.2 7.0 6.8 6.6 6.4 6.2 6.0 5.8 5.6 5.4 5.2 5.0 4.8 4.6 4.4 4.2 4.0 3.8 3.6 3.4 3.2 3.0 2.8 2.6 2.4 2.2 2.0 1.8 1.6 1.4
f1 (ppm)

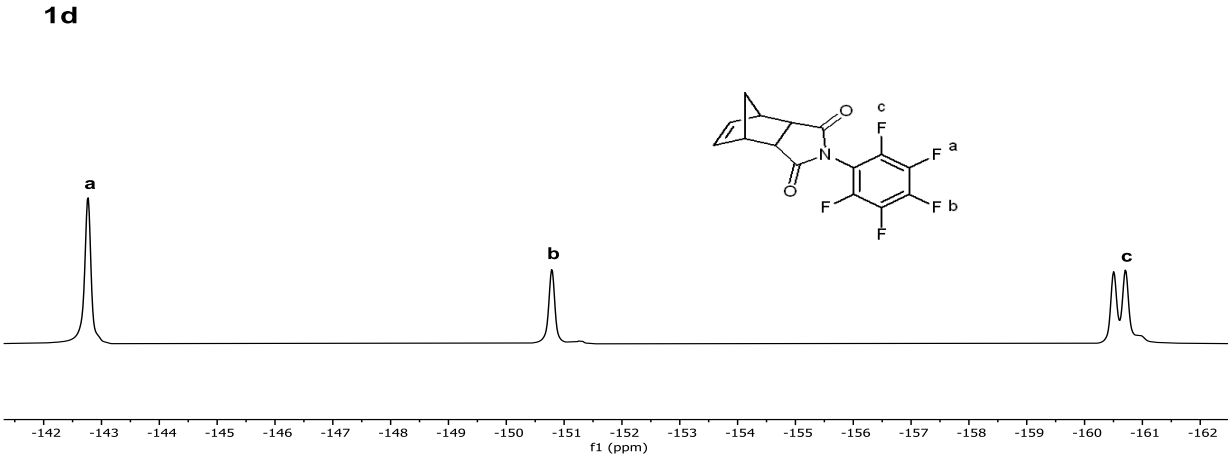


Figura 2. Espectros de RMN-¹H (600 MHz, $CDCl_3$) de los monómeros: (1a, 1b, 1c y 1d)

Síntesis de polímeros

Los monómeros derivados de norbornendicarboximidas fueron polimerizados vía metátesis por apertura de anillo (ROMP) empleando el catalizador de Grubbs de segunda generación (GII), con una relación molar [Mon/Cat] = 1000. La polimerización de los monómeros **(1a, 1b, 1c y 1d)** se desarrolló usando 1,2-dicloroetano anhidro como disolvente y una concentración inicial de monómero de 0.5 M. Los espectros de RMN-¹H de (2a y 2b) presentaron perfiles semejantes, debido a que ambos poseen la misma cadena principal y difieren únicamente en el sustituyente para del anillo aromático. Las señales aromáticas se localizaron aproximadamente en δ = 7.4–6.8 ppm. Las nuevas señales vinílicas de la cadena polimérica aparecieron en δ = 5.8–4.7 ppm y se atribuyeron tentativamente a diferentes entornos configuracionales *cis/trans*. Entre δ = 3.5–2.5 ppm se observaron señales de protones alicíclicos próximos a los grupos carbonilo y a los carbonos vinílicos, mientras que las señales restantes de la cadena principal aparecieron entre δ = 2.5 y 1.2 ppm. El ensanchamiento de las señales fue característico de materiales poliméricos y confirmó la transformación de los monómeros mediante ROMP.

Los polímeros mostraron solubilidad principalmente en 1,2-dicloroetano y diclorometano, lo que permitió su procesamiento para formar membranas mediante colado en disolución. **(2a y 2d)** también fueron solubles en cloroformo. La Tabla 2 resume el comportamiento

cualitativo observado en los disolventes evaluados. Indicándose con signo positivo (+) cuando la muestra se solubilizó y con signo negativo (-) cuando no lo hizo.

Tabla 2. Solubilidad cualitativa de los polímeros sintetizados.

Polímero	**Disolventes**				
	Acetona	**Cloroformo**	**THF**	**1,2-dicloroetano**	**Diclorometano**
2a	-	+	-	+	+
2b	-	-	-	+	+
2c	-	-	-	+	+
2d	-	+	-	+	+

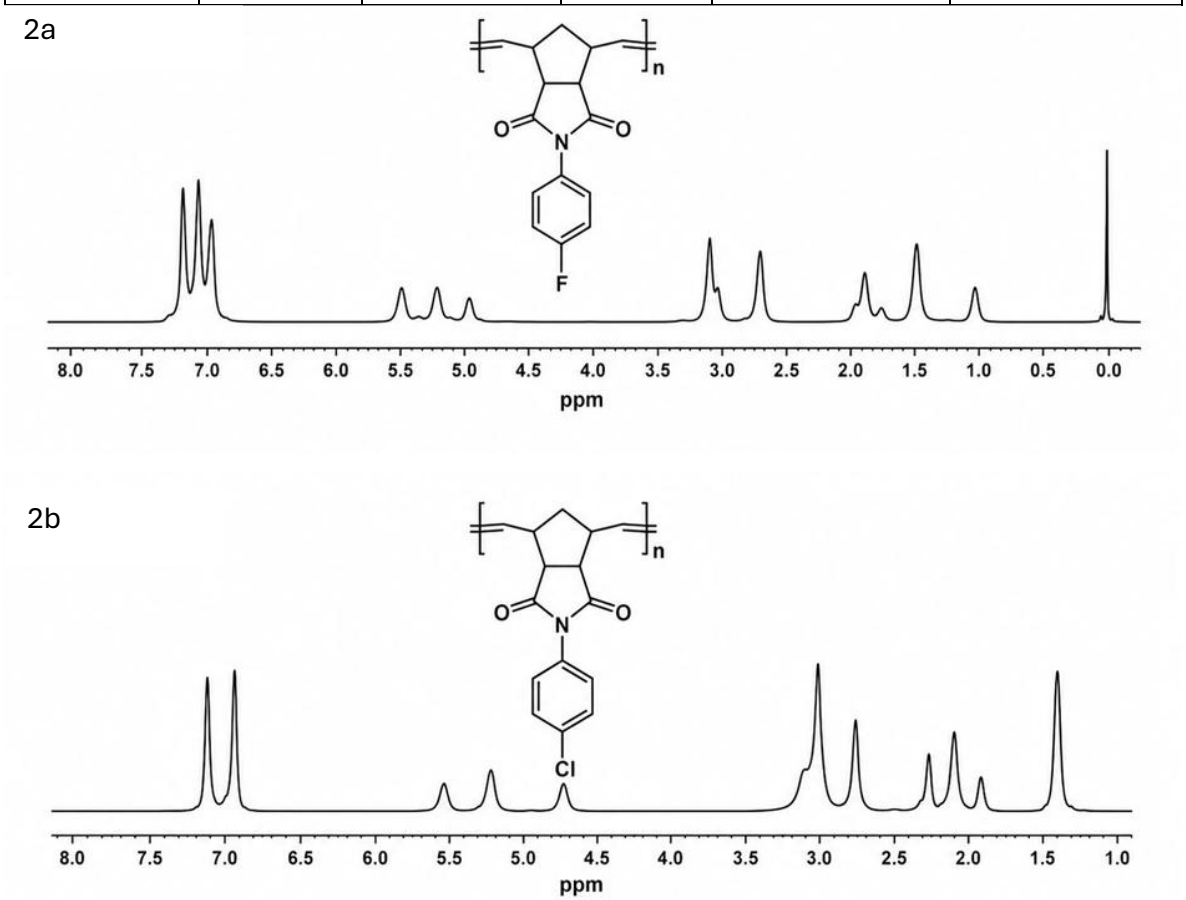


Figura 3. Espectros de RMN-^{1}H de 2a y 2bobtenidos mediante ROMP.

Conclusiones

Se sintetizaron satisfactoriamente los monómeros derivados del anhídrido *endo, exo*-norborneno-5,6-dicarboxílico funcionalizados con sustituyentes halogenados (F, Cl y Br), así como sus correspondientes polímeros mediante polimerización vía metátesis por apertura de anillo (ROMP). La caracterización por RMN y FTIR confirmó la estructura química esperada tanto de los monómeros como de los polímeros, evidenciando el éxito de las reacciones de síntesis y polimerización. Asimismo, los análisis térmicos demostraron que los materiales presentan una adecuada estabilidad térmica para su posible utilización en aplicaciones de membranas poliméricas. Los resultados obtenidos constituyen una base sólida para continuar con la evaluación de sus propiedades de transporte de gases, con el objetivo de establecer la influencia de los diferentes sustituyentes halogenados sobre la permeabilidad y la selectividad de las membranas.

Referencias

Baker, R. W. (2002). Future Directions of Membrane Gas Separation Technology. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, *41*(6), 1393-1411. https://doi.org/10.1021/ie0108088

Cruz-Morales, J. A., Vargas, J., Santiago, A. A., Vásquez-García, S. R., Tlenkopatchev, M. A., Lys, T. de, & López-González, M. (2016). Synthesis and gas transport properties of new polynorbornene dicarboximides bearing trifluoromethyl isomer moieties. *High Performance Polymers*, *28*(10), 1246-1262. https://doi.org/10.1177/0954008315624954

Robeson, L. M. (2008). The upper bound revisited. *Journal of Membrane Science*, *320*(1), 390-400. https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.memsci.2008.04.030

Trnka, T. M., & Grubbs, R. H. (2001). The Development of L2X2RuCHR Olefin Metathesis Catalysts: An Organometallic Success Story. *Accounts of Chemical Research*, *34*(1), 18-29. https://doi.org/10.1021/ar000114f

Preparación de membranas compuestas a base de estructuras metal orgánicas (MOF) de Zn y polifenilsulfona (PPSU) con potencial aplicación en procesos de separación en tratamiento de agua

D. J. Morales Pérez[1,3], G. Castruita de León[2], A. de León Santillan[2], M.I. Loria Bastarrachea[3], R. R. Sulub Sulub [3], A. J. Montes Luna[3]

[1] Universidad Modelo, Antigua carretera a Cholul, 200 m después del Periférico. C.P. 97305. Oficinas Centrales, Mérida, Yucatán, México.

[2] SECIHTI-Centro de Investigación en Química Aplicada, Blvd. Enrique Reyna, Hermosillo # 140, Col. San José de los Cerritos, 25294, Saltillo, Coahuila, México.

[3] Unidad de Materiales, Centro de Investigación Científica de Yucatán, A.C. (CICY), Calle 43, No. 130 entre 32 y 34, Col. Chuburná de Hidalgo, Mérida, México, CP 97205.

* E-mail: angel.montes@cicy.mx

Palabras clave: Textil; Residuos; Membrana; Acuífero; Flujo

Introducción

La industria textil es considerada históricamente un sector industrial de alta importancia en el estado de Yucatán. De acuerdo con los datos de la Administración General de Aduanas, en 2009 el 25.8% de las exportaciones yucatecas correspondieron a productos del sector textil (Secretaría de Fomento Económico y Trabajo, 2024). Sin embargo, esta industria se caracteriza por ser una de las industrias que más residuos genera, se calcula que se producen alrededor de 45 a 60 litros de aguas residuales por cada kilogramo de prenda fabricada.

Entre los contaminantes presentes en estas aguas residuales destaca el azul de metileno, un colorante que en altas concentraciones o por exposición acumulada, puede causar reacciones alérgicas, síndrome serotoninérgico y anemia hemolítica en personas con deficiencia de G6PD.

Un método físico empleado para la remoción de estos contaminantes es la filtración por membranas, la cual resulta efectiva para la eliminación de colorantes a bajas concentraciones; sin embargo, presenta limitaciones por sus altos costos de producción, manejo y su baja eficiencia en la remoción de sólidos disueltos (Cortazar Martínez et al., 2011). En este contexto, la incorporación de estructuras metal-orgánicas (MOFs) a una matriz polimérica de polifenilsulfona para la preparación de membranas representa una alternativa prometedora

que les puede conferir propiedades que puedan facilitar la remoción de estos contaminantes, así como modificar las propiedades de transporte y separación en membranas.

Por ello, el presente trabajo describe la preparación de membranas asimétricas de PPSU con MOF de zinc y ácido tereftálico (Zn-TTA) mediante inversión de fases, con el objetivo de evaluar su efecto en las propiedades de flujo y anti ensuciamiento en sistemas de tratamiento de agua.

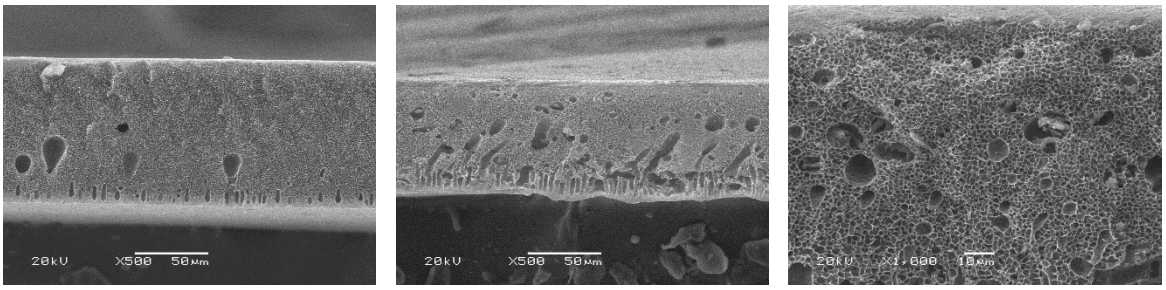
Materiales y Métodos

Las membranas asimétricas fueron elaboradas por el método de inversión de fases. Para ello, se preparó una solución polimérica de polifenilsulfona (PPSU) al 18% con respecto a la membrana (p/v), utilizando N-metil-2-pirrolidona (NMP) al 75% como disolvente y polietilglicol al 7% como agente formador poros. Para las membranas con MOFs, se incorporaron las partículas en concentración de 1 y 3 %, empleando TWEEN al 1.8% como agente emulsificante. Debido a la adición de las MOFs, la concentración de polifenilsulfona se ajustó al a 13.2% y 15.2% para las concentraciones de MOFs al 3% y 1%. Para ambos tipos de membrana, se utilizó un baño de coagulación de isopropanol/ácido acético.

Las membranas obtenidas fueron caracterizadas a través de microscopía electrónica de barrido (SEM) utilizando un equipo JEOL, modelo JSM-630LV, analizándose tanto superficial como transversalmente. Además, se realizaron pruebas de anti ensuciamiento (fouling resistance) y retención de colorantes en una celda de alta presión Sterlitech HP4750. Para las pruebas de flujo, las membranas fueron compactadas a 260 psi por 1 hora. Posteriormente, se acondicionó la celda hasta estabilizar el flujo de agua ($L/m^2 \cdot h$) y se midió el tiempo para obtener 30 ml de agua destilada. Para las pruebas de anti ensuciamiento, se hizo pasar una solución de suero bovino a 1000 ppm, registrando el flujo de permeado para evaluar las propiedades de anti ensuciamiento de las membranas. Finalmente, este proceso fue repetido utilizando agua para determinar el flujo de recuperación. Para evaluar la capacidad de la membrana para rechazar el colorante azul de metileno, se preparó una solución a base de agua destilada con una concentración de 50 mg L^{-1} de azul de metileno. La concentración del colorante en las muestras permeadas se determinó mediante espectrofotometría UV-Vis a 660 nm, utilizando una curva de calibración previamente establecida.

Resultados y Discusiones

Las imágenes obtenidas de microscopía electrónica de barrido muestran la correcta formación de las membranas asimétricas de PPSU de tamaños de poro de tamaños micrométricos, tanto la membrana base (PPSU) como las membranas con MOF incorporada al 1% (PPSU/Zn-TTA 1%) y al 3% (PPSU/Zn-TTA 3%). En las membranas compuestas se pueden identificar las partículas de MOF y que comprueban su incorporación dispersa homogéneamente en la matriz de PPSU.



a) b) c)

Figura 1. Imagen de corte transversal de a) membrana base b) membrana con MOF incorporada al 1% y c) membrana con MOF incorporada al 3%

Los resultados de las pruebas de flujo muestran que la membrana compuesta con MOF incorporada al 1% presenta un aumento en la velocidad de permeación del 436% con respecto a la membrana polimérica base. Los resultados preliminares sugieren que la incorporación de MOFs a la matriz de polifenilsulfona incrementa la permeabilidad conforme se incrementa la concentración debido a los cambios morfológicos presentes por la presencia de las MOFs, en donde se pueden observar aperturas mayores en los poros de las membranas con MOF incorporada a comparación con los poros encontrados en la membrana base. Los flujos en la sección de recuperación marcan la misma tendencia, teniendo un porcentaje de recuperación del 53% con respecto al flujo inicial de la membrana base, un 62% de la membrana con MOF incorporada al 1% y un 64% de la membrana con MOF al 3%.

Tabla 1. Comparación entre valores de permeación de la membrana base y la membrana con MOF Zn-TTA

Permeación de Agua			
Membrana	Flujo (L/h •m^2)	Recuperación (L/h •m^2)	% de Recuperación
PPSU	3.60123E-05	1.91829E-05	53%
PPSU/Zn-TTA 1%	1.57241E-04	9.74461E-05	62%
PPSU/Zn-TTA 3%	1.65642E-04	1.06281E-04	64%

Los resultados de las pruebas de rechazo de azul de metileno evidencian una mejora significativa del rendimiento de la filtración de la membrana con MOF incorporada al 1% con respecto a la membrana base. La membrana base presentó una concentración relativa de colorante en el permeado de 12.56% con respecto a la concentración inicial, lo cual equivale a un rechazo del 87.44%. En contraste, la membrana con MOF incorporada al 1% mostró únicamente una concentración relativa del 1.22%, equivalente a un rechazo del 98.77%, lo cual indica una mayor eficiencia de retención del azul de metileno. Por otro lado, la membrana con MOF incorporado al 3% presentó una concentración relativa de colorante en el permeado de 42.544% correspondiente a un rechazo de 57.46 %, valor considerablemente inferior al de la membrana base. Este comportamiento sugiere que el incremento excesivo del contenido de la MOF en la membrana puede afectar de forma negativa su estructura o selectividad dando como resultado un incremento en la concentración del colorante en muestras permeadas. En conjunto, los resultados indican que la concentración de MOF es una variable crítica en el desempeño de la membrana al momento de la filtración y confirman la existencia de un contenido óptimo de MOF en esta, el cual sería capaz de maximizar la eficiencia de rechazo del colorante.

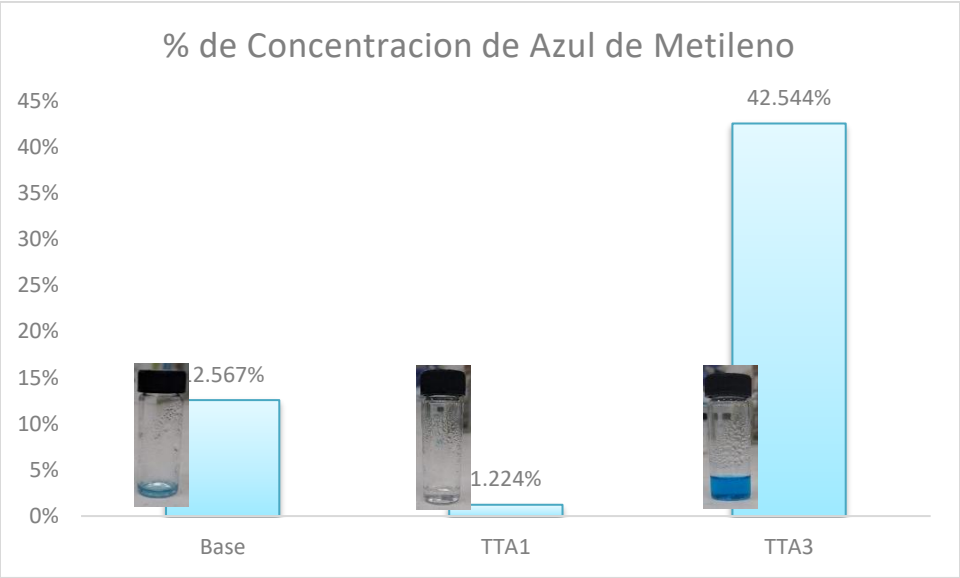


Figura 4. Porcentajes de concentración de azul de metileno en las muestras de rechazo de colorantes

Conclusiones

La incorporación de MOF en las membranas de PPSU modifica significativamente las propiedades de permeación, pero con la proporción adecuada de MOF en la membrana es posible aumentar el desempeño de filtración de las mismas. Estos resultados representan una estrategia prometedora para mejorar los sistemas aplicados en la eliminación de efluentes provenientes de la industria textil.

Agradecimientos

Este trabajo fue apoyado por SECIHTI México a través del proyecto CBF-2025-G-593. Los autores también agradecen al Centro de Investigación Científica de Yucatán A.C. por los recursos de infraestructura, conocimientos y apoyo brindados.

Referencias

Cortazar Martínez A., González Ramírez C.A., Castro Rosas J., Coronel Olivares C., Escalante Lozada J.A., Villagómez Ibarra J.R. (2011). *Decoloración de aguas residuales provenientes de la industria textil*. En *Avances en impacto, tecnología y toxicología ambiental* (pp. 115-122).

Kopczynski S., Nolen R., Hala D., Lases-Hernández F., Escobedo-Hinojosa W., Arcega-Cabrera F., Oceguera-Vargas I., Quigg A. (2025). *Investigation of Anthropogenic and Emerging Contaminants in Sinkholes (Cenotes) of the Great Mayan Aquifer, Yucatán Peninsula*. Archives of Environmental Contamination and Toxicology, 89, 279-299. https://doi.org/10.1007/s00244-025-01149-2

Secretaría de Fomento Económico y Trabajo. (2024). Textil y del vestido. Gobierno del Estado de Yucatán.

Zaruma Arias P.E., Proal Nájera J.B., Chaires Hernández I., Salas Ayala H.I. (2018). Los colorantes textiles industriales y tratamientos óptimos de sus efluentes de agua residual: Una breve revisión. Revista de la Facultad de Ciencias Químicas, 19, 38-47.

Synthesis of membranes with resistance to biofouling for water treatment

F. Gamboa-Lopez[1], S. Pérez-Sicairos[1], J. I. de León-Ramírez[2], V. A. Reyes-Villegas[2]. M. I. Salazar-Gastélum[1], Luis J. Salazar-Gastélum[3], D. S. Vasquez-Ambris[1]

[1]Tecnológico Nacional de México/IT Tijuana/CGIQ, Blvd. Industrial, S/N, Mesa de Otay, Tijuana, BC C.P. 22500.

[2] Universidad Autónoma de Baja California/Facultad de Ciencias Químicas e Ingeniería, B.C. Mexico.

[3]Facultad de Ingeniería, Universidad Autónoma de Querétaro, Querétaro, C.P. 76140.

* E-mail: sergio.perez@tectijuana.edu.mx

Palabras clave: Bioincrustación; Membranas; Nanopartículas de plata; Nanofiltración; Nanocompuesto polimérico.

Introducción

El crecimiento industrial ha propiciado la contaminación de cuerpos de agua debido a la descarga de desechos tóxicos y no biodegradables, lo cual ha favorecido el desarrollo de tecnologías ambientalmente compatibles y eficientes para la remoción de contaminantes (Cevallos *et al*., 2022). La nanotecnología es una herramienta importante en el tratamiento de agua, un ejemplo son las nanopartículas metálicas. La incorporación de nanopartículas de plata (NPs Ag) en membranas puede reducir el bioensuciamiento, mejorando la eficiencia del tratamiento de aguas residuales (Lin *et al*., 2022). Las propiedades antimicrobianas de la Ag pueden prevenir la adhesión de bacterias en las membranas, lo que puede prolongar su vida útil (Yin *et al*., 2013). En este trabajo se prepararon y caracterizaron membranas de nanofiltración (NF) mediante la incorporación *in situ* de nanopartículas de plata (NPs Ag) en matrices poliméricas, empleando diferentes estrategias de síntesis y condiciones de reacción, incluyendo tiempos de reacción de 1 y 5 min. Posteriormente, se evaluó de manera sistemática el efecto de estas modificaciones sobre las propiedades fisicoquímicas de las membranas, incluyendo su morfología, estabilidad térmica y química, así como sus propiedades funcionales, tales como el flujo de permeado, el rechazo de contaminantes y la resistencia al bioensuciamiento. Además, se determinó su capacidad para inhibir el crecimiento de las bacterias *Escherichia coli* (*E. coli*), *Enterococcus faecalis* (*E. faecalis*) y *Streptococcus mutans* (*S. mutans*).

Materiales y Métodos

Las membranas porosas de soporte se prepararon mediante inversión de fases, a partir de una solución de polisulfona (PS) disuelta en *N*-metil-2-pirrolidona y otra solución se elaboró adicionando $AgNO_3$. Las membranas de PS con $AgNO_3$ se pusieron en contacto con $NaBH_4$, lo que condujo a la reducción de la plata dentro de la membrana, formando NPs Ag en la matriz polimérica. Las membranas de NF se prepararon vía polimerización en interfase entre una solución de tricloruro de mesoilo, en hexano, y una solución acuosa de piperazina y alcohol polivinílico. Se tomó una membrana de PS, se impregnó con la solución acuosa y se colocó en una cámara de reacción, se agregó la solución de TMC y se dejó reaccionar por 1 min. Después se drenó el exceso de TMC, se dejó secar con N_2 y se le dio una etapa de curado a 70 °C durante 10 min en una estufa.

Para la fabricación de las membranas con técnicas *in situ* se empleó la misma membrana de ultrafiltración de polisulfona preparada por inversión de fases, se elaboraron dos membranas de NF con nanopartículas de Ag sintetizadas *in situ*. Se preparó una solución acuosa base de PVA, NaOH y piperazina, dos soluciones diferentes de $AgNO_3$ (una en agua y otra en etanol) y una solución de TMC en hexano. La membrana 1 se preparó impregnando la membrana de PS con la solución acuosa de $AgNO_3$, después se aplicó la solución acuosa de PVA-piperazina, se adicionó la solución de TMC y se dejó reaccionar por 1 min, y se prosiguió como se describió previamente. El mismo procedimiento se siguió para la membrana 2, solo que se utilizó la solución de $AgNO_3$ en etanol. Se prepararon así dos membranas de NF con NPs de Ag *in situ* mediante técnicas diferentes. Todas las membranas se caracterizaron mediante TGA, AFM y se evaluó la permeabilidad de agua pura (PWP), remoción de sal (Na_2SO_4, 1000 ppm), así como la capacidad antibacteriana con un ensayo de crecimiento de bacterias *E. Coli, S. Mutans* y *E. Faecalis*.

Resultados y Discusiones

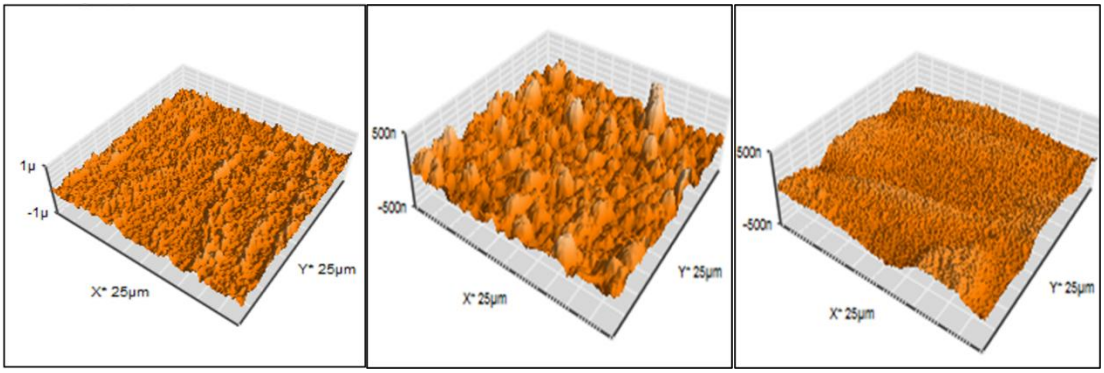
Las membranas de PS presentaron los mayores valores de PWP y muy baja remoción de sal, consistente con su alta porosidad (Tabla 1). Las membranas de NF mostraron alto rechazo de sal, lo cual es consistente con este tipo de membranas, debido a la densa en la superficie, así como a grupos funcionales en la superficie, tipo ácidos carboxílicos, formados durante la formación de la poliamida a partir de la hidrólisis de grupos cloruro de acilo del TMC. La

membrana NF modificada con NPs Ag, preparada con la solución de $AgNO_3$ en etanol, presentó un incremento en el PWP (1.43 ml/min), respecto a la membrana NF blanco (1.07 ml/min), mientras que la membrana preparada con la solución acuosa mantuvo un ligero incremento en el porcentaje de remoción (95.8 %). Las membranas PS con NPs de Ag presentaron variaciones moderadas en ambos parámetros.

Tabla 1. Prueba de permeación y remoción de sales.

Membranas	**PWP**	**% Remoción**
PS	23.2 ml/min	5.9 %
PS NPs Ag 1 min	22.5 ml/min	6.9 %
PS NPs Ag 5 min	31.2 ml/min	4.5 %
NF Blanco	1.07 ml/min	95.8 %
NF NPs Ag 1 min	0.99 ml/min	97.1 %
NF NPs Ag 5 min	1.18 ml/min	95.9 %
NF NPs Ag *in situ* 1	1.10 ml/min	95.8 %
NF NPs Ag *in situ* 2	1.43 ml/min	96.1 %

Los análisis de AFM (Figura 1) revelaron diferencias significativas en la topografía superficial de las membranas de NF, para las áreas escaneadas de 25 µm x 25 µm. La membrana NF blanco presentó la mayor rugosidad (1.22 µm). En contraste, la membrana de NF con NPs Ag *in situ* 1 mostró una rugosidad promedio de 557.05 nm y la membrana de NF 2 presentó una rugosidad promedio más baja, con un valor de 294.89 nm, resultando en una superficie más lisa y uniforme.



(A) (B) (C)

Figura 1. Micrografías de AFM de las membranas de NF: A) NF blanco, B) NF NPs Ag *in situ* 1, C) NF NPs Ag *in situ* 2.

Las membranas sin NPs Ag muestran un crecimiento bacteriano moderado (mayor en *S. mutans* que en *E. coli*, Figura 2), lo que sugiere que la membrana UF carece de actividad antibacteriana. La membrana de PS con NPs Ag (1 min) mostró inhibición moderada hacia *S. mutans* y escaso efecto sobre E. coli; en la membrana de PS con NPs Ag (5 min) la inhibición sobre *S. mutans* aumentó, pero siguió siendo limitada contra *E. coli*. En contraste, la membrana de NF con NPs Ag (1 min) inhibió casi totalmente *S. mutans* y de forma significativa *E. coli*, en tanto que la membrana de NF con NPs Ag (5 min) mostró mayor inhibición sobre *S. mutans*, aunque contra *E. coli* mantuvo resistencia persistente.

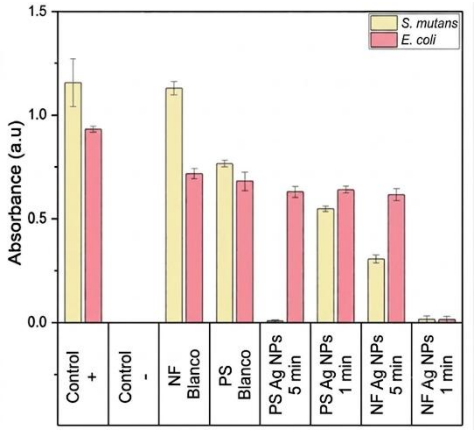


Figura 2. Gráfico de inhibición de cultivo bacteriano de las membranas de PS y NF, con y sin dopado.

El ensayo metabólico con resazurina (Figura 3), monitoreado por fluorescencia a Ex/Em 560/590 nm, permitió evaluar la actividad antibacteriana de las membranas. Valores elevados de fluorescencia relativa (RFU) se correlacionaron con mayor viabilidad bacteriana, mientras

que su disminución indicó inhibición del crecimiento. Frente a *E. coli*, el control positivo presentó los valores más altos de fluorescencia. Las membranas con NPs Ag *in situ* mostraron una reducción significativa, con respecto al control y a la membrana de NF blanco, destacando la membrana de NF 1 por presentar los menores valores de actividad metabólica. Una tendencia similar se observó frente a *E. faecalis*, donde la membrana NF 1 evidenció la mayor capacidad inhibitoria, en comparación con la membrana de NF 2. Estos resultados confirman el efecto bacteriostático de las NPs Ag y una ruta de síntesis *in situ* aparentemente más favorable en la membrana de NF 1.

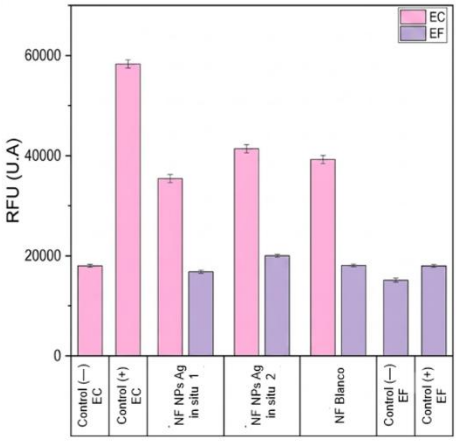


Figura 3. Gráfico de rezasurina de cultivo bacteriano en membranas de NF sin y con dopado *in situ.*

Conclusiones

Los resultados de la presente investigación confirman que las membranas de NF modificadas mediante la síntesis *in situ* de nanopartículas de plata mejoraron de manera simultánea su desempeño hidráulico, la capacidad de rechazo de sal y la actividad antibacteriana. La formulación de la membrana NF 2 destacó al alcanzar el mayor flujo de permeado, de 1.43 ml/min, y un rechazo de Na_2SO_4 del 96.05 %, superando claramente a la membrana blanco. Los análisis por microscopía de fuerza atómica (AFM) reveló una reducción significativa de la rugosidad superficial, alcanzando 294.89 nm en la membrana de NF 2. En los ensayos de actividad antibacteriana, la membrana exhibió la mayor inhibición del crecimiento y del metabolismo bacteriano frente a *E. coli, S. mutans* y *E. faecalis,* según los resultados de resazurina y densidad óptica. En conjunto, las membranas modificadas lograron un excelente balance entre permeabilidad, selectividad y propiedades antimicrobianas, validando la

viabilidad del método de síntesis *in situ* para el desarrollo de membranas multifuncionales orientadas al control del biofouling en sistemas de tratamiento de agua.

Referencias

Cevallos-Mendoza, J.; Amorim, C. G.; Rodríguez-Díaz, J. M.; Montenegro, M. (2022).*Removal of Contaminants from Water by Membrane Filtration*, Review. Membranes, Vol. 12, No. 6, p.570.

Lin, P.F.; Lan, H.L.; Chen, K.; Ma, X.P.; Wei, B.X.; Wang, M.; Li, P.; Hou, Y.F.; Niu, Q.J. (2022). *Novel high-flux positively charged aliphatic polyamide nanofiltration membrane for selective removal of heavy metals*, Sep. Purif. Technol, Vol. 280, No. 11949, p. 280.

Yin, J.; Yang, Y.; Hu, Z.; Deng, B. (2013). *Attachment of silver nanoparticles (Ag NPs) onto thin-film composite (TFC) membranes through covalent bonding to reduce membrane biofouling*, J. Membr. Sci, Vol. X, No. 441, p. 73–82

DESEMPEÑO E IMPACTO AMBIENTAL DE MEMBRANAS DE FIBRA HUECA DE RESIDUOS DE POLICARBONATO

F. J. Zapata Catzin[1], J. Sacramento Rivero[2], M. Huhn.Ibarra[1], M. Yam-Cervantes[1], W. Herrera Kao[1], R. Sulub Sulub[1], G. A. Fimbres Weihs[3], M. O. González Díaz [1*]

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

[2] Universidad Autónoma de Yucatán (UADY), Periférico Norte, Km 33.5. Tablaje Catastral 13615, Chuburná de Hidalgo Inn, Mérida, 97203, Yucatán, México.

[3] School of Chemical Engineering, The University of New South Wales, Sydney, NSW 2052, Australia

* E-mail: maria.gonzalez@cicy.mx

Palabras clave: Membranas de fibra hueca, Negro Reactivo 5, Análisis de ciclo de vida, Policarbonato, Reciclaje.

Introducción

La contaminación en el agua, uno de nuestros recursos naturales más importantes para el desarrollo de la sociedad, puede generarse en diversos sectores, siendo la industria téxtil uno de los que más agua contaminada genera (Anjaneyulu et al., 2005). Una tecnología prometedora para el tratamiento de aguas provenientes de este sector son las membranas poliméricas de fibra hueca, las cuales han demostrado ser eficientes en la remoción de contaminantes (Kishor et al., 2021). A su vez, con el objetivo de incrementar la sostenibilidad del tratamiento y la generación de nuevos residuos, el desarrollo de membranas a partir de polímeros reciclados ha cobrado relevancia en los últimos años. Un material prometedor para la elaboración de membranas es el policarbonato de bisfenol A, el cual se puede encontrar en productos de diversa índole, como dispositivos electrónicos y contenedores de agua.

El presente trabajo evalua la fabricación de membranas de fibra hueca a partir de PC-R. Las membranas se elaboraron mediante la técnica de hilado húmedo-seco y, con el fin de mejorar su hidrofilicidad, reducir el ensuciamiento y prolongar su vida útil, se planteó el uso de PC-R modeificado por medio de una rección de sulfonación (PC-R-S) en mezclas con PC-R. Durante el trabajo se evaluó el rechazo del colorante negro reactivo 5. Finalmente, se evaluó el impacto ambiental potencial del proceso de producción a escala

industrial de las membranas mediante un análisis de ciclo de vida (ACV) comparativo de "la cuna a la puerta" siguiendo los lineamientos planteados por la norma ISO 14040:2006. Este ACV se elaboró ajustando los datos obtenidos de escala laboratorio a una escala industrial con el objetivo de obtener una primera aproximación de los impactos ambientales asociados a su producción industrial y de las estrategias utilizadas para mejorar sus propiedades de antiensuciamiento mediante la sulfonación.

Materiales y Métodos

El policarbonato reciclado (PC-R) se obtuvo de garrafones de agua, previamente sometidos a un proceso de limpieza y reducción de tamaño. La reacción de sulfonación se llevó a cabo utilizando clorosulfonato de trimetilsililo como agente sulfonante. Los materiales se caracterizaron por Espectroscopia de Infrarroja de Transformada de Fourier (FTIR), Cromatografía de Exclusión de Tamaños (SEC), Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC), y titulación volumétrica para cuantificar el grado de sulfonación (GS). Las membranas se elaboraron con el método de hilado húmedo-seco, a partir de soluciones de PC-R y una mezcla de PC-R/PC-R-S. La morfología de las membranas se se analizó con microscopia electrónica de barrido (SEM) y su hidrofilicidad con ángulo de contacto.
Se elaboraron dos lotes de membranas. En primera instancia, se elaboraron membranas de PC-R a una composición másica de solución polimérica del 22%. Por otro lado, se elaboraron membranas de mezclas de PC-R con PC-R-S en una relación 80/20 respectivamente, con una composición másica de solución polimérica del 22%. Las pruebas de rechazo se determinaron usando el colorante Negro Reactivo 5 y sus propiedades de antiensuciamiento usando una solución de proteina de albúmina de suero bovino (BSA) a 1000 ppm.
Finalmente, la evaluación ambiental consisitió en un ACV comparativo de la cuna a la puerta a escala industrial entre la membrana de PC-R (escenario A) y la membrana sulfonada (escenario B). Los datos se recolectaron a escala laboratorio y se ajustaron al flujo de referencia, el cual consistió en la producción de 3.3 m^2año de membrana de fibra hueca capaz de generar un rechazo de colorante de al menos el 90 % de un flujo de agua con 50 ppm de negro reactivo 5. Se utilizó la metodología de impacto ambiental ReCiPe 2016 de punto medio, así como la base de datos *ecoinvent 3.0 - Allocation, cut-off by*

classification – unit/system y el sofware SimaPro versión 9.2.0.2 edición *Classroom Multi User*. Para la interpretación de los resultados se realizó un análisis de sensibilidad del dato con mayor incertidumbre, siendo el consumo eléctrico.

Resultados y Discusiones

El PC-R mostró propiedades dentro del rango reportado en la literatura para el policarbonato virgen (Tabla 1), por otra parte, se observó una disminución en el peso molecular del PC-R-S como consecuencia de la degradación del material debido a la sulfonación. De igual forma se observa una disminución en su temperatura de transición vítrea (T_g), debido al incremento en el volumen libre en las cadena poliméricas tras la adición de los grupos sulfónicos (Sridhar et al., 2007).

Tabla 1. Propiedades fisicoquímicas del PC-R y PC-R-S.

Propiedad	Material		
	PC-R	PC virgen	PC-R-S
T_g (°C)	148	137 – 156 *	108
Mn (g/mol)	21,000	22,000 – 32,000**	9,500
Grado de sulfonación (%)	–	–	5.3 ± 0.4

* Recuperado de Yu et al. (2023). ** Recuperado de Kyriacos (2017).

Por otro lado, los espectros infrarrojos obtenidos para ambos materiales mostraron las bandas características del policarbonato, sin embargo, no fue posible observar las bandas características del grupo sulfónico en el PC-R-S, lo cual se atribuye al bajo grado de sulfonación del material.

Las membranas obtenidas presentaron una morfología asimétrica (**Figura 1**).

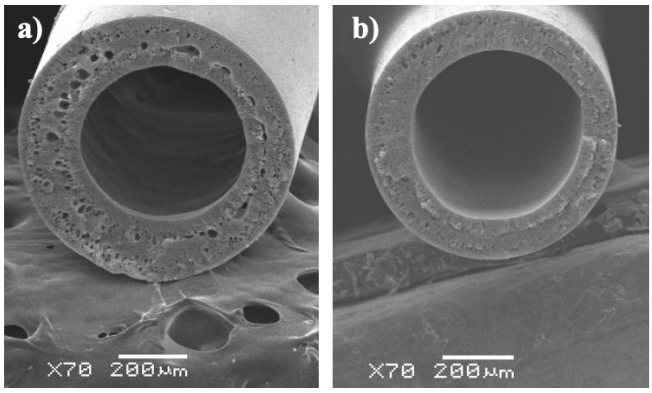


Figura 1. Membranas obtenidas de a) PC-R y b) PC-R/PC-R-S.

La membrana de PC-R presentó un ángulo de contacto de 83.6 ° mientras que la sulfonada tuvo un ángulo de contacto de 73.09 °, donde la disminución muestra un incremento en la hidrofilicidad de la membrana. Por otro lado, las membranas presentaron un incremento en su ensuciamiento reversible de un 7 a un 21%, así como un mejor desempeño en la separación del colorante negro reactivo 5 posterior a la incorporación del PC-R-S (Tabla 2).

Tabla 2. Ensuciamiento reversible y rechazo de colorante de membrana de PC-R y PC-R/PC-R-S.

Propiedad	Membrana	
	PC-R	PC-R/PC-R-S
Ensuciamiento reversible (%)	7 ± 1	21 ± 1
Rechazo de colorante (2 h/4 h)	98 ± 2 / 97 ± 2	99.4 ± 0.1 / 99.6 ± 0.7

El ACV mostró que la incorporación del material sulfonado reduce de forma significativa 12 de las 18 categorías de impacto ambiental evaluadas (Figura 2.a), donde los flujos de mayor contribución fueron el de electricidad y solvente, siendo el primero el que mayor incertidumbre tuvo en el ACV. Por otro lado, ambos procesos fueron sensibles a la variación en el flujo de electricidad (Figura 2.b).

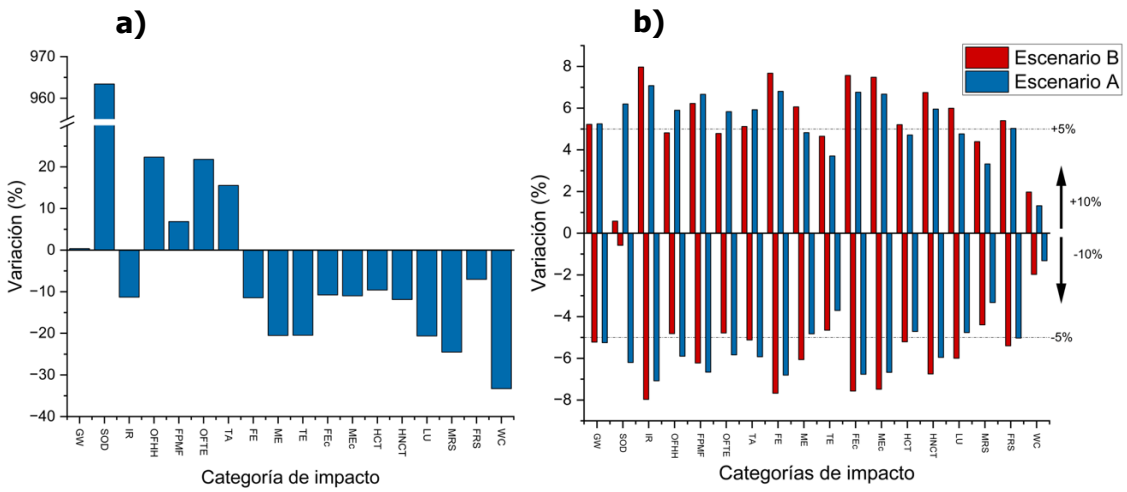


Figura 2. a) Variación porcentual de los impactos ambientales posterior a la sulfonación (escenario B) respecto al escenario A y b) Análisis de sensibilidad del flujo de electricidad de ambos escenarios.

Conclusiones

Se elaboraron membranas de fibra hueca de PC-R, y la incorporación del material sulfonado propició una mejora en el desempeño de las membranas, generando un mayor rechazo de colorante negro reactivo 5 y mejores propiedades antiensuciamiento. A su vez, la incorporación del material sulfonado genera una reducción en el impacto ambiental potencial del proceso de producción bajo las limitaciones planteadas en el ACV.

Referencias

Anjaneyulu, Y., Sreedhara Chary, N., & Samuel Suman Raj, D. (2005). Decolourization of industrial effluents - Available methods and emerging technologies - A review. Reviews in Environmental Science and Biotechnology, 4(4), 245–273. https://doi.org/10.1007/s11157-005-1246-z

Kishor, R., Purchase, D., Saratale, G. D., Saratale, R. G., Ferreira, L. F. R., Bilal, M., Chandra, R., & Bharagava, R. N. (2021). Ecotoxicological and health concerns of persistent coloring pollutants of textile industry wastewater and treatment approaches for environmental safety. Journal of Environmental Chemical Engineering, 9(2). https://doi.org/10.1016/j.jece.2020.105012

Kyriacos, D. (2017). Polycarbonates. Brydson's Plastics Materials: Eighth Edition, 457–485. https://doi.org/10.1016/B978-0-323-35824-8.00017-7

Sridhar, S., Aminabhavi, T. M., & Ramakrishna, M. (2007). Separation of binary mixtures of carbon dioxide and methane through sulfonated polycarbonate membranes. Journal of Applied Polymer Science, 105(4), 1749–1756. https://doi.org/10.1002/app.24628

Yu, E., Jan, K., & Chen, W. T. (2023). Separation and Solvent Based Material Recycling of Polycarbonate from Electronic Waste. ACS Sustainable Chemistry and Engineering, 11(34), 12759–12770. https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.3c03152

Efecto de los aditivos TEA-CSA, PVA y Fenol en membranas poliméricas de nanofiltración de presión ultra baja

A.V. Martínez Ayala[1*], S.Pérez Sicairos [2], S.W. Lin Ho[3]

[1] Instituto Tecnológico de Tijuana, Tijuana, B.C.

* E-mail: ana.martinez193@tectijuana.edu.mx

Palabras clave: nanofiltración; TEA-CSA; PVA; fenol; polimerización en interfase; membranas poliméricas)

Introducción

La nanofiltración (NF) constituye una de las tecnologías de separación más utilizadas para el tratamiento y reutilización de agua debido a su capacidad para remover iones multivalentes y compuestos orgánicos de bajo peso molecular (Mulder, 1995). Las membranas de presión ultra baja han despertado especial interés por su potencial para disminuir significativamente el consumo energético de operación. Sin embargo, mantener simultáneamente altos flujos de permeado y elevados rechazos de sales continúa siendo uno de los principales desafíos tecnológicos.

Diversos estudios han demostrado que la modificación de las soluciones monoméricas empleadas durante la polimerización en interfase puede alterar la morfología, hidrofilicidad y grado de reticulación de la capa activa de poliamida (Ahmad,*et.al.* 2005). En este trabajo se evaluó el efecto de tres aditivos: la sal de amina TEA-CSA, alcohol polivinílico (PVA) (An, *et.al.* 2011) y fenol, incorporados en la fase acuosa durante la fabricación de membranas de NF. El objetivo fue determinar su influencia sobre las propiedades fisicoquímicas y el rendimiento hidráulico de membranas de presión ultra baja.

Materiales y Métodos

Las membranas microporosas de soporte fueron preparadas previamente y utilizadas como sustrato para la formación de la capa activa mediante polimerización en interfase. La reacción se llevó a cabo utilizando piperazina (PIP) y m-fenilendiamina (MPD) como aminas en fase acuosa y cloruro de trimesoilo (TMC) como monómero en fase orgánica.

Se evaluaron diferentes concentraciones de TEA-CSA (0.0, 1.5 y 3.0 % p/v), PVA (0.25, 0.50 y 1.00 % p/v) y fenol en la solución acuosa. Las membranas obtenidas fueron caracterizadas mediante microscopía electrónica de barrido (SEM), microscopía de fuerza atómica (AFM), ángulo de contacto y pruebas de desempeño utilizando soluciones de MgSO4 y NaCl a 2000 ppm. El rendimiento se determinó mediante flujo de permeado y porcentaje de rechazo de sales.

Resultados y Discusiones

La incorporación de TEA-CSA mostró un efecto positivo sobre el desempeño de las membranas. El flujo de permeado aumentó significativamente mientras que el rechazo de MgSO4 permaneció cercano a 98 %. Este comportamiento se atribuye a que la sal de amina favorece la difusión de los monómeros durante la reacción de polimerización, además de actuar como regulador de pH y agente protector de la porosidad. Los análisis de superficie evidenciaron una mayor hidrofilicidad y una morfología más favorable para el transporte de agua, como lo muestra la figura 1.

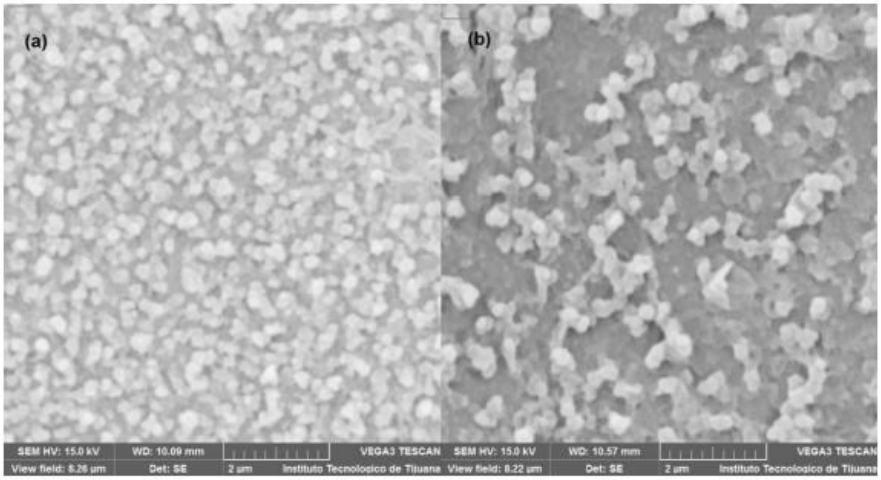


Figura 1. Imágenes SEM de superficie de membranas de NF: (a) TEA-CSA 0.0 % (p/v); (b) TEA-CSA- 3.0 % (p/v).

La adición de PVA produjo los mayores valores de flujo observados durante el estudio. La concentración de 0.25 % p/v presentó el mejor equilibrio entre permeabilidad y selectividad,

alcanzando flujos superiores a 26 GFD con rechazos de MgSO4 cercanos a 98 %. Las imágenes AFM mostraron cambios en la rugosidad superficial asociados con la concentración del aditivo (figura 2). Aunque concentraciones más elevadas incrementaron la rugosidad, también generaron una ligera disminución del flujo debido a la formación de estructuras más densas.

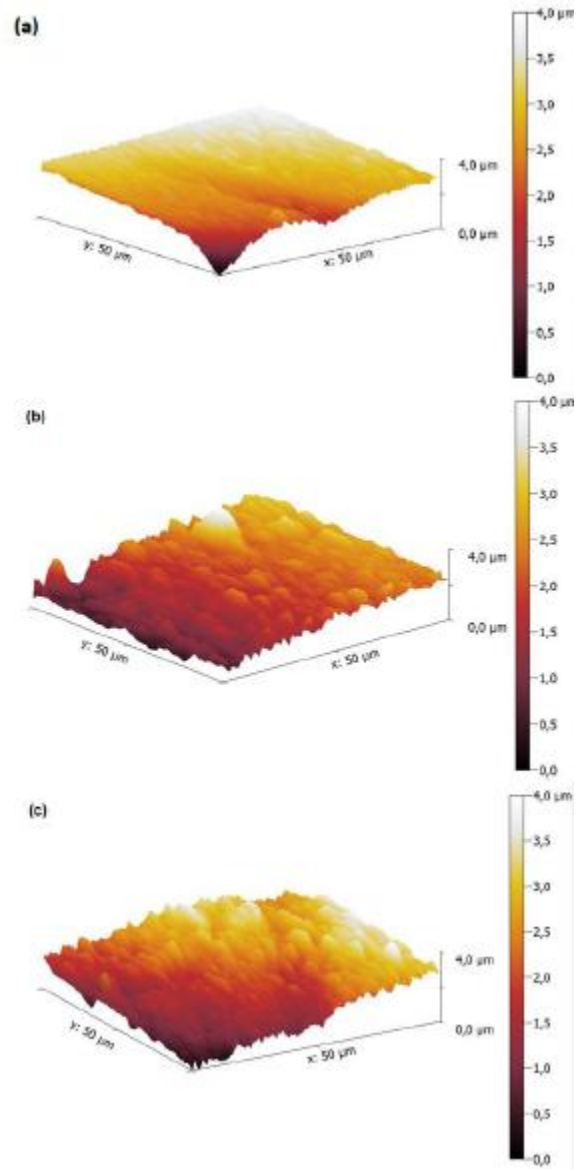


Figura 2. Imagen AFM de membranas de NF con adición de: (a) PVA 0.25 % (p/v); (b) PVA 0.5 % (p/v); (c) PVA 1.0 % (p/v).

Por otro lado, el fenol presentó un efecto menos favorable sobre el desempeño global de las

membranas. Aunque se observaron ligeras modificaciones en el flujo de permeado, los cambios en el rechazo de sales no fueron significativos. Los resultados sugieren que este aditivo no contribuye de manera importante a mejorar simultáneamente la selectividad y la permeabilidad de las membranas de nanofiltración preparadas bajo las condiciones evaluadas.

Conclusiones

Los resultados obtenidos confirman que la composición de la fase acuosa empleada durante el proceso de polimerización en interfase ejerce una influencia determinante sobre la cinética de formación, estructura y propiedades fisicoquímicas de la capa activa de poliamida, impactando directamente el desempeño de las membranas de nanofiltración (Zhang *et.al.* 2025). Entre los aditivos evaluados, TEA-CSA y PVA promovieron modificaciones favorables en la morfología y funcionalidad de la película selectiva, reflejándose en incrementos significativos de la permeabilidad hidráulica sin comprometer sustancialmente la capacidad de rechazo de sales divalentes (Zhang, *et.al.* 2026).

La incorporación de TEA-CSA favoreció la formación de una capa activa con mayor hidrofilicidad superficial y una arquitectura más adecuada para el transporte de agua, atribuible a su función como regulador de pH y agente promotor de la difusión de monómeros durante la reacción interfacial. Por su parte, la adición de PVA permitió alcanzar los mayores valores de flujo de permeado, probablemente debido a modificaciones en la estructura de la red polimérica y en las características topográficas de la superficie, manteniendo elevados niveles de selectividad hacia $MgSO_4$. En contraste, la incorporación de fenol no produjo mejoras significativas en la relación permeabilidad-selectividad, lo que sugiere una limitada contribución a la optimización de la microestructura de la capa activa bajo las condiciones experimentales estudiadas.

Referencias

Ahmad A.L., Ooi B.S. (2005). Properties-performance of thin film composite membrane: study of trimesoyl chloride content and polymerization time. *Journal of Membrane Science* **255**, 67-77.

An Q., Li F., Ji Y., Chen H. (2011). Influence of polyvinyl alcohol on the surface

morphology, separation and anti-fouling performance of the composite polyamide nanofiltration membranes. *Journal of Membrane Scienc*e **367**, 158-165..

Zhang W., Zhao S., Li H., Lai C., Zhang S., Wen W., Tang C.Y., Meng F. (2025). Lignin alkali regulated interfacial polymerization towards ultra-selective and highly permeable nanofiltration membrane. *Nature Communications* **16**, 371.

Mulder M. (1996). Basic Principles of Membrane Technology. Netherlands, Kluwer Academic Publishers.

Zhang Y., Wang X., Liu H., et al. (2026). Fabrication of high-performance thin film composite nanofiltration membrane with zwitterionic copolymer as an aqueous additive. *Journal of Membrane Science* **741**, 125.

Membranas de nanofiltración dopadas con óxido de grafeno/AgNPs, efecto sobre su desempeño

N.O. Ancheta-Salcido[1], S. Pérez-Sicairos [1*], D.S Vasquez-Ambris[1], J.I. de León-Ramírez[2], I. Cruz-Reyes[1], A. Zizumbo-López[1].

[1]Tecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Tijuana/Centro de Graduados e Investigación en Química, Blvd. Industrial, Ave. ITR Tijuana S/N, Mesa de Otay, Tijuana, B.C., C.P. 22500.

[2]Universidad Autónoma de Baja California/Facultad de Ciencias Químicas e Ingeniería.

* E-mail: sergio.perez@tectijuana.edu.mx

Palabras clave: Membranas; Nanofiltración; Grafeno; Nanopartículas; Bioensuciamiento. .

Introducción

Actualmente, la escasez de agua es uno de los problemas más críticos a nivel global, a causa de ello, diversos países de la región se han visto afectados por intensas sequías. Según la OMS, mejores condiciones de agua, saneamiento e higiene podrían salvar la vida de 1.4 millones de personas al año, y evitaría la muerte diaria de 1,000 niños menores de cinco años (WHO, 2023). La separación por membranas es una tecnología en la cual el agua a tratar se hace pasar a través de una membrana semipermeable, bajo condiciones de presión elevada, permitiendo la retención o el paso selectivo de determinadas especies presentes en la solución (Nqombolo *et al*., 2018). Las membranas de nanofiltración (NF) representan una alternativa favorable frente a las membranas de ósmosis inversa (OI), para la remoción de contaminantes orgánicos y ciertos iones, debido a que pueden alcanzar desempeños comparables con menores requerimientos de presión y consumo energético (Alhussaini *et al*., 2024). No obstante, el bioensuciamiento continúa siendo una limitación importante. En este contexto, el óxido de grafeno (OG) ha demostrado potencial para mejorar la hidrofilicidad de las membranas, debido a los grupos funcionales presentes en su superficie (Kim *et al*., 2013), mientras que la incorporación de nanopartículas de plata (AgNPs) puede incrementar el rechazo de sales y conferir propiedades antibacterianas (Yang *et al*., 2020; Wang *et al.*, 2023). En este trabajo se prepararon membranas de NF, sobre soporte de polisulfona (PS), dopadas con OG-AgNPs, con el fin de mejorar la hidrofilicidad, el rechazo de sales y la

capacidad para la inhibición del crecimiento bacteriano, que se relaciona con el bioensuciamiento.

Materiales y Métodos

Las membranas se prepararon mediante polimerización en interfase incorporando OG-AgNPs en la fase acuosa. El OG se sintetizó por el método de Hummers modificado y la funcionalización con AgNPs se realizó mediante reducción química de de $AgNO_3$ con $NaBH_4$. Las membranas se caracterizaron por FTIR, TGA y AFM. El desempeño de las membranas se evaluó mediante PWP, rechazo de sales e inhibición bacteriana frente a *E. coli* y *E. faecali*.

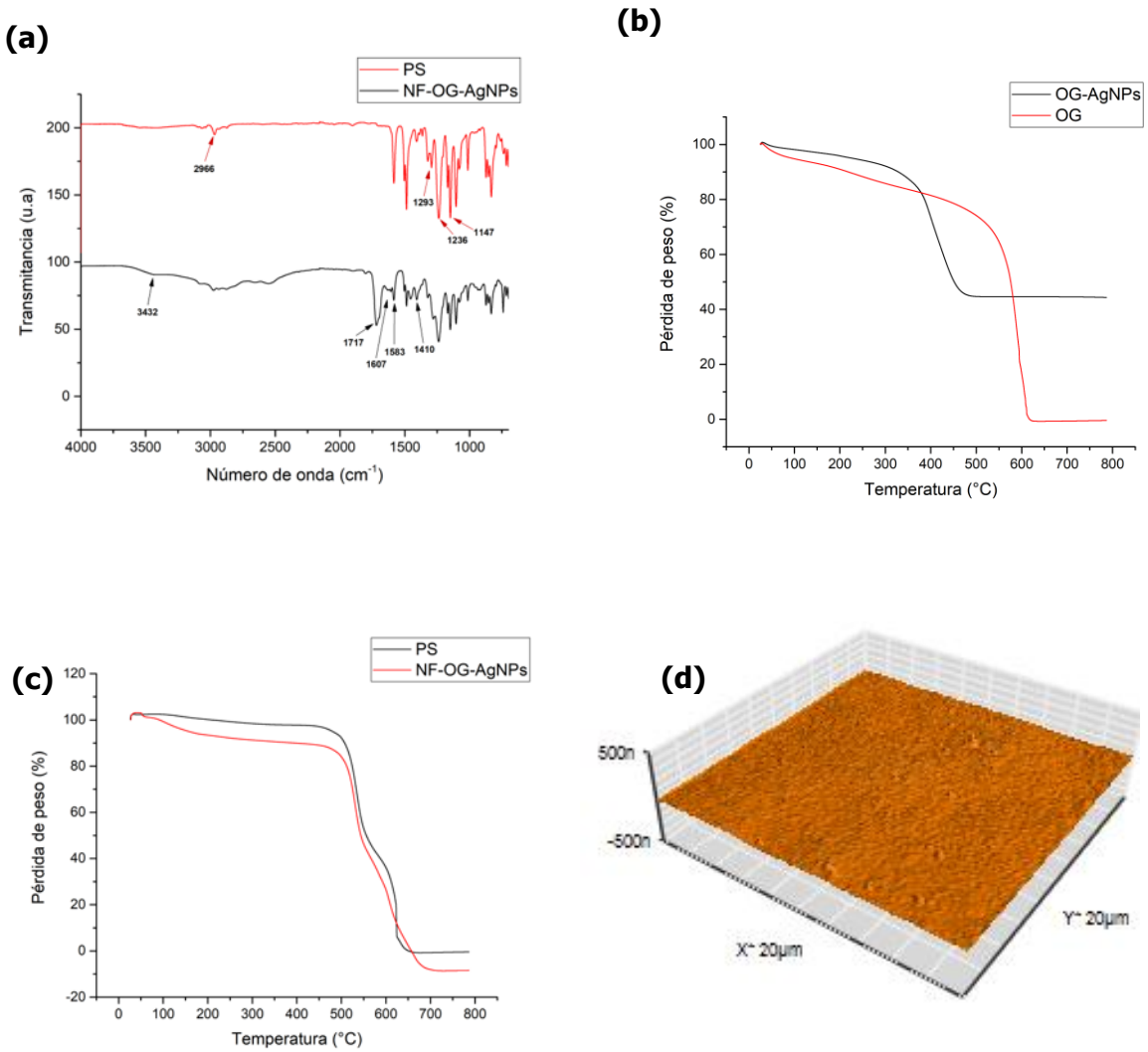
Resultados y Discusiones

El espectro FTIR de la membrana NF-OG-AgNPs muestra dos bandas en 1583 y 1607 cm^{-1}, atribuidas a las vibraciones de estiramiento (amida I) y C=C del esqueleto aromático del OG y de la poliamida, respectivamente. La banda localizada en 1717 cm^{-1} se atribuye al estiramiento C=O (grupo carbonilo) de la poliamida, mientras que la señal en 1410 cm^{-1} corresponde a vibraciones simétricas de grupos carboxilato ($-COO^-$), indicando interacción entre el OG y las AgNPs. Por otro lado, la banda ancha en 3432 cm^{-1} se atribuye al estiramiento O-H asociado a grupos hidróxilo y agua adsorbida (Abadikhah *et al*., 2019; Yang *et al*., 2020).

El espectro de la membrana de PS muestra una señal en 2966 cm^{-1}, correspondiente al estiramiento C-H; otra en 1293 cm^{-1}, atribuido al estiramiento C-O-C; y un pico en 1147 cm^{-1}, asociado al estiramiento simétrico S=O (Fig. 1a)(Kumar *et al*., 2013).

Los resultados de TGA para el OG y el OG-AgNPs, muestran una pérdida de masa pronunciada de entre 381–498 °C, relacionada con la descomposición térmica del OG. Posteriormente, a partir de 498 °C, se observa un residuo cercano al 45% de la masa inicial, atribuido a la presencia de plata residual en forma oxidada (Fig. 1b). La membrana de PS presentó una degradación térmica principal a 623 °C, mientras que la membrana NF-OG-AgNPs exhibió un comportamiento multietapa con máximos de degradación a 528 °C y 607 °C (Fig. 1c).

El análisis de AFM de la membrana de PS revela una superficie con rugosidad promedio (S_a) de 7.48 nm, mientras que la membrana NF dopada presenta un S_a de 21.65 nm, este cambio de S_a se atribuye a la incorporación del OG-AgNPs en la capa de poliamida (Fig. 1d-e). En ambos casos, el área analizada fue 20x20 µm.



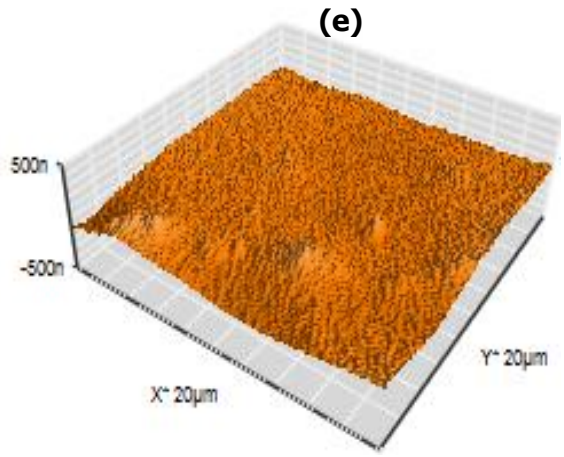


Figura 1. Caracterización de los nanomateriales y membranas: **(a)** FTIR de PS y NF-OG-AgNPs; **(b)** TGA de OG y OG-AgNPs; **(c)** TGA de PS y NG-OG-AgNPs; **(d-e)** imágenes AFM de PS y NF-OG-AgNPs, respectivamente, (20x20 µm).

Los resultados de PWP y remoción de sales de ambas membranas se muestran en la Tabla 1. Como es de esperarse, la membrana porosa de PS presenta un valor mayor de PWP, con respecto a la membrana de NF dopada, evidenciando una estructura porosa, en tanto que la remoción de sal presenta un porcentaje mucho menor que la membrana de NF dopada, debido a la estructura porosa poco selectiva. Este comportamiento es característico de las membranas de NF, donde la disminución de la permeabilidad al agua se acompaña de un aumento significativo en la selectividad, debido a la formación de la capa activa de NF.

Tabla 1. Resultados de pruebas de permeabilidad de agua pura y remoción de sales.

Membrana	**PWP**	**% Remoción Na_2SO_4**
PS	138.10 $L \cdot m^{-2} \cdot bar^{-1} \cdot h^{-1}$	15.01 %
NF-OG-AgNPs	2.60 $L \cdot m^{-2} \cdot bar^{-1} \cdot h^{-1}$	91.20 %

La incorporación de AgNPs en la membrana de NF produjo una disminución de la absorbancia asociada a *E. coli*, pasando de aproximadamente 0.49 a 0.41 U.A. Esta reducción podría deberse a que el material posee actividad antimicrobiana frente a bacterias Gram negativas. El efecto observado podría relacionarse con la interacción de las AgNPs con la

membrana externa rica en lipopolisacáridos característica de *E. coli*, provocando alteraciones en la permeabilidad celular y afectando procesos metabólicos esenciales.

Por otra parte, *E. faecalis* mostró valores de absorbancia similares entre el control positivo y la membrana NF-OG-AgNPs (≈0.17 y ≈0.16 U.A., respectivamente), indicando una menor susceptibilidad al tratamiento. Este comportamiento es consistente con la elevada resistencia intrínseca de *E. faecalis*, una bacteria Gram positiva que posee una gruesa capa de peptidoglicano y mecanismos de adaptación que le permiten sobrevivir en ambientes hostiles. Además, esta especie es ampliamente reconocida por su capacidad para formar biopelículas y tolerar diversos agentes antimicrobianos (Fig. 2).

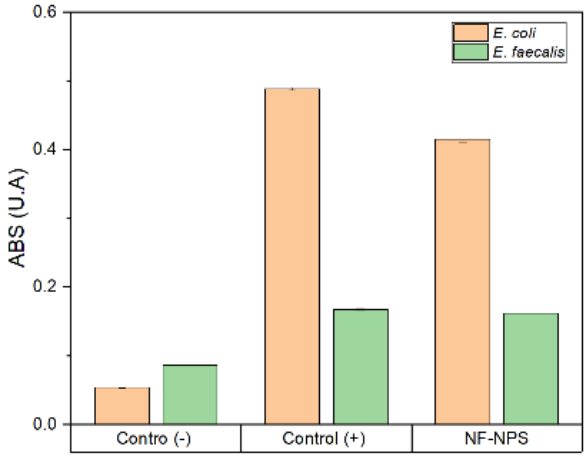


Figura 2. Gráfico de inhibición de cultivo bacteriano de la membrana NF-OG-AgNPs.

Conclusiones

Se prepararon exitosamente membranas de NF sobre soporte de PS incorporando nanocompuestos de OG-AgNPs mediante polimerización en interfase. Las caracterizaciones por FTIR, TGA y AFM confirmaron la formación de la capa activa de poliamida y la incorporación del nanocompuesto, la cual modificó la morfología superficial y el comportamiento térmico de las membranas.

La incorporación de OG-AgNPs permitió obtener una membrana de NF con un desempeño característico de nanofiltración, incrementando el rechazo de Na_2SO_4 de 15.01% a 91.20%, aunque con una disminución de la permeabilidad al agua, atribuida a la formación de una capa densa más selectiva.

La membrana NF-OG-AgNPs mostró inhibición bacteriana frente a *E. coli*, evidenciada por

la disminución de la absorbancia del cultivo, mientras que no se observaron diferencias significativas frente a *E. faecalis*, lo que indica una mayor eficacia contra bacterias Gram negativas.

Los resultados obtenidos muestran que la incorporación de OG-AgNPs es una alternativa viable para modificar membranas de NF, mejorando su selectividad y aportando actividad antibacteriana sin comprometer las características propias de este tipo de membranas. Los autores agradecen al TecNM por el apoyo otorgado a través del proyecto 25136.26-P.

Referencias

1. Abadikhah H., Naderia Kalali E., Khodi S., Xu X., Agathopoulos S. (2019). *Multifunctional Thin-Film Nanofiltration Mmebrane Incorporated with Reduced Graphene Oxide@TiO2@Ag Nanocomposites for High Desalination Performance, Dye Retention, and Antibacterial Properties*, ACS Applied Materials & Interfaces **11**, 23535–23545.
2. Alhussaini M.A., Souza-Chaves B.M., Felix V., Achilli A. (2024). *Comparative Analysis of Reverse Osmosis and Nanofiltration for the Removal of Dissolved Contaminants in Water Reuse Applications*, Desalination **586**, 11782.
3. Kim S. G., Hyeon D. H., Chun J. H., Chun B.-H.; Kim S. H. *Novel Thin Nanocomposite RO Membranes for Chlorine Resistance*, Desalin. Water Treat. **2013**, *51*, 6338–6345.
4. Kumar R., Isloor A.M., Ismail A.F., Rashid S.A., Matsuura T. (2013). *Polysulfone-Chitosan blend ultrafiltration:preparation, characterization, permeation and antifouling properties*, RSC Advances **3**, 7855–7861.
5. Nqombolo A., Mpupa, A., Moutloali R. M., Nomngongo, P. N. En: *Wastewater and water quality;* Yonar, T., Ed.; IntechOpen: Inglaterra, **2018;** Vol. 29, Capítulo 2, pp 30–40.
6. Wang Z.; Feng G.; Yan Z.; Li S.; Xu M.; Wang C.; Li Y. *Improving the Hydrophilicity and Antifouling Performance of PVDF Membranes via PEI Amination and Further Poly (Methyl Vinyl Ether-Alt-Maleic Anhydride) Modification*, *React. Funct. Polym.* **2023**, *189*, 105610.
7. World Health Organization. Cibercita. En: World Health Organization (WHO). Página virtual https://www.who.int/news/item/28-06-2023-improving-access-to-water--

sanitation-and-hygiene-can-save-1.4-million-lives-per-year--says-new-who-report, 28 de junio de 2023. Fecha de acceso: 05 de febrero de 2026.

8. Yang K., Huang L.J., Wang Y.X., Du Y.C., Zhang Z.J., Wang Y., Kipper M.J., Belfiores L.A., Tang J.G. (2020). *Graphene Oxide Nanofiltration Membranes Containing Silver Nanoparticles: Tuning Separation Efficiency via Nanoparticle Size*, Nanomaterials **10**, 454.

Síntesis de membranas dopadas con NTC para sistemas VRFB

D.S. Vasquez Ambris[1], L.J. Salazar Gastélum [2], M. Beltrán Gastélum[1], S. Pérez Sicairos[1]*

[1]Tecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Tijuana, Blvd. Industrial, Ave. ITR. Tijuana S/N, Mesa de Otay, Tijuana, B.C., C.P. 22500

[2] Facultad de Ingeniería, División de Investigación y Posgrado, Universidad Autónoma de Querétaro, Querétaro.

* E-mail: sergio.perez@tectijuana.edu.mx

Palabras clave: Membranas; Nafion; PEM; SPEES; NTC; VRFB..

Introducción

La creciente demanda energética mundial y la necesidad de reducir la dependencia de combustibles fósiles vuelve imperativa la transición hacia fuentes energéticas renovables (Hosseiny y Wessling, 2011). Sin embargo, su naturaleza intermitente limita su uso. Ante ello, los dispositivos de almacenamiento de energía electroquímica se posicionan como una excelente opción. Entre estas tecnologías una de las más utilizadas son las Baterías de Flujo Redox todo Vanadio (VRFB) que utiliza especies de vanadio en cuatro estados de oxidación separadas por una membrana de intercambio iónico, comúnmente de intercambio protónico (PEM). Al utilizar el mismo elemento, se reduce el efecto de contaminación irreversible por el cruzamiento de especies activas (Cha, 2015). Actualmente, el Nafion® es el ionómero más utilizado en PEM, por su alta capacidad de intercambio iónico (IEC) y por su estabilidad fisicoquímica. No obstante, su costo alto limita su aplicación a gran escala. En este trabajo se sintetizaron PEM compuestas a partir de polisulfona (PS), poliéter éter sulfona sulfonada (SPEES), Nafion® NR50 y nanotubos de carbono funcionalizados (NTC), con el propósito de reducir el contenido de ionómero perfluorado sin comprometer la eficiencia de la membrana, así como de reducir el cruzamiento de vanadio.

Materiales y Métodos

Se preparó una solución de Nafion® NR50 y mezcla de alcoholes, en un reactor hidrotermal a 200 °C durante 12 horas. Por otra parte, la PS y el SPEES se disolvieron en *N*-metil-2-

pirrolidona utilizando un rodillo de botellas; en esta misma etapa, se dispersaron nanotubos de carbono (NTC) mediante ultrasonido durante 1 hora. Finalmente, ambas soluciones se incorporaron, por agitación a 70 °C, lentamente hasta homogeneizar.

La elaboración de las membranas se llevó a cabo mediante el método "Doctor Blade" utilizando una navaja de moldeo calibrada con *gap* de 20 x 10^{-3} pulgadas. Posteriormente, las membranas se sometieron a evaporación controlada en una estufa a 40 °C durante 24 horas. Esta metodología se empleó para preparar cuatro membranas con diferentes concentraciones de SPEES, PS y Nafion®. Adicionalmente, se fabricaron membranas análogas incorporando cierta cantidad de NTC. Las membranas se evaluaron mediante pruebas de absorción de agua (WU), capacidad de intercambio iónico (IEC) y permeado de vanadio. Además, se caracterizaron por análisis termogravimétrico (TGA), microscopía electrónica de barrido (SEM), espectroscopía infrarroja (FTIR) y microscopía de fuerza atómica (AFM).

Resultados y Discusiones

De acuerdo con el análisis TGA (figura 1), todas las membranas exhiben una ligera pérdida de masa a una temperatura aproximada de 194 °C la cual puede atribuirse a la eliminación de solventes residuales (agua, etanol, NMP). La segunda pérdida de masa se da a 363 °C en esta temperatura, la pérdida de masa puede atribuirse a la degradación de los grupos sulfónicos ($-SO_3H$) presentes en el SPEES y el Nafion® NR50. Finalmente, la pérdida más significativa ocurre alrededor de los 500 °C donde comienza la degradación de las cadenas poliméricas del Nafion® NR50 y del SPEES.

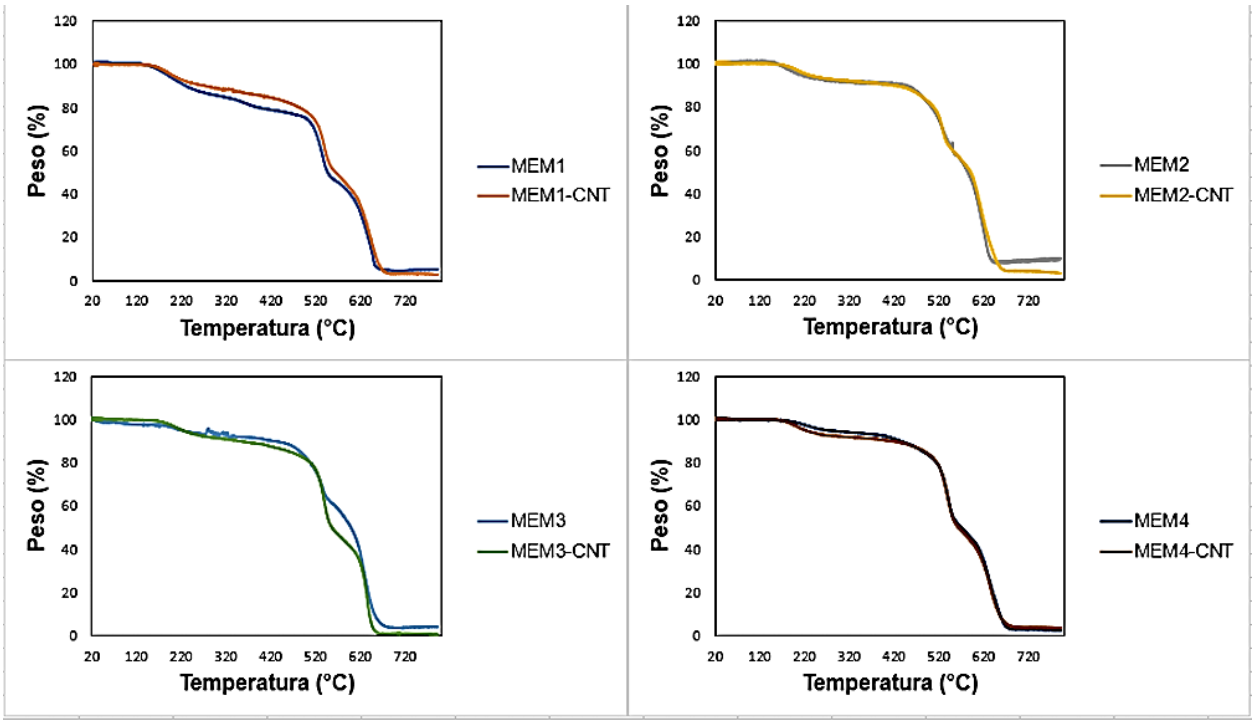


Figura 1. Termograma de las membranas compuestas.

Por otro lado, la espectroscopía FTIR (figura 2) sugiere que las membranas tienen composición homogénea, ya que todas presentaron señales características de los grupos funcionales de los polímeros presentes, como la banda de estiramiento alrededor de los 3000 cm^{-1}, atribuida a los enlaces de hidrógeno presentes por los grupos sulfónicos ($-SO_3H$), así como la banda de estiramiento S-O de los grupos sulfona ($-SO_2$) en 1150 cm^{-1}, y las bandas de estiramiento asimétrico correspondientes a los enlaces fluorocarbonados ($-CF_2$) en 1250 cm^{-1}.

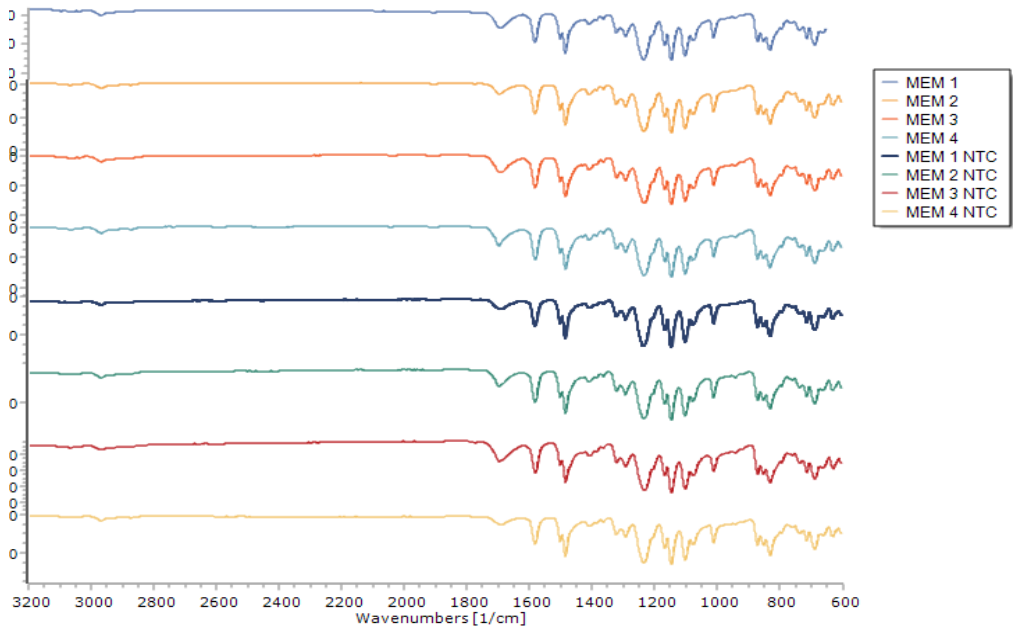


Figura 2. Espectro de absorción de las membranas compuestas FTIR.

Mientras tanto, los resultados de las pruebas de absorción de agua (WU) y capacidad de intercambio iónico, presentados en la Tabla 1, indican una relación directamente proporcional entre ambos. Tanto en las membranas MEM 1-4 como en MEM 1-4 NTC, al incrementar el % Nafión y el contenido de NTC incrementa el valor de IEC. Este incremento se debe al aumento del número de hidratación, lo que facilita el transporte de protones por el mecanismo de Grotthuss.

Tabla 1. Resultados de las pruebas WU e IEC para las membranas compuestas.

Membrana	**PS (%)**	**SPEES (%)**	**Nafion (%)**	**WU (%)**	**IEC (meq/g)**
MEM 1	16	1	1	20.8	0.7
MEM 2	15	1.5	1.5	21.5	1.2
MEM 3	15	2	1	22.1	1
MEM 4	15	1	2	22.5	1.4
MEM 1 NTC	16	1	1	19.3	1.2
MEM 2 NTC	15	1.5	1.5	20.3	1.6
MEM 3 NTC	15	2	1	21.4	1.4
MEM 4 NTC	15	1	2	21.7	1.9

Por su parte, la prueba de permeabilidad de los iones de vanadio se realizó para las 8 membranas, mediante UV-Vis. Las tomas se realizaron cada 10 min las primeras dos horas, cada 15 min las siguientes dos… Durante un tiempo de 12 horas y dos últimos análisis a las 23 y 24 horas.

A lo largo de la caracterización, los espectros obtenidos mediante espectroscopía UV-Vis no mostraron señales asociadas al entrecruzamiento del ión vanadio, ya que las absorbancias obtenidas se mantuvieron cercanas al cero con variaciones de 0.0015 UA atribuidas a interferencias instrumentales. Este resultado indica un efecto positivo por parte de la estructura densa y la selectividad de la membrana, lo cual es un aspecto crucial para mantener la eficiencia en los dispositivos de conversión de energía química.

Finalmente, los resultados rescatados de AFM (Tabla 2) presentan valores de rugosidad media Sa y rugosidad aritmética Sq comparables a las presentes en las membranas comerciales. El incremento de la rugosidad de la MEM 2 NTC se debe a los NTC expuestos sobre su superficie dificultaron la medición, por lo que se midió en una escala mayor (100 µm contra 5 µm).

Tabla 2. Valores de rugosidad obtenidos mediante AFM, de las membranas compuestas.

Membrana	**PS (%)**	**SPEES (%)**	**Nafion (%)**	**Sa (nm)**	**Sq (nm)**
MEM 1	16	1	1	10.7	16.1
MEM 2	15	1.5	1.5	7.2	9.9
MEM 3	15	2	1	9.7	11.9
MEM 4	15	1	2	3.4	4.4
MEM 1 NTC	16	1	1	10	14.3
MEM 2 NTC	15	1.5	1.5	178	236
MEM 3 NTC	15	2	1	8.7	14.3
MEM 4 NTC	15	1	2	9.9	12.6

Conclusiones

Las membranas MEM 4 y MEM 4 NTC exhiben los mejores resultados en capacidad de absorción de agua (WU), capacidad de intercambio iónico (IEC) y son las que presentan una rugosidad superficial más baja, lo que evidencia el efecto sinérgico del Nafion® y de los NTC. Este resultado se atribuye al aumento de grupos hidrofílicos presentes en la membrana, por el aumento del contenido de Nafion®, así como a la hidrofilicidad de los NTC, lo que mejora el transporte protónico a través de la membrana.

Referencias

Cha S.H. (2015). *Recent development of nanocomposite membranes for vanadium redox flow batteries*, Journal of Nanomaterials **2015**, 207525.

Hosseiny S.S., Wessling M. (2011). *Ion Exchange Membranes for Vanadium Redox Flow Batteries*. En: Basile A., Nunes S.P. (Eds.), Advanced Membrane Science and Technology for Sustainable Energy and Environmental Applications. Cambridge, Woodhead Publishing, 413-434.

Membranas densas de PVDF/Nafion dopadas con óxido de grafeno para baterías de flujo

S.N. Pérez-Bustamante[1], S. Pérez-Sicairos[1*], D.S. Vasquez-Ambriz[1]

[1]Tecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Tijuana/Centro de Graduados e Investigación en Química, Blvd. Industrial, Ave. ITR Tijuana S/N, Mesa de Otay, Tijuana, B.C., C.P. 22500

* E-mail: sergio.perez@tectijuana.edu.mx

Palabras clave: Membranas; óxido de grafeno; baterías de flujo; PVDF; Nafion® NR50.

Introducción

Las baterías de flujo redox de vanadio (VRFB) se consideran una de las tecnologías más prometedoras para el almacenamiento estacionario de energía debido a su larga vida útil, rápida respuesta operativa y flexibilidad de diseño, características que favorecen su integración con fuentes renovables de energía. En estos sistemas, la membrana de intercambio iónico desempeña un papel fundamental al separar los electrolitos positivo y negativo, permitiendo simultáneamente el transporte de protones necesario para completar el circuito eléctrico (Kardi *et al*., 2019). Las membranas de Nafion son ampliamente utilizadas en baterías de flujo debido a su elevada conductividad protónica y excelente estabilidad química y mecánica. Sin embargo, presentan limitaciones asociadas al elevado costo y a la permeabilidad de especies de vanadio, lo que puede afectar la eficiencia del sistema. En este contexto, el óxido de grafeno (OG) ha despertado interés como material modificador de membranas debido a su estructura bidimensional laminar y a la presencia de grupos funcionales oxigenados, los cuales pueden influir en las propiedades de transporte y selectividad de la membrana (Lee & Chu, 2014).

El presente trabajo tiene como objetivo preparar y caracterizar membranas densas de PVDF/Nafion dopadas con óxido de grafeno para evaluar su potencial aplicación en baterías de flujo redox de vanadio.

Materiales y Métodos

La membrana se preparó mediante evaporación controlada a partir de una solución

polimérica de PVDF y Nafion® NR50 disueltos en NMP, adicionando óxido de grafeno. La membrana se fabricó mediante Doctor Blade, con un *gap* de 0.508 mm. La membrana se caracterizó mediante espectroscopía de infrarrojo (FTIR), análisis termogravimétrico (TGA) y microscopía de fuerza atómica (AFM). El desempeño de la membrana se evaluó mediante una prueba de intercambio de iones de vanadio, a partir de una solución 0.1 M de sulfato de vanadilo y una de sulfato de magnesio 0.1 M, ambas en ácido sulfúrico 2.0 M. La concentración de iones vanadilo se midió mediante espectrometría de UV-Vis (espectrofotómetro Varian, modelo Cary 100).

Resultados y Discusiones

Para identificar los principales grupos funcionales y los cambios asociados a la modificación de la membrana se realizó un análisis por FTIR. A continuación, se presentan los espectros de Nafion® NR50 (**Figura 1a**) y PVDF/Nafion-OG (**Figura 1b y Figura 1c**).

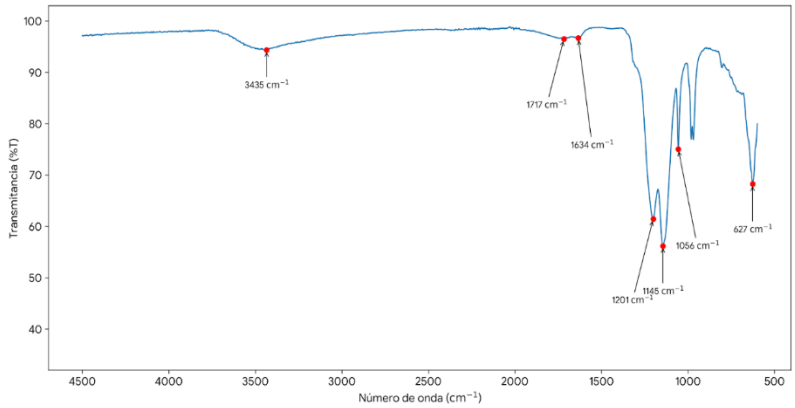
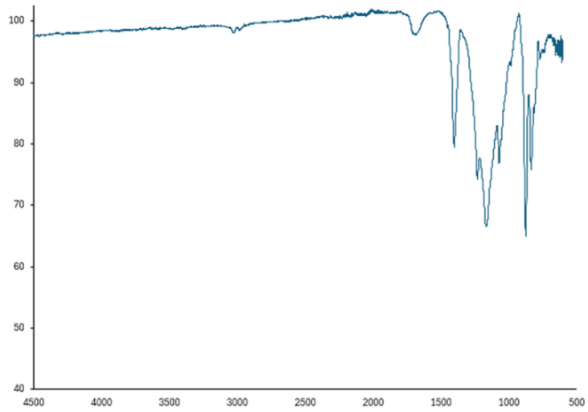


Figura 1a. Espectro FTIR de la membrana Nafion® NR50.



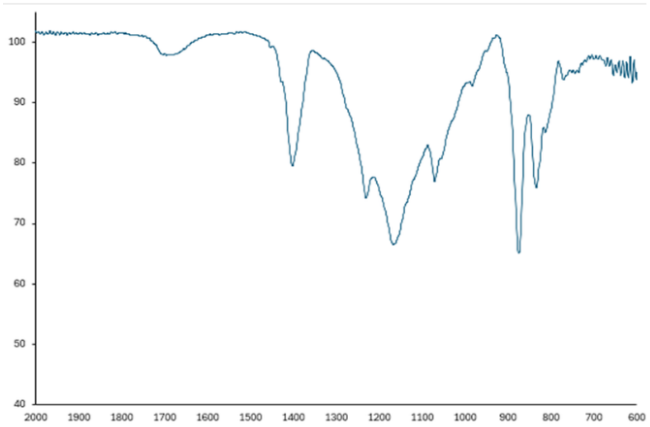


Figura 1b. Espectro FTIR de la membrana PVDF/Nafion-OG.

Figura 1c. Ampliación del espectro FTIR de la membrana PVDF/Nafion-OG.

En el espectro FTIR de Nafion® NR50 se presentan las bandas características de su estructura, destacando las señales de 1145 y 1201 cm^{-1}, asociadas a las vibraciones de estiramiento de los grupos $-CF_2$ de la cadena fluorocarbonada, así como la banda en 1056 cm^{-1} correspondiente a los grupos $–SO_3^-$. En comparación, la membrana de PVDF/Nafion-OG conserva una banda cercana a esta región en 1070 cm^{-1} atribuible a los grupos $–SO_3H$ del Nafion, indicando la permanencia de los grupos responsables del intercambio iónico. A su vez, la incorporación de PVDF se evidencia por la aparición de señales en 834 y 875 cm^{-1}, relacionadas a vibraciones de los grupos $-CF_2$. Asimismo, se observa una banda intensa en 1167 cm^{-1} atribuida a estiramientos de los grupos $-CF_2$ y C–F. Las pequeñas bandas localizadas en 2977 cm^{-1} y 3023 cm^{-1} corresponden a señales de grupos metileno ($-CH_2-$) presentes en la matriz polimérica (Ye *et al*., 2019). Finalmente, la aparición de una señal alrededor de 1687 cm^{-1} en la membrana PVDF/Nafion-OG se atribuye a la contribución del OG incorporado a la matriz, lo que respalda la modificación química y estructural de la membrana elaborada (Ghadiri *et al*., 2023).

A continuación, se presentan las curvas obtenidas mediante el análisis termogravimétrico de la membrana PVDF/Nafion-OG, correspondientes al TGA (**Figura 2a**) y a su primera derivada, DTG (**Figura 2b**):

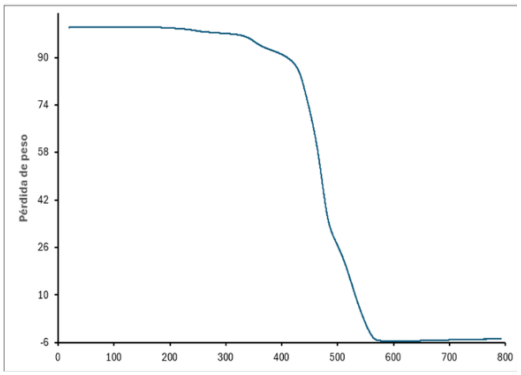


Figura 2a. TGA de la membrana PVDF/Nafion-OG.

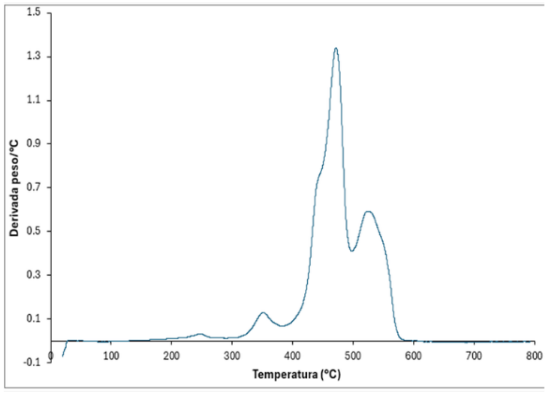


Figura 2b. DTG de la membrana PVDF/Nafion-OG.

Los resultados de TGA muestran una buena estabilidad térmica de la membrana PVDF/Nafion-OG entre 25-250 °C, al no presentarse pérdidas significativas de masa. Posteriormente, se tiene una ligera pérdida entre 300-350 °C, atribuible a la descomposición térmica de los grupos funcionales oxigenados del OG. La pérdida de masa principal ocurre entre 420-550 °C y se relaciona mayoritariamente a la degradación térmica de la matriz polimérica. Este comportamiento se distingue de mejor manera en la curva DTG, en donde se observa un máximo de velocidad de pérdida de masa alrededor de los 470 °C, consistente con la degradación principal del PVDF (Kang & Cao, 2015).

En la Figura 3 se muestran las micrografías obtenidas mediante AFM de la membrana de Nafion® NR50 (**Figura 3a**) y de la membrana de PVDF/Nafion dopada con OG (**Figura 3b**):

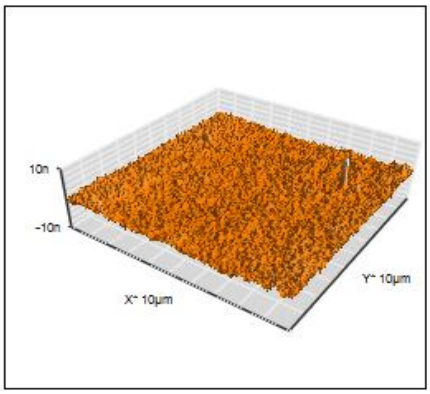


Figura 3a. Topografía AFM de la membrana de Nafion® NR50.

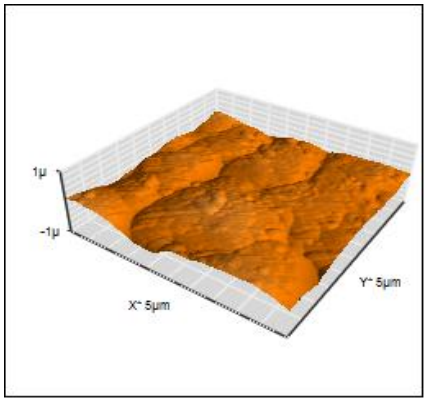


Figura 3b. Topografía AFM de la membrana de PVDF/Nafion-OG.

El análisis por AFM mostró un incremento considerable en cuanto al valor de la rugosidad promedio (S_a) en la membrana modificada, pasando de un $S_a \approx 1$ nm para la membrana de Nafion® NR50 a 51.43 nm para la membrana de PVDF/Nafion-OG. Este aumento puede atribuirse a la presencia y distribución de las láminas de OG en la matriz polimérica, las cuales favorecen la formación de irregularidades y heterogeneidades en la superficie. No obstante, para establecer una comparación directa de rugosidad, sería necesario analizar ambas membranas bajo una misma área de barrido, ya que las imágenes fueron obtenidas a partir de un área de análisis de 10 x 10 µm y 5 x 5 µm, respectivamente.

A continuación, se presenta el comportamiento de permeación de iones vanadilo a través de las membranas Nafion® NR50 y PVDF/Nafion-OG durante un periodo de 24 h (**Figura 4**):

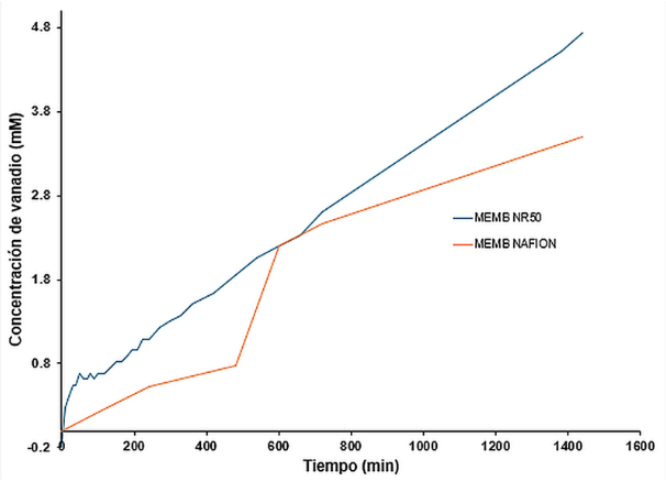


Figura 4. Variación de la concentración de iones vanadilo permeados a través de las membranas Nafion® NR50 y PVDF/Nafion-OG durante 24 h.

La prueba de intercambio de especies de vanadio se evaluó en un periodo de 24 h mediante espectroscopía UV-Vis. Al finalizar el ensayo, la membrana PVDF/Nafion-OG presentó una concentración de iones vanadilo de 4.7 mM, mientras que la membrana de Nafion® NR50 alcanzó una concentración de 3.4 mM, evidenciando un mayor paso de especies de vanadio a través de la membrana modificada, aunque no es un resultado favorable. Este comportamiento puede estar evidenciado por la incorporación de OG y la presencia de grupos oxigenados que tengan la capacidad de favorecer el transporte iónico, además de sugerir una estructura más porosa. A pesar de que la membrana elaborada presenta una mayor permeación de vanadio frente a la membrana comercial, es necesario complementar estos resultados mediante una prueba de transporte protónico. Esto permitirá determinar si la incorporación de OG favorece en una mayor proporción al paso de protones y, por ende, evaluar de manera integral la selectividad protónica de la membrana frente al transporte de especies de vanadio.

Conclusiones

La incorporación de OG permitió obtener una membrana densa de PVDF/Nafion con potencial aplicación en baterías de flujo de vanadio (VRFB). Los resultados obtenidos

indican que integración del nanomaterial influyó en las propiedades de transporte iónico y difusión de la membrana. En cuanto a la remoción de vanadio, la membrana permite mayor intercambio entre los compartimientos, lo cual no es deseado. No obstante, es necesario realizar la prueba de intercambio protónico, para establecer la factibilidad de este material con mayor certeza.

Referencias

Ghadiri L., Naji L., Javanbakht M. (2023). *Highly permselective polyvinylidene fluoride-based cation-exchange membranes containing phosphorated graphene oxide for electrodialysis*. Journal of Environmental Chemical Engineering.

Kang G.D., Cao Y.M. (2015). *Characteristics of PVDF Membranes Irradiated by Electron Beam*. Membranes **5**(1), 1-10.

Kardi S.N., Ibrahim N., Abdul Rashid N.A., Najafpour Darzi G. (2019). *Investigating effect of proton-exchange membrane on new air-cathode single-chamber microbial fuel cell configuration for bioenergy recovery from Azorubine dye degradation*. Environmental Science and Pollution Research **26**, 19078-19095.

Lee K.J., Chu Y.H. (2014). *Preparation of the graphene oxide (GO)/Nafion composite membrane for the vanadium redox flow battery (VRB) system*. Vacuum **107**, 241-248.

Ye J., Wu X., Xu Y., Zhang X., Zhang X., Wang Y. (2019). *PVDF/Graphene Composite Nanoporous Membranes for Vanadium Flow Batteries*. Membranes **9**(7), 89.

Aprovechamiento de polímeros reciclados de policarbonato y ácido poliláctico para la obtención de membranas de fibra hueca para tratamiento de aguas

M. Huhn-Ibarra1, M. Yam-Cervantes, M.O. González-Díaz 1,2* S

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

[2]Secretaría de Ciencia, Av. Insurgentes Sur 1582, Col. Crédito Constructor, Demarcación Territorial Benito Juárez. CP 03940, Ciudad de México.

* E-mail: maria.gonzalez@cicy.mxi

Palabras clave: membranas de fibra hueca; polímeros reciclados; tratamiento de agua

Introducción

La escasez de agua afecta a miles de millones de personas y requiere tecnologías urgentes de purificación, como el uso de membranas de filtración, cuyo residuo plástico final genera una grave contaminación en los ecosistemas.(Industrial Waste — Industrial waste fact sheet) Para mitigar este impacto ambiental negativo, surge la solución innovadora de emplear polímeros sostenibles, biodegradables o reciclados derivados de la biomasa. El PLA tiene una tasa de reciclaje actual del 0% y sin condiciones específicas tarda en degradarse, además posee bajas propiedades mecánicas (Khouri et al. 2024). Como alternativa para solventar estas deficiencias, el policarbonato (PC) — un polímero de ingeniería ampliamente consumido destaca por sus excelentes propiedades térmicas y mecánicas, así como por su gran capacidad para la formación de membranas.(Mulford Australia). Debido a que la mayoría del PC posconsumo también termina acumulándose en vertederos por siglos, su reutilización en mezclas con el PLA representa una estrategia altamente viable y prometedora; bajo esta premisa, la presente investigación realiza pruebas experimentales para determinar la viabilidad técnica de combinar PLA y PC en la preparación de nuevas membranas de filtración eficientes y ecológicas.

Materiales y Métodos

Elaboración de las membranas y pruebas. Se prepararon 3 MFH por inversión de fase

inducida por no solvente variando sus concentraciones de PC y PLA reciclados siendo 80/20, 70/30 y 70/30/PVP siendo 7% de PVP. La prueba de remoción de colorantes se realizó por tiempo de 1 h con una solución de negro reactivo-5 a concentración de 50 ppm a una presión de 30 psi. Previo a las pruebas las membranas fueron compactadas por permeación de agua pura por 1 h a 30 psi. La concentración del colorante se midió con un espectrómetro de UV-VIS a longitud de onda de 595 nm. La imagen 1 muestra el dispositivo de pruebas utilizado para las pruebas de membranas.

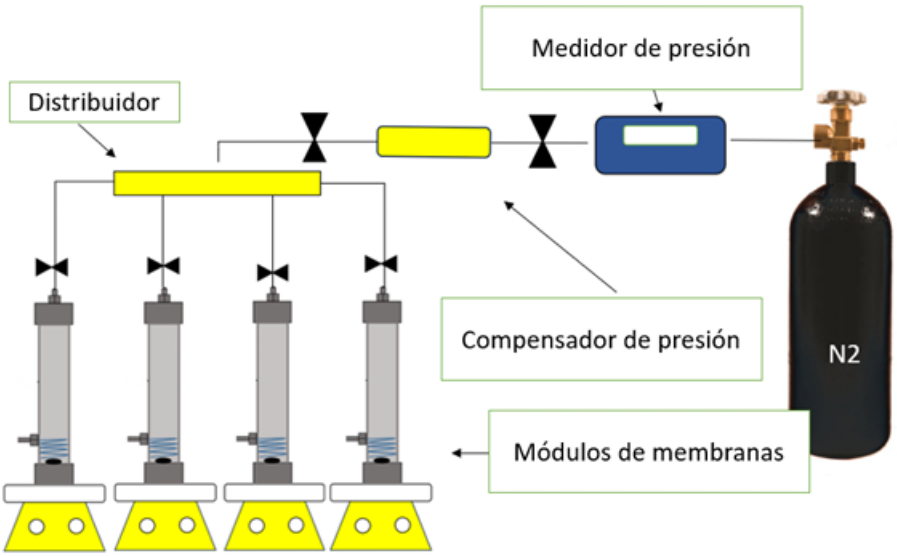


Figura 1. Dispositivo de pruebas para pruebas de membranas

Resultados y Discusiones

Resultados de morfología.

Como se puede observar en las imágenes de SEM de la figura 2 debido al cambio en la dinámica de inversión de fases el tamaño de los macrohuecos cambia, siendo de menor tamaño en la MFH 80/20 comparado con la MFH 70/30. Esta dinámica de inversión de fases vuelve a cambiar para bien en la MFH 70/30/PVP con formador de poros, pues se logra suprimir la cantidad y tamaño de los macrohuecos, haciendo más preponderante ahora las formaciones de tipo dedo más estiradas en la sección alrededor de la circunferencia interna.

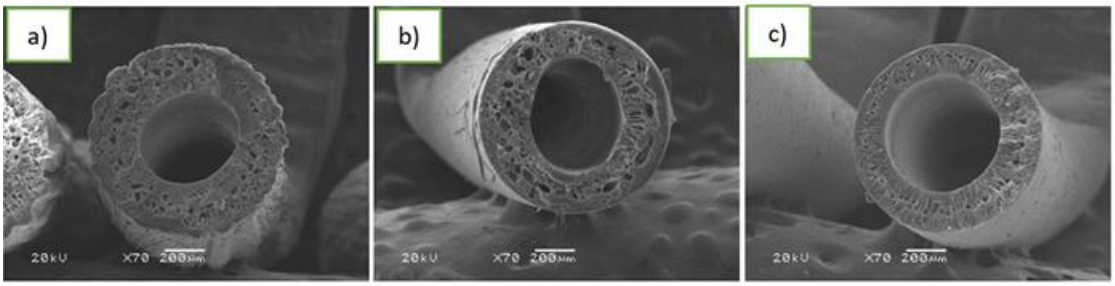


Figura 2. Imágenes SEM a 70X- a) 80/2, b) 70/30 y c) 70/30/PVP

Resultados de tamaño de poro y remoción de colorante. En cuanto tamaño de poro obtenidos de las MFH fue de 2.9, 3.5 y 12 nm para las MFH 80/20, 70/30 y 70/30/PVP respectivamente. Los resultados de rechazo de colorante negro reactivo-5 se muestran en la figura 1. Los resultados de rechazo de colorante siguen la misma tendencia que el orden de tamaño de poro de las membranas obteniéndose un 99% y 95 % para la 80/20 y 70/30 respectivamente y un 78% para la 70/30 con PVP. Estos resultados se explicarían debido a que a menor tamaño de poro tanto los efectos estéricos como los de repulsión electrostática mejoran.

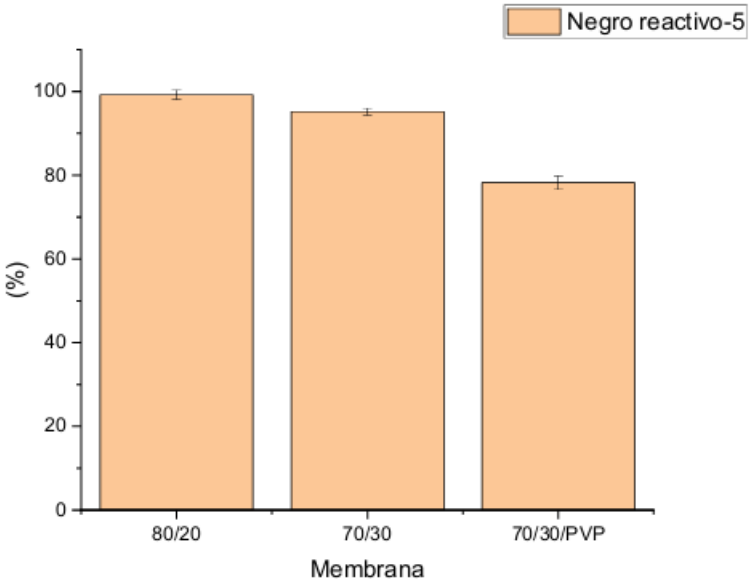


Figura 3. Resultados de rechazo de colorante Negro reactivo-5

Conclusiones

Es posible preparar membranas de fibra hueca con morfología asimétrica por proceso de inversión de fases inducida por no solvente a partir de materiales reciclados de policarbonato y acido poli láctico con propiedades geométricas, morfológicas y mecánicas para soportar procesos de separación por nanofiltración. Debido al cambio en la dinámica de inversión de fases al pasar de una concentración de 20% a 30% de PLA respecto al PC se obtienen macrohuecos de mayor tamaño en las membranas, los cuales son achicados en gran medida al agregar 7% de PVP en la solución polimérica de preparación de las MFH 70/30. No se observó gran diferencia en los resultados tamaño de poro entre la 80/20 y 70/30 sin embargo en la MFH 70/30/PVP como era de esperarse agranda el tamaño de poro debido al formador de poros PVP. En este sentido los resultados obtenidos de remoción de colorantes negro reactivo-5 sigue la tendencia de los tamaños de poro obtenidos en las MFH siendo la remoción de colorante de mayor a menor grado en las MFH 80/20>70/30>70/30/PVP. Estos resultados tienen sentido debido a que a menor tamaño de poro normalmente se espera que los efectos estéricos y electrostáticos de las membranas mejoren.

Referencias

Heu R, Ateia M, Yoshimura C. Photocatalytic nanofiltration membrane using Zr-MOF/GO nanocomposite with high-flux and anti-fouling properties. Catalysts. 2020;10(6).

Industrial Waste — Industrial waste fact sheet. [cited 2022 Apr 7]. Available from: https://www.safewater.org/fact-sheets-1/2017/1/23/industrial-waste

Khouri NG, Bahú JO, Blanco-Llamero C, Severino P, Concha VOC, Souto EB. Polylactic acid (PLA): Properties, synthesis, and biomedical applications – A review of the literature. J Mol Struct [Internet]. 2024 Aug 5 [cited 2026 Jun 22];1309:138243. Available from: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022286024007634

Mulford Australia. The Many Uses and Benefits of Polycarbonate [Internet]. Available from: https://www.mulfordplastics.com.au/blog/the-many-uses-and-benefits-of polycarbonate/#:~:text=Some of the other more common applications,Medical equipment (cameras%2C lenses%2C medical aids etc.)&text=* Phone and computer cases * * Machinery guards

Oulad F, Zinadini S, Zinatizadeh AA, Derakhshan AA. Preparation and characterization of

loose antifouling nanofiltration membrane using branched aniline oligomers grafted onto polyether sulfone and application for real algal dye removal. Chem Eng J [Internet]. 2020;401:125861. Available from: https://doi.org/10.1016/j.cej.2020.125861

Generador de energía portátil habilitado por la humedad

J.F. Velázquez Sánchez[1,*], J. Ledesma-García[1], L.G. Arriaga[2], F.I. Espinosa-Lagunes[2], R.A. Escalona-Villalpando[1]

[1] Universidad Autónoma de Querétaro, Facultad de Ingeniería, Campus Aeropuerto. Carretera a Chichimequillas s/n, 76140, Santiago de Querétaro, México.

[2] Tecnologico de Monterrey, Artificial Intelligence for Manufacturing and Supply Chain Institute, Querétaro, 76130, México.

* E-mail: johannavelazquezsz@gmail.com

Palabras clave: Energía; batería; humedad; potencial. .

Introducción

El crecimiento sostenido de la demanda energética, aunado a la necesidad de disminuir la dependencia de los combustibles fósiles para mitigar el cambio climático, ha impulsado la investigación, el desarrollo y la implementación de tecnologías orientadas a la generación de energía limpia, asequible y sostenible (Bilgili et al., 2024). La humedad ambiental constituye una fuente potencial de energía descentralizada, debido a su presencia ubicua en la atmósfera y a su disponibilidad independientemente de las condiciones geográficas (Lu et al., 2023).

El mecanismo de funcionamiento de los generadores de energía inducidos por humedad se basa en la interacción de moléculas de agua con materiales sólidos que presentan grupos funcionales ionizables, tales como carboxilos y aminos, los cuales se disocian liberando iones móviles que migran a través del dispositivo, generando una diferencia de potencial y corriente eléctrica (Song et al., 2025).

El uso de electrodos de metales activos, tales como aluminio o cobre, se implementan como portadores de carga adicionales (Li et al., 2022; Song et al., 2025). El aluminio destaca por su capacidad teórica especifica de 2980 mA h g^{-1}, superada únicamente por la del litio, así como una capacidad volumétrica teórica de 8046 mAh cm^{-3}, aproximadamente cuatro veces superior a la del litio (Rani et al., 2024; Shi et al., 2025).

Además, las baterías de protones acuosas utilizan protones (H^+) lo que les confiere una ventaja en comparación con las baterías de iones de metales alcalinos, debido a su menor masa y tamaño, lo que facilita su transporte (Zu et al., 2024). Previamente, se han reportado

baterías primarias activadas por la humedad en la literatura, sin embargo, los voltajes más altos registrados, alrededor de 0.5 V, se obtienen a humedades relativas superiores a 90%, lo que dificulta su aplicación práctica (Duan et al., 2022; Zhao et al., 2022; Zu et al., 2024)

En el presente trabajo de investigación se desarrolló una batería primaria aluminio-cobre, mediante la integración del MOF-801, aprovechando su capacidad de absorción de humedad atmosférica para su empleo como electrolito cuasi-sólido, en conjunto con Nafion, debido a sus propiedades de conducción iónica.

Materiales y Métodos

Se preparó una solución de Nafion, la cual se sometió a sonicación durante 30 min, se depositó en una caja Petri y se secó a 80°C durante 8 h. La membrana obtenida se sumergió en una solución de H_2O_2 al 30% a 80°C durante 1 h, seguido de un lavado con agua desionizada. Posteriormente, la membrana se trató con una solución de H_2SO_4 1 M a 80°C durante 1 h y se lavó sumergiéndola en agua desionizada durante 30 min. Por otro lado, el MOF-801 fue sintetizado a través de la ruta solvotermal, previamente reportada en la literatura con ligeras modificaciones (Aghajani Hashjin et al., 2023).

La batería se fabricó utilizando papel de celulosa como sustrato, sobre el cual se depositaron por goteo tres capas de una dispersión de MOF-801, seguido de una capa de la membrana de Nafion diluida en etanol, esperando entre cada deposición la evaporación del solvente a temperatura ambiente. Posteriormente, se adhirieron cintas de cobre y aluminio en los extremos del sustrato. Se diseñó una cámara de acrílico, fabricada mediante cortes por Control Numérico por Computadora (CNC), capaz de monitorear y controlar las condiciones de humedad relativa (HR). La batería fue conectada a un potenciostato Epsilon, donde se evaluó el potencial a circuito abierto (OCP) bajo distintas condiciones de humedad relativa (HR).

Resultados y Discusiones

En la Figura 1 se presenta la evaluación electroquímica de la batería con MOF-801 con/sin Nafion. En general, se observó el incremento del voltaje conforme aumentó la humedad relativa en el intervalo de 10 a 60% HR, lo cual se atribuye al proceso de absorción del agua en los sitios $Zr(\mu_3\text{-}OH)$, así como a la formación de redes de puentes de hidrogeno dentro de

las cavidades del MOF-801. Sin embargo, el OCP disminuye al alcanzar 70% HR debido a que las moléculas ya no están confinadas en la estructura rígida del MOF, sino que comienzan a comportarse de forma similar al agua líquida (Fuchs et al., 2023). Asimismo, en el intervalo de 80 a 100% HR, el potencial se vuelve inestable, ya que la membrana alcanza un punto crítico donde comienza a experimentar deformaciones estructurales (Bauer et al., 2005).

El funcionamiento de la batería se basa en una reacción redox que se desencadena cuando el agua es absorbida entre los electrodos (Huang et al., 2024). Los protones provenientes del Nafion y de algunas moléculas de agua, migran al cátodo:

$$2H^+ + 2e^- \rightarrow H_2$$

Mientras que en el ánodo:

$$Al - 3e^- \rightarrow Al^{3+}$$

Obteniendo como reacción química global:

$$2Al + 6H^+ \rightarrow 2Al^{3+} + 3H_2$$

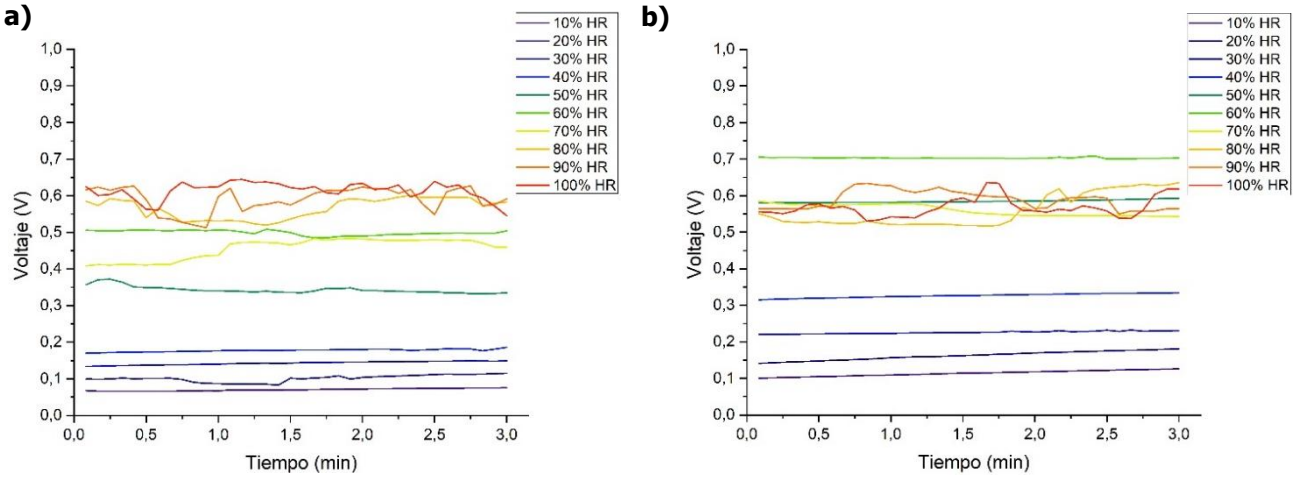


Figura 1. Potencial a circuito abierto variando la humedad relativa: a) MOF-801 y b) MOF-801 con Nafion.

En la Figura 2, se muestra la configuración constituida únicamente por los electrodos y el papel de celulosa (PC) obteniendo un valor de OCP de ~0.06 V, al incorporar el MOF-801, la salida de voltaje se incrementó a ~0.50 V, mientras que con la adición del Nafion el potencial aumenta hasta ~0.70 V. Este comportamiento se relaciona con la naturaleza protónica del Nafion, cuyos grupos (-SO_3H) actúan como sitios ácidos y, en presencia de

humedad se favorece la disociación de iones hidronio (H_3O^+) (Rahbari et al., 2022). Los clústeres de agua formados en el MOF-801 pueden contribuir al transporte protónico mediante el mecanismo de Grotthus, donde el protón se transfiere de un donador de protones a un aceptor a lo largo de una red de enlaces de hidrogeno (Nguyen et al., 2021). Por otro lado, en la Figura 3, se aprecia el potencial de la batería en condiciones ambientales no controladas, manteniendo un voltaje de 0.714 ± 0.016 V, y alcanzando un valor máximo de 0.79 V.

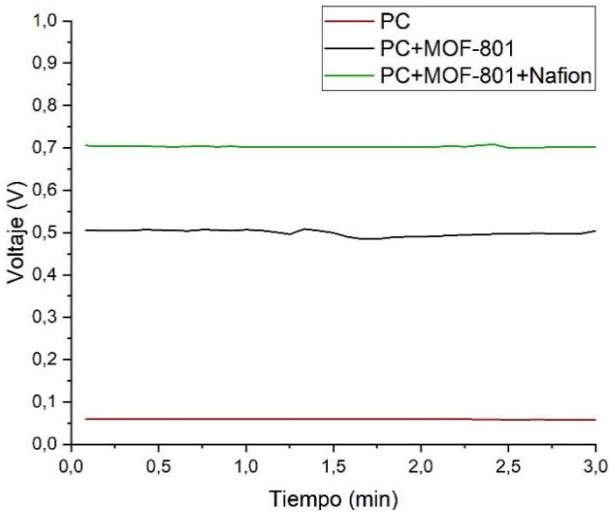


Figura 2. Comparación del potencial a circuito abierto para las diferentes configuraciones de la batería papel de celulosa MOF-801 y Nafion.

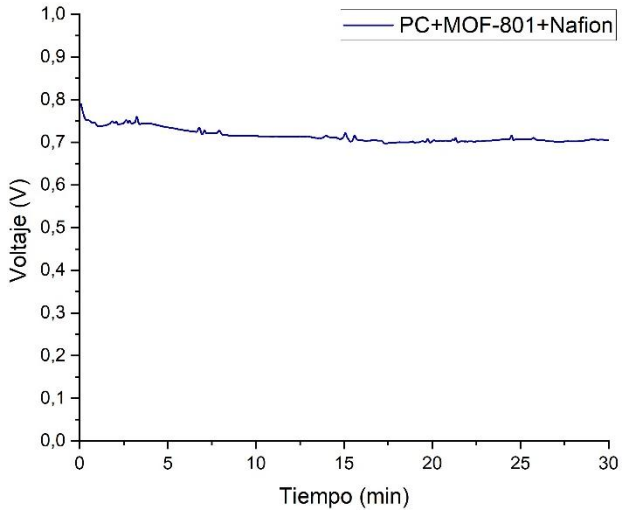


Figura 3. Potencial a circuito abierto de batería bajo para las diferentes configuraciones de

la batería papel con humedad ambiental 60 $\pm$ 2 % HR.

Finalmente, en la Figura 4, se muestra el OCP resultante de la conexión en serie a 50% HR, generando $\sim$0.6 V, $\sim$1 V y $\sim$1.3 V con el aumento progresivo de una batería en cada medición.

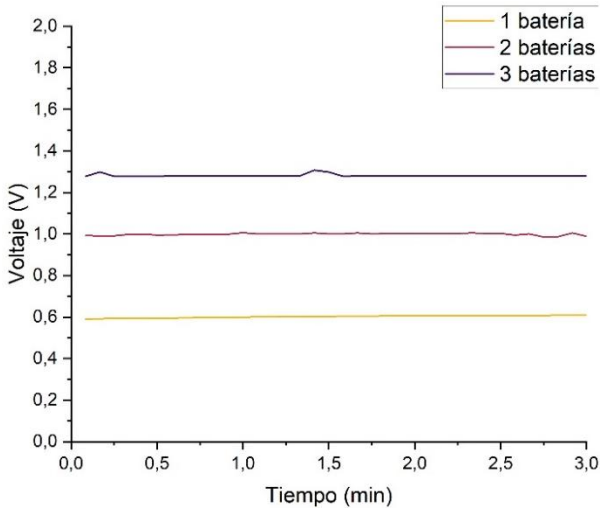


Figura 4. Potencial de circuito abierto de 3 baterías conectadas en serie bajo 50% HR.

Conclusiones

La integración sinérgica del MOF-801 y el Nafion activado permitió desarrollar una batería primaria habilitada por la humedad atmosférica, capaz de operar en un amplio rango de humedades relativas y generar una respuesta electroquímica incluso bajo condiciones de baja humedad. La batería presentó su mejor desempeño a 60% HR, en condiciones ambientales reales, alcanzando un voltaje de salida promedio de 0.7 V, lo que demuestra su potencial para alimentar dispositivos de bajo consumo energético.

Referencias

Aghajani Hashjin, M., Zarshad, S., Motejadded Emrooz, H. B., & Sadeghzadeh, S. (2023). Enhanced atmospheric water harvesting efficiency through green-synthesized MOF-801: a comparative study with solvothermal synthesis. *Scientific Reports*, *13*(1). https://doi.org/10.1038/s41598-023-44367-1

Bauer, F., Denneler, S., & Willert-Porada, M. (2005). Influence of temperature and humidity on the mechanical properties of Nafion® 117 polymer electrolyte membrane. *Journal of Polymer Science, Part B: Polymer Physics*, *43*(7), 786–795. https://doi.org/10.1002/polb.20367

Bilgili, M., Tumse, S., & Nar, S. (2024). Comprehensive Overview on the Present State and Evolution of Global Warming, Climate Change, Greenhouse Gasses and Renewable Energy. In *Arabian Journal for Science and Engineering* (Vol. 49, Number 11, pp. 14503–14531). Springer Nature. https://doi.org/10.1007/s13369-024-09390-y

Duan, Z., Yuan, Z., Jiang, Y., Zhao, Q., Huang, Q., Zhang, Y., Liu, B., & Tai, H. (2022). Power generation humidity sensor based on primary battery structure. *Chemical Engineering Journal*, *446*. https://doi.org/10.1016/j.cej.2022.136910

Fuchs, A., Knechtel, F., Wang, H., Ji, Z., Wuttke, S., Yaghi, O. M., & Ploetz, E. (2023). Water Harvesting at the Single-Crystal Level. *Journal of the American Chemical Society*, *145*(26), 14324–14334. https://doi.org/10.1021/jacs.3c02902

Huang, L., Tang, Y., Liu, W., Hu, Q., & Wei, X. (2024). Cellulose paper-based humidity power generator with high open circuit voltage based on zinc-air battery structure. *Carbohydrate Polymers*, *326*. https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2023.121649

Li, S., Zhang, Y., Liang, X., Wang, H., Lu, H., Zhu, M., Wang, H., Zhang, M., Qiu, X., Song, Y., & Zhang, Y. (2022). Humidity-sensitive chemoelectric flexible sensors based on metal-air redox reaction for health management. *Nature Communications*, *13*(1). https://doi.org/10.1038/s41467-022-33133-y

Lu, W., Ong, W. L., & Ho, G. W. (2023). Advances in harvesting water and energy from ubiquitous atmospheric moisture. In *Journal of Materials Chemistry A* (Vol. 11, Number 24, pp. 12456–12481). Royal Society of Chemistry. https://doi.org/10.1039/d2ta09552a

Nguyen, M. V., Dong, H. C., Nguyen-Manh, D., Vu, N. H., Trinh, T. T., & Phan, T. B. (2021). Effect of hydrogen-bonding networks in water on the proton conductivity properties of metal–organic frameworks. *Journal of Science: Advanced Materials and Devices*, *6*(4), 509–515. https://doi.org/10.1016/j.jsamd.2021.06.005

Rahbari, A., Hartkamp, R., Moultos, O. A., Bos, A., van den Broeke, L. J. P., Ramdin, M., Dubbeldam, D., Lyulin, A. V., & Vlugt, T. J. H. (2022). Electro-osmotic Drag and Thermodynamic Properties of Water in Hydrated Nafion Membranes from Molecular

Dynamics. *Journal of Physical Chemistry C*, *126*(18), 8121–8133. https://doi.org/10.1021/acs.jpcc.2c01226

Shi, H., Teck, A. A., Lander, L., & Titirici, M. M. (2025). Aluminum–graphite dual-ion batteries: recent advances and challenges. In *Green Chemistry* (Vol. 27, Number 48, pp. 15374–15402). Royal Society of Chemistry. https://doi.org/10.1039/d5gc05069c

Song, M., Baek, H., Kim, D., & Jeon, S. (2025). Cascade ion transport and redox reactions for enhanced moisture energy harvesting. *Nano Energy*, *144*. https://doi.org/10.1016/j.nanoen.2025.111394

Zhao, Q., Duan, Z., Wu, Y., Liu, B., Yuan, Z., Jiang, Y., & Tai, H. (2022). Facile primary battery-based humidity sensor for multifunctional application. *Sensors and Actuators B: Chemical*, *370*. https://doi.org/10.1016/j.snb.2022.132369

Zu, Y., Hu, J., Yang, M., Duan, Z., Zhang, M., Yuan, Z., Jiang, Y., & Tai, H. (2024). Electrochemical power generation humidity sensor based on WS2 nanoflakes. *Sensors and Actuators B: Chemical*, *405*. https://doi.org/10.1016/j.snb.2024.135325

Evaluación de la capacidad de remoción de Escherichia coli y coliformes fecales en aguas residuales domésticas mediante un reactor biológico de lecho fijo acoplado a un reactor foto Fenton

O. Reyes Domínguez[1,*], J.A. Rodriguez Morales [1] Campos-Guillen J.[1] Amaro-Reyes A. [1], Ramos-López M.A. [1], Alvarez-Lopez A. [1]

[1] Universidad Autónoma de Querétaro

* E-mail: oreyes23@alumnos.uaq.mx

Palabras clave: Aguas residuales; *Escherichia coli*; Coliformes fecales; foto Fenton; reactor biológico.

Introducción

Las aguas residuales domésticas constituyen una fuente relevante de contaminación microbiológica debido a la presencia de materia fecal, cuya detección es posible mediante indicadores como *Escherichia coli* y coliformes fecales. La permanencia de estos indicadores en efluentes tratados representa un problema sanitario, ya que sugiere la posible supervivencia de bacterias entéricas, virus y otros microorganismos. Aunque las plantas de tratamiento de aguas residuales emplean procesos biológicos y etapas de desinfección para reducir la carga microbiana, como la cloración, pueden generar subproductos de desinfección asociados con efectos tóxicos y potencial carcinogénico, derivados de la reacción del cloro con la materia orgánica residual. Ante esta problemática, surge la necesidad de evaluar tecnologías alternativas que permitan incrementar la inactivación microbiológica. En este contexto, el presente estudio propone evaluar la remoción de *Escherichia coli* y coliformes fecales en aguas residuales domésticas mediante un sistema integrado conformado por un reactor biológico de lecho fijo acoplado a un reactor foto Fenton operado con radiación solar. El reactor biológico será acondicionado con lodos activados y material de soporte elaborado a partir de PET reciclado para favorecer el crecimiento de biopelícula microbiana y la remoción biológica de contaminantes. Posteriormente, el efluente será sometido al proceso foto Fenton mediante la adición controlada de peróxido de hidrógeno y sal de hierro, promoviendo la generación de radicales hidroxilo con alta capacidad oxidante. La optimización experimental se realizará mediante un diseño factorial 2^3 en la cual la variable

de respuesta será la eficiencia de remoción microbiológica de *Escherichia coli* y coliformes fecales, expresada como reducción logarítmica y porcentaje de remoción respecto a la concentración inicial presente en el agua residual tratada, considerando como variables independientes el tiempo de recirculación, la concentración de peróxido de hidrógeno y la concentración de sal de hierro. Se espera que la integración de ambos procesos incremente la eficiencia de remoción microbiológica y constituya una alternativa sustentable para el tratamiento avanzado de aguas residuales domésticas.

Materiales y Métodos

La metodología consistió en evaluar la remoción de *Escherichia coli* y coliformes fecales en aguas residuales domésticas mediante un reactor biológico de lecho fijo acoplado a un proceso foto Fenton. Las muestras fueron recolectadas del influente de una planta de tratamiento de la Universidad Autónoma de Querétaro y caracterizadas fisicoquímica y microbiológicamente conforme a normas mexicanas. El reactor biológico fue acondicionado con lodos activados y soportes de PET reciclado para favorecer la formación de biopelícula. Posteriormente, el efluente fue sometido a un proceso foto Fenton con radiación solar, utilizando peróxido de hidrógeno y sales de hierro para generar radicales hidroxilo responsables de la inactivación microbiana. La eficiencia del sistema se evaluó mediante la reducción de *E. coli* y coliformes fecales, empleando un diseño factorial 2^3 para optimizar las condiciones de operación

Resultados y Discusiones

Durante las primeras cuatro horas de operación, el reactor biológico redujo la concentración de *E. coli* de aproximadamente 10^7a 10^4NMP/100 mL (Figura 1), equivalente a una reducción de 3 unidades logarítmicas. A partir de este punto, la concentración permaneció prácticamente constante hasta las 8 h de tiempo de retención hidráulica, lo que indica que el sistema alcanzó un estado estacionario y que la remoción biológica adicional fue limitada bajo las condiciones evaluadas.

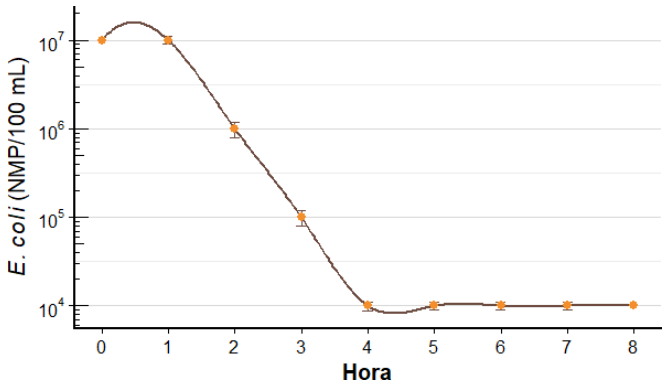


Figura 1. Cinética de remoción de *E. coli* durante el tratamiento en el reactor biológico de lecho fijo.

El proceso foto-Fenton produjo una disminución progresiva de la concentración de *E. coli* para ambas condiciones experimentales (Figura 2). La condición con 50 mg/L de H_2O_2 alcanzó una reducción de aproximadamente 3 unidades logarítmicas en 15 min, mientras que con 25 mg/L se requirieron 30 min para obtener una reducción cercana a 3 unidades logarítmicas. Estos resultados indican que el incremento en la concentración de peróxido aceleró la velocidad de inactivación bacteriana, aunque ambas condiciones alcanzaron concentraciones finales similares.

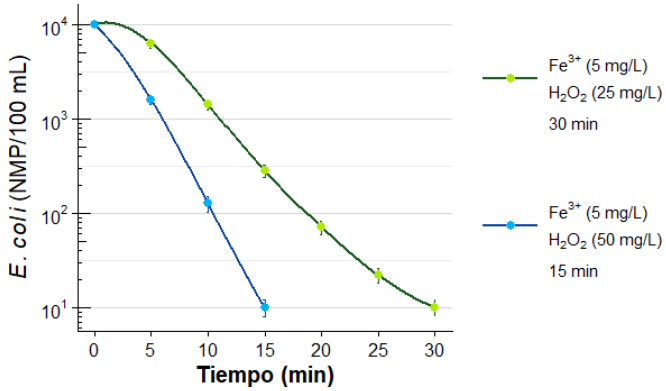


Figura 2. Cinética de inactivación de *E. coli* mediante el proceso foto-Fenton utilizando 5 mg/L de hierro y dos concentraciones de H_2O_2 (25 y 50 mg/L).

Conclusiones

El sistema integrado conformado por un reactor biológico de lecho fijo y un proceso foto-Fenton demostró una elevada eficiencia para la inactivación de *Escherichia coli* en agua residual doméstica. El tratamiento biológico constituyó una etapa efectiva de preacondicionamiento, al reducir aproximadamente tres unidades logarítmicas la concentración bacteriana durante las primeras horas de operación, disminuyendo significativamente la carga microbiológica que ingresó al proceso de oxidación avanzada. Posteriormente, el tratamiento foto-Fenton permitió completar la desinfección del efluente biológico, alcanzando reducciones adicionales de hasta tres unidades logarítmicas y una reducción global cercana a seis unidades logarítmicas de *E. coli*. Asimismo, el incremento de la concentración de H_2O_2 de 25 a 50 mg/L, manteniendo constante la concentración de Fe^{3+}, favoreció una mayor velocidad de inactivación bacteriana, reduciendo el tiempo requerido para alcanzar concentraciones cercanas a 10^1 NMP/100 mL de 30 a 15 min. Estos resultados evidencian que la integración de un tratamiento biológico con un proceso foto-Fenton constituye una estrategia eficiente para la desinfección de aguas residuales domésticas, ya que combina la disminución inicial de la carga microbiológica con una etapa de oxidación avanzada capaz de acelerar la inactivación de microorganismos remanentes. En conjunto, el sistema evaluado representa una alternativa con potencial para incrementar la eficiencia microbiológica de los tratamientos convencionales y contribuir al cumplimiento de estándares más estrictos para la reutilización segura del agua residual tratada.

Referencias

- Abdelfattah, A., Kamel, M., & El Gohary, F. (2020). *Biofilm reactors for wastewater treatment: A review*. Environmental Technology Reviews, 9(1), 1–15. https://doi.org/10.1080/21622515.2020.1713787
- Ahuja, S. (2020). *Advances in water purification techniques: Meeting the needs of developed and developing countries*. Elsevier. https://doi.org/10.1016/C2018-0-02781-4
- CONAGUA. (2023). *Estadísticas del agua en México 2023*. Comisión Nacional del Agua.

- Espinosa-Ortiz, E. J., Rene, E. R., Pakshirajan, K., van Hullebusch, E. D., & Lens, P. N.
- L. (2023). *Fixed-bed bioreactors for wastewater treatment applications*. Reviews in Environmental Science and Bio/Technology, 22, 65–92. https://doi.org/10.1007/s11157-022-09636-0
- Guo, S., Zhang, G., Wang, J., & Li, X. (2020). *Advanced oxidation processes in wastewater treatment: Mechanisms and applications*. Chemical Engineering Journal, 388, 124373. https://doi.org/10.1016/j.cej.2020.124373
- Li, X., et al. (2019). *Mechanisms of bacterial inactivation by hydroxyl radicals in advanced oxidation processes*. Water Research, 148, 409–420. https://doi.org/10.1016/j.watres.2018.10.078
- Martínez-Orgániz, A., et al. (2020). *Persistence of diarrheagenic Escherichia coli pathotypes in treated wastewater*. Water Research, 185, 116257. https://doi.org/10.1016/j.watres.2020.116257
- O'Dowd, K., & Pillai, S. C. (2020). *Photo-Fenton disinfection at near neutral pH: Process, parameter optimization and recent advances*. Journal of Environmental Chemical Engineering, 8(5), 104063. https://doi.org/10.1016/j.jece.2020.104063
- Pandis, P. K., Kalogirou, C., Kanellou, E., Vaitsis, C., & Savvidou, M. G. (2022). *Key points of advanced oxidation processes (AOPs) for wastewater treatment: A critical review*. Applied Sciences, 12(10), 5136. https://doi.org/10.3390/app12105136
- Rubén Bracamontes-Ruelas, et al. (2024). *Advanced oxidation processes for domestic and industrial wastewater treatment: Current trends and applications*. Journal of Water Process Engineering, 58, 104984. https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2024.104984

Modulación de la microestructura de membranas PLA/Magnetita utilizando un campo magnético.

V. A. Ibarra Ortiz[1,*], A. Sánchez Castillo[1], M.P. Gutiérrez Amador [1], A. Maciel Cerda[2]

[1] Escuela Superior de Apan, Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, Apan, Hidalgo, México.

[2] Instituto de Investigaciones en Materiales, Universidad Nacional Autónoma de México, Ciudad de México, México.

* e-mail: ib335373@uaeh.edu.mx

Palabras clave: nanocompositos; PLA/magnetita; poli(ácido láctico), membranas..

Introducción

La intersección de la nanotecnología y la biomedicina ha dado lugar a un floreciente campo de investigación centrado en los nanobiomateriales. Una clase innovadora de materiales diseñados para interactuar con sistemas biológicos a nanoescala son los (Rawat et al., 2023) nanocomposito poliméricos magnéticos, debido a su biocompatibilidad y su inocuidad. En general los polímeros biodegradables son los más usados debido a que son amigables con el medio ambiente dentro de ellos el poli(ácido láctico) (PLA), un polímero compostable derivado de fuentes renovables (Khouri et al., 2024; Lim et al., 2008), por lo que ha sido usado en muchas investigaciones para obtener membranas electrohiladas. La magnetita, por su parte, Fe_3O_4, tiene diversas aplicaciones biomédicas debido a su biocompatibilidad, su alta magnetización de saturación, estabilidad química, no toxicidad y su fácil funcionalización.

No obstante, la obtención de nanocomposito PLA/Fe_3O_4 con una dispersión homogénea de nanopartículas continúa siendo un desafío, debido a la tendencia natural de estas partículas a aglomerarse durante el procesamiento. En este contexto, el presente trabajo propone la fabricación de membranas electrohiladas de PLA/magnetita empleando un campo magnético rotatorio durante el proceso de electrohilado, con el fin de mejorar la distribución de las nanopartículas dentro de la matriz polimérica. Además, se analiza la influencia del tamaño y la concentración de las nanopartículas de magnetita sobre la microestructura y las propiedades de las membranas obtenidas.

Un reto importante en la obtención de los bionanocompositos es lograr la estabilización y la

dispersión homogénea de las nanopartículas de magnetita, sin necesidad de usar surfactantes, lo cual depende del método de obtención.

En este trabajo se presenta la fabricación de bionanocompositos PLA/magnetita, por el método de electrohilado, implementando un campo magnético rotatorio para obtener una distribución más homogénea de las nanopartículas magnéticas. La modulación de la microestructura incluye el estudio de la influencia del tamaño de las nanopartículas (NPs) de magnetita y la concentración de las mismas, en la microestructura de las membranas electrohiladas.

Materiales y Métodos

Para fabricación de los bionanocompositos se empleó poli(ácido láctico) disuelto en 2,2,2-Trifluoroetanol (TFE). Las soluciones se sometieron a un baño de ultrasonido de 40kHz durante 3 intervalos de 30 minutos cada uno, en un equipo Bransonic 2510R-DTH.

Como fase dispersa se utilizaron nanopartículas de magnetita, Fe_3O_4, que fueron sintetizadas por el método de coprecipitación a partir de $FeCl_2 \bullet 4H_2O$ en medio básico fuerte, utilizando como agente precipitante el hidróxido de potasio, KOH. Con el propósito de controlar el tamaño de partícula, se emplearon dos velocidades de reacción durante la síntesis: 1000 rpm y 2500 rpm.

La caracterización de las nanopartículas de magnetita se hizo mediante difracción de rayos X de polvos (DRX) y se calculó el tamaño promedio de las mismas a través de la ecuación de Scherrer. La caracterización magnética se llevó a cabo por magnetometría de muestra vibrante (MMV) a temperatura ambiente.

Para fabricar las membranas se realizó un diseño experimental factorial fraccionado de 3 factores y 3 niveles basado en un arreglo ortogonal Taguchi L_9, generado mediante el software "Minitab". Se evaluaron tres factores independientes a tres niveles; concentración de NPs (0.5%, 1.25% y 2%), voltaje (12kV, 15kV y 18kV) y la velocidad de flujo (0.2 mL/h, 0.4 mL/h, y 0.6mL/h). Como variable respuesta se consideró el diámetro promedio de las fibras que constituyen las membranas. Los factores y niveles seleccionados se detallan en la

Tabla 1.

Tabla 1. *Arreglo orthogonal L_9 de Taguchi para el diseño de experimentos de electrohilado.*

Experimento	Concentración (%)	Voltaje (kV)	Flujo (mL/h)
1	0.50	12	0.2
2	1.25	15	0.2
3	2.00	18	0.2
4	0.50	12	0.4
5	1.25	15	0.4
6	2.00	18	0.4
7	0.50	12	0.6
8	1.25	15	0.6
9	2.00	18	0.6

Para obtener una mejor homogeneidad en la distribución de las nanopartículas se implementó un dispositivo que permitió aplicar un campo magnético rotatorio durante el electrohilado de las membranas, como se indica en la **Figura 1**. Esta configuración permitió mantener la suspensión bajo movimiento dinámico constante tanto en la preparación previa como durante el electrohilado, reduciendo significativamente la sedimentación y la formación de agregados macroscópicos.

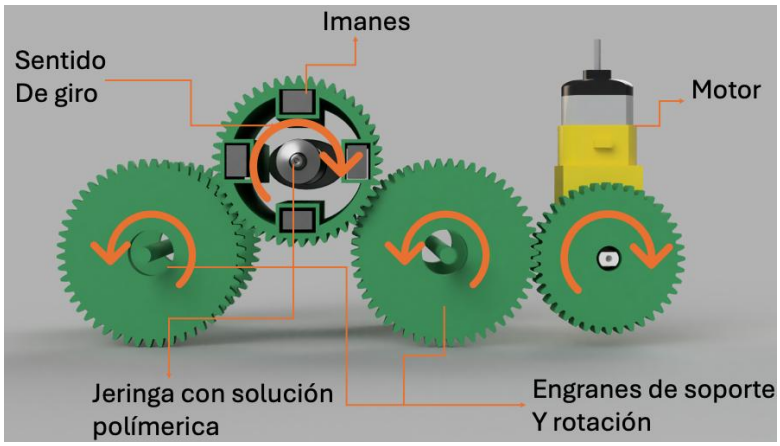


Figura 1. Disposición del campo magnético con respecto a la aguja que contiene la solcución polimérica.

La caracterización microestructural se realizó por medio de microscopia electrónica de

barrido (MEB), espectroscopia FTIR y calorimetría de barrido diferencial (DSC), en un intervalo desde temperatura ambiente hasta 400ºC. La distribución de los diámetros de las fibras se analizó mediante el software de Fiji/ImageJ utilizando la extensión DiameterJ (Hotaling et al., 2015).

Resultados y Discusiones

DRX muestra la magnetita, Fe_3O_4, como una fase pura, identificada con el archivo PDF 01-0184-2782 (**Figura 2**), se obtuvieron nanopartículas con dos tamaños promedio: 9.58nm y 15.87nm, calculados mediante la ecuación de Scherrer. El estudio por MMV reveló el comportamiento magnético de un material ferrimagnético blando. En la **Tabla 2** se resumen los valores de la magnetización de saturación, Ms, el campo coercitivo, Hc y la magnetización remanente, Mr, para ambos tamaños de partícula.

Tabla 2. Valores extraídos de los ciclos de histéresis para $\mathbf{Fe_3O_4}$ de distintos tamaños.

	PLA/Fe_3O_4 D=9.58 nm	PLA/Fe_3O_4 D= 15.87 nm
Magnetización de saturación	62.716 (emu/g)	77.345 (emu/g)
Campo coercitivo	80.001 (Oe)	67.327 (Oe)
Magnetización remanente	5.831 (emu/g)	5.734 (emu/g)

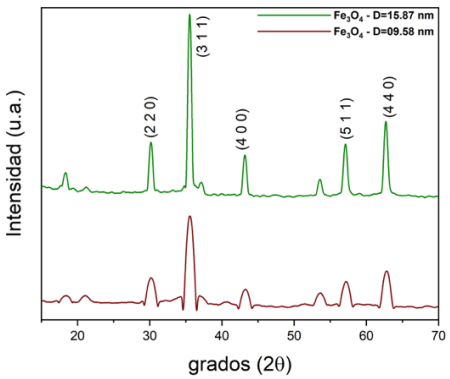


Figura 2. Difractogramas de rayos X para $\mathbf{Fe_3O_4}$, identificada con el archivo PDF 01-0184-2782. Se presenta $\mathbf{Fe_3O_4}$ con un diámetro de 15.87 nm (verde). Se presenta $\mathbf{Fe_3O_4}$ con un diámetro de 9.58 nm (rojo).

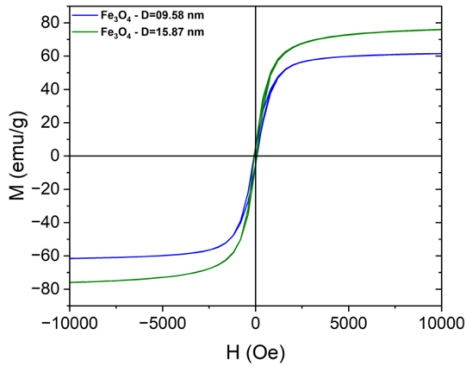


Figura 3. Ciclo de histéresis de la magnetita a diferentes tamaños.

El estudio por MEB reveló un número menor de aglomerados en las membranas electrohiladas con campo magnético y una distribución más homogénea de las NPs, con respecto a la membrana control como se muestra en la **Figura 4**.

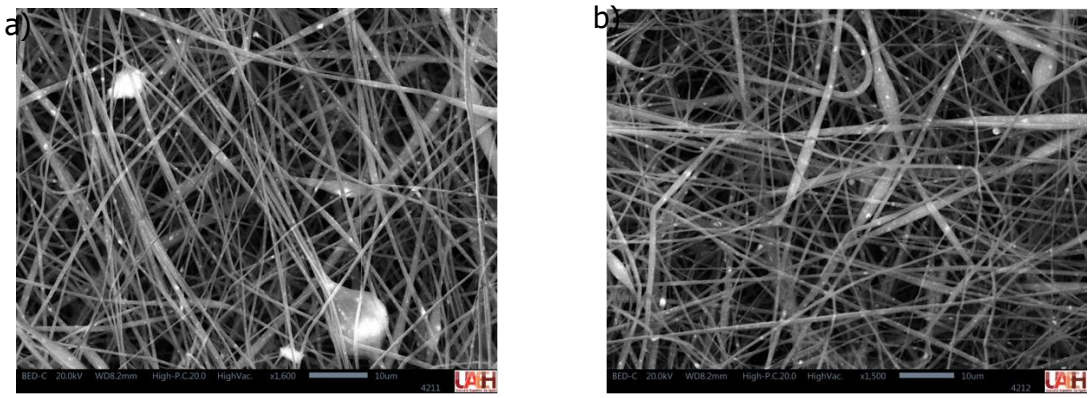
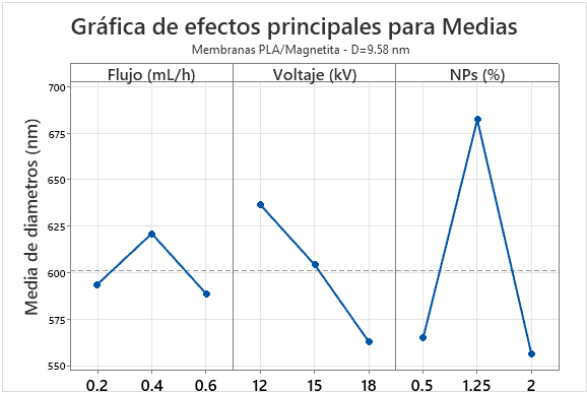


Figura 4. Imágenes obtenidas mediante MEB de PLA/$\mathbf{Fe_3O_4}$. a) sin arreglo magnético externo. b) Con arreglo magnético externo.

Por medio del análisis ANOVA asociado al diseño L9 Taguchi se determinó que los factores de flujo, voltaje y concentración de las NPs para el caso donde se usan las partículas de 9.58 nm son estadísticamente significativos, teniendo en cuenta los valores de *p* (**Figura 5**). Para el caso de las fibras con NPs de 15.87 nm, ninguno de los factores (voltaje, concentración, flujo) tiene una influencia relevante en el diámetro de las fibras, es decir, que ninguno es estadísticamente significativo.



Fuente	GL	SC Sec.	SC Ajust.	MC Ajust.	F	P
Flujo (mL/h)	2	1825.7	1825.7	912.8	8.91	0.101
Voltaje (kV)	2	8166.8	8166.8	4083.4	39.87	0.024
NPs (%)	2	29715.6	29715.6	14857.8	145.07	0.007
Error residual	2	204.8	204.8	102.4		
Total	8	39912.9				

Figura 5. Gráficas de efectos principales para las medias del diámetro de fibras y significancia estadística (ANOVA) en membranas electrohiladas: membranas con nanopartículas de 9.58 nm en función del flujo de alimentación, voltaje aplicado y concentración de NPs. El nivel de significancia establecido fue α=0.05 (*$p<0.05$).

El diámetro de las fibras presenta una tendencia a disminuir en función de la concentración de las partículas para ambos tamaños de NPs usados. Las fibras electrohiladas con NPs de 9.58nm. muestran un diámetro menor que aquellas electrhiladas con NPs de 15.87 nm como se muestra en la **Figura 6**.

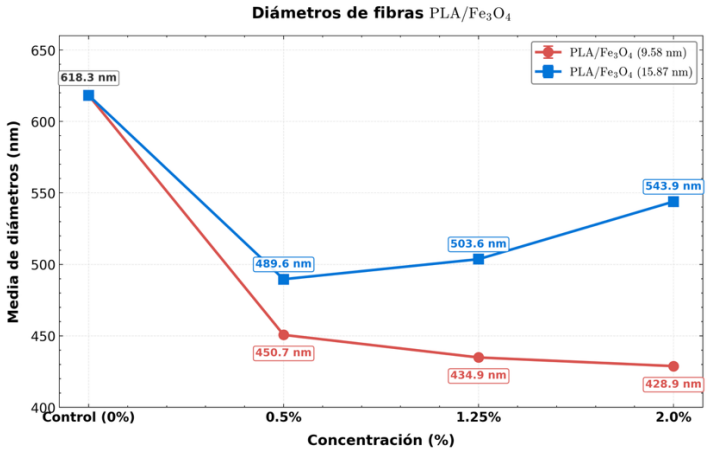


Figura 6. Distribución de diámetros en función de la concentración de NP's.

Conclusiones

La fabricación de membranas electrohiladas de PLA/magnetita mediante la aplicación de un campo magnético rotatorio permitió mejorar la distribución de las nanopartículas y reducir

la presencia de aglomerados respecto a las muestras sin arreglo magnético externo. La caracterización confirmó la obtención de magnetita como fase pura, con tamaños promedio de 9.58 y 15.87 nm y comportamiento ferrimagnético blando. Asimismo para las nanopartículas de menor tamaño, el flujo, el voltaje y la concentración influyen significativamente en el diámetro de las fibras, mientras que para las de mayor tamaño dichos factores no presentaron efecto estadísticamente relevante. Estos resultados demuestran que el tamaño de partícula y las condiciones de electrohilado son determinantes para modular la microestructura de membranas PLA/Fe_3O_4.

Referencias

Hotaling, N. A., Bharti, K., Kriel, H., & Simon, C. G. (2015). Diameter J: A validated open source nanofiber diameter measurement tool. *Biomaterials*, *61*, 327–338. https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2015.05.015

Khouri, N. G., Bahú, J. O., Blanco-Llamero, C., Severino, P., Concha, V. O. C., & Souto, E. B. (2024). Polylactic acid (PLA): Properties, synthesis, and biomedical applications – A review of the literature. En *Journal of Molecular Structure* (Vol. 1309). Elsevier B.V. https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2024.138243

Lim, L. T., Auras, R., & Rubino, M. (2008). Processing technologies for poly (lactic acid). En *Progress in Polymer Science (Oxford)* (Vol. 33, pp. 820–852). https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2008.05.004

Rawat, N., Ahmad, N., Raturi, P., Singhvi, N., Sahai, N., & Kothiyal, P. (2023). Nanobiomaterials: exploring mechanistic roles in combating microbial infections and cancer. *Discover nano*, *18*, 158. https://doi.org/10.1186/s11671-023-03946-x.