



UADY

UNIVERSIDAD  
AUTÓNOMA  
DE YUCATÁN

FACULTAD DE  
INGENIERÍA QUÍMICA



UADY

UNIVERSIDAD  
AUTÓNOMA  
DE YUCATÁN



**UADY**  
UNIVERSIDAD  
AUTÓNOMA  
DE YUCATÁN



**FACULTAD DE  
INGENIERÍA QUÍMICA**

# Síntesis y caracterización de membranas híbridas para el pretratamiento analítico de muestras líquidas

## CB-2018 (A1-S-38216)

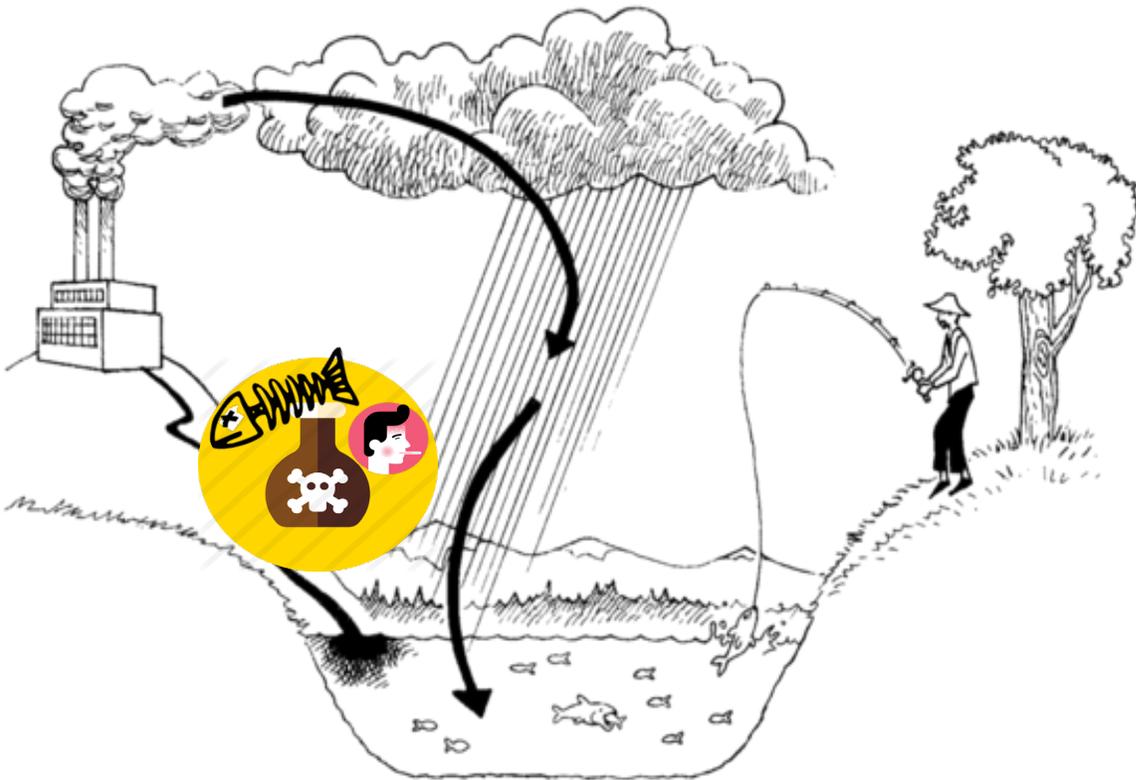
Área VII: Ciencias de la Ingeniería

Modalidad: Joven Investigador

Yamile Pérez Padilla

Mérida, Yucatán a 21 de Abril del 2021

La contaminación del aire, suelos y agua ha ido incrementando conforme ha habido un aumento en la población, las grandes actividades humanas y la progresiva expansión industrial.



Ciclo de contaminación.



Daños ambientales



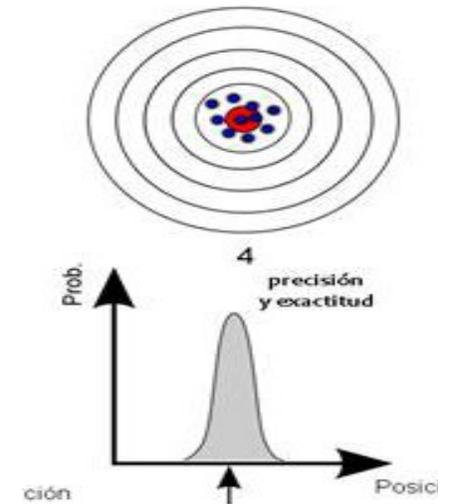
Desarrollo de patógenos resistentes



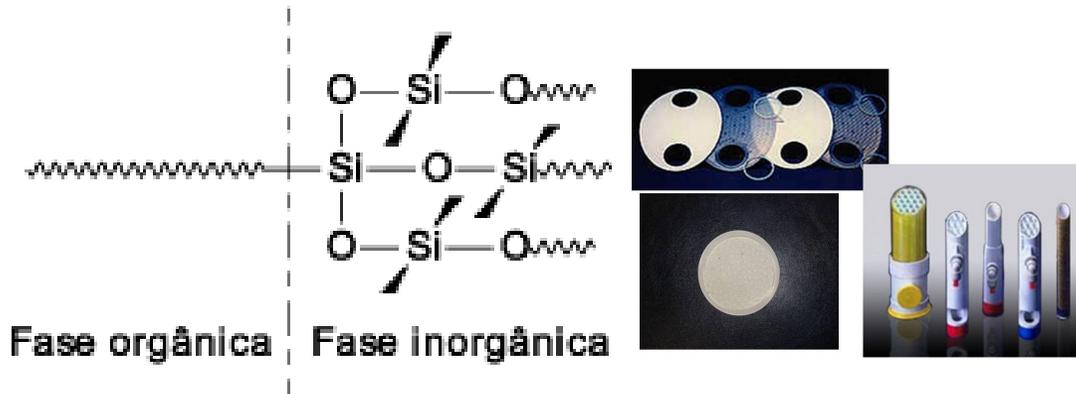
Presencia en alimentos



# ANÁLISIS QUÍMICO: exigencias del mundo contemporáneo



Existe una diversa gama de polímeros con propiedades importantes que son aprovechadas para la producción de materiales comúnmente empleados en la vida cotidiana.



*Estructura general de un polímero híbrido y sus diversos productos.*

En las últimas décadas, se ha propuesto a los polímeros híbridos como una nueva alternativa a los polímeros convencionales debido a la ventaja que estos representan.

Materiales sintéticos con capacidad de interaccionar de forma selectiva con los analitos haciéndolos especialmente adecuados para la detección y cuantificación de contaminantes en la química analítica

# Adsorción por Membranas Poliméricas

Adsorción



Interacción entre un sólido como soporte y un analito que haga contacto con la superficie del sólido.

Adsorción en geles cromatográficos



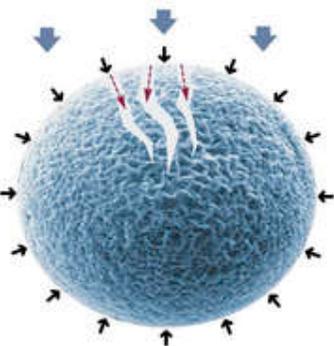
- El analito se debe difundir dentro del poro
- Se requiere hacer gradientes de concentración

Adsorción en membranas



- El analito se fija por un flujo convectivo
- Baja resistencia de transferencia de masa

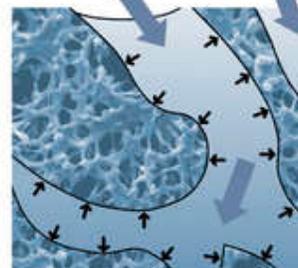
*AFINIDAD Y SELECTIVIDAD*



Convective flow

Pore diffusion

Film diffusion



*Diferencia de la adsorción entre membranas y geles convencionales*

## Tabla. Materiales poliméricos con propiedades adsortivas

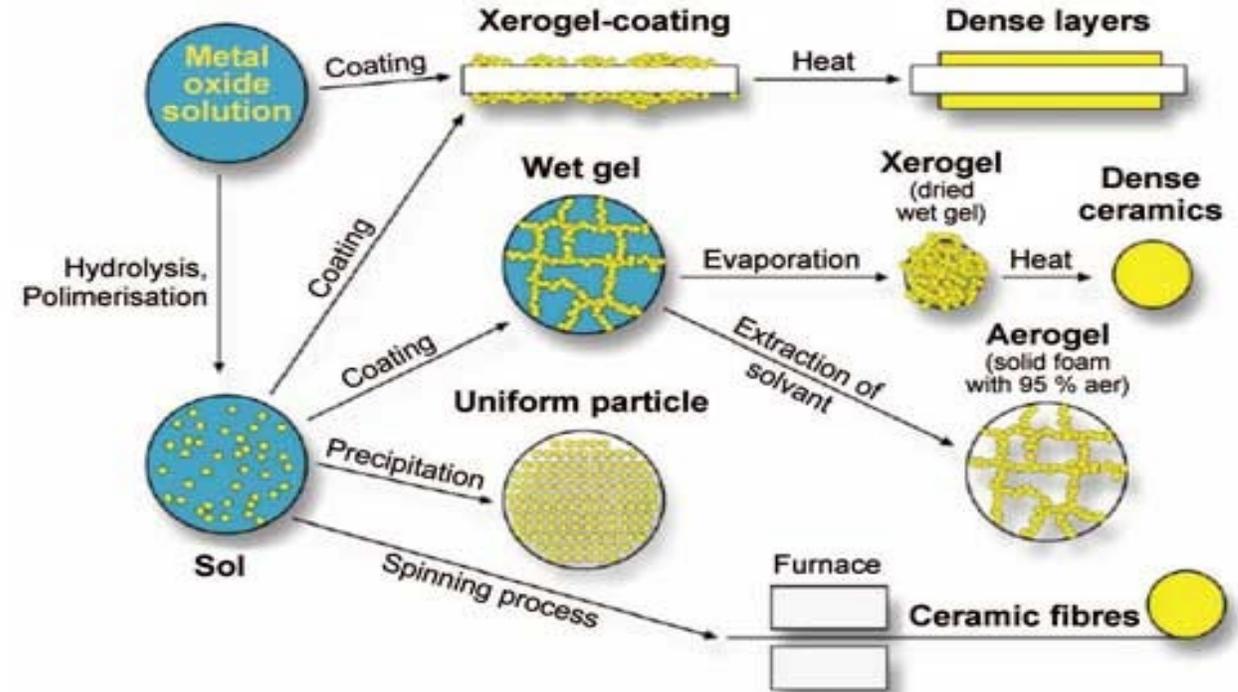
Material	Síntesis	Autores
Polipirrol	Electropolimerización	(Babanezhad et al., 2012)
Polidivinilbenceno (DVB)	Polimerización en solución	(Bratkowska et al., 2011)
MIP	Polimerización radical	(Xu et al; 2010)
CNPrTEOS, APS, TEFS	Sol Gel con recubrimiento de barra	(Burgos Tan, 2016) (CNPrTEOS) (Medina Cetina, 2016) (APS, TEFS)
C18	Adhesión	(Yu, 2012)

## Método sol-gel

- Temperaturas bajas para la síntesis.
- Bajo costo.
- Amigable con el ambiente.
- Tiempo de síntesis muy cortos.
- Alcóxidos de metal (MOR, donde R es un alcano lineal) o sales metálicas (nitratos, acetatos, oxalatos, etc.)

Dos pasos importantes:

- 1.- Hidrolización
- 2.- Condensación



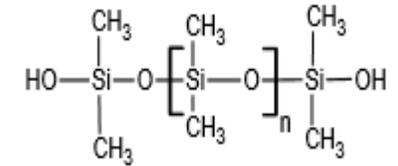
*Técnica sol-gel y sus productos.*

## Reactivos

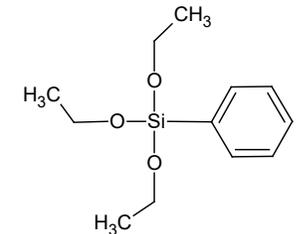
- Diclorometano (DCM),
- Tolueno,
- Tetrahidrofurano (THF),
- Ácido trifluoracético (TFA) al 95%,
- Ácido clorhídrico,
- Metanol,
- Acetonitrilo,
- Acetona,
- Isooctano,
- Acetato de Etilo
- Hidróxido de sodio

## Monómeros

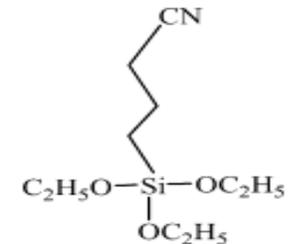
**Polidimetilsiloxano con hidroxilos terminales (PDMS-OH)**



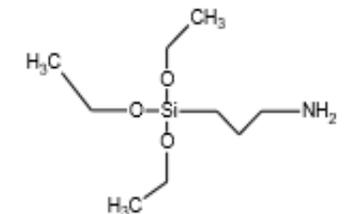
**Trietoxifenilsilano (TEFS)**



**Cianopropiltriethoxisilano (C)**



**Aminopropiltriethoxisilano (APTES)**



## Ruta de Síntesis Sol-Gel de membranas PDMS y APTES.



Se mezcló en un tubo Corning 900  $900 \mu\text{L}$  de THF y  $631.5 \mu\text{L}$  de PDMS



Se agitó en vórtex por 1 minuto a velocidad 7



Se añadió  $763.41 \mu\text{L}$  de APTES



Se agitó en vórtex por 2 minutos a velocidad 7



Se agregó  $150 \mu\text{L}$  de TFA 95%

## Ruta de Síntesis Sol-Gel de membranas PDMS y APTES.



**Se agitó en vórtex por 2 minutos a velocidad 7**



**Someter a un baño ultrasónico por 5 minutos.**

## Obtención de membranas PDMS-PEGsi-C Y PDMS-APTES.

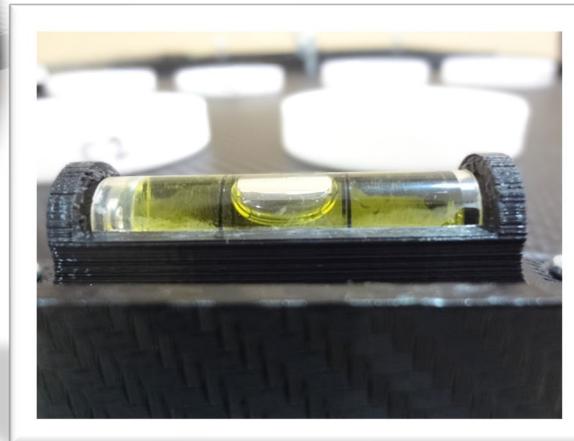
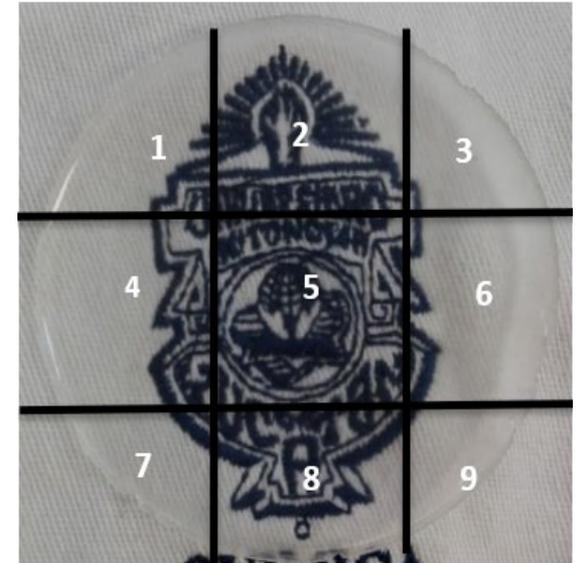


Se sometió a un proceso de curado en una estufa con vacío



## Medición de espesor

Medición de espesor en 10 puntos diferentes de las membranas con un medidor Mitutoyo



Puntos tomados para realizar la medición de espesor.

Soportes niveladores

# Caracterización

## Resistencia a solventes

Metanol, acetonitrilo, isooctano, acetato de etilo, acetona y agua, etanol, mezclas.



Minutos en vórtex

Minutos en ultrasonido

Pesar antes y después de cada tiempo:  
Ganancia/Perdida de Peso

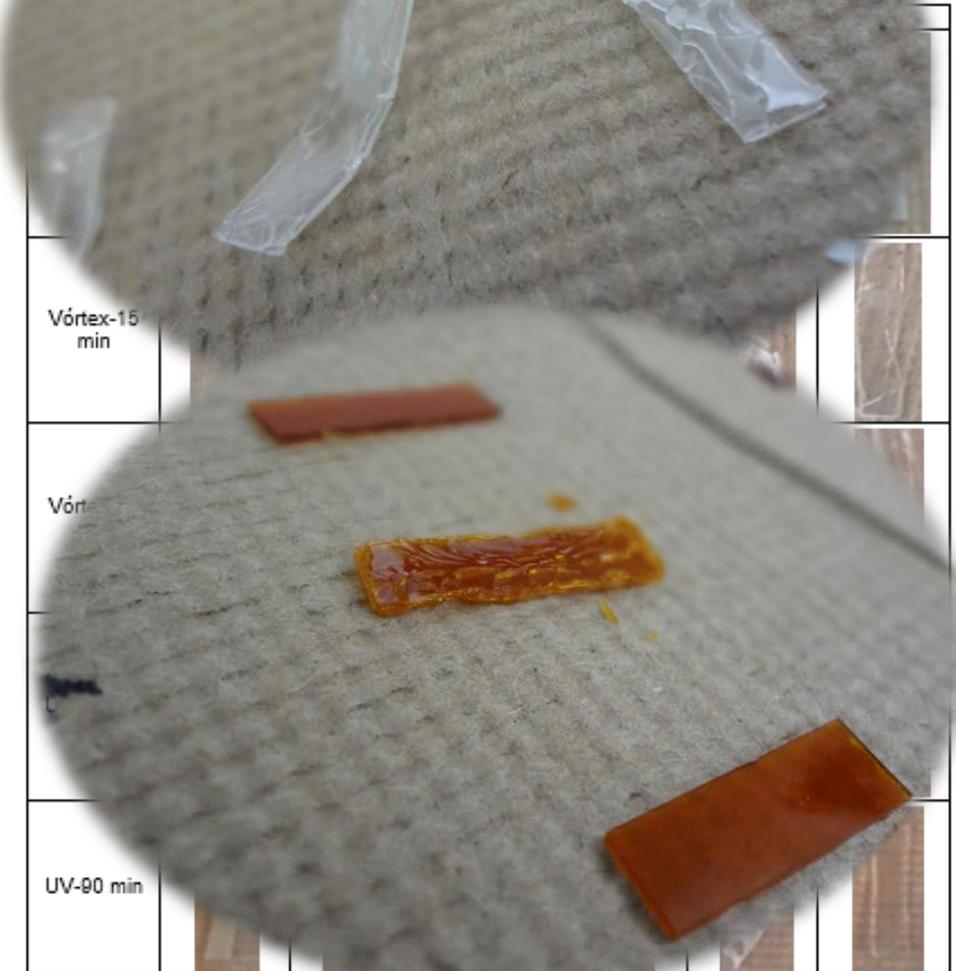
## Resistencia a diferentes pH

Inmersión en diversos pH: 1, 3, 6, 9, 12 con HCl y NaOH

Tiempos de: 3, 6, 24 y 48 horas



Membranas: Vortex 15 minutos.



Ángulo de contacto  
(Técnica de la gota sésil)

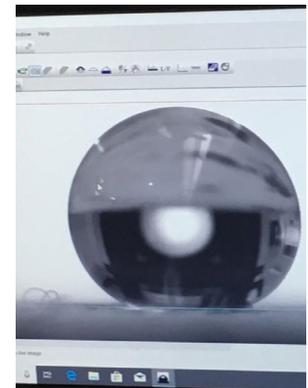
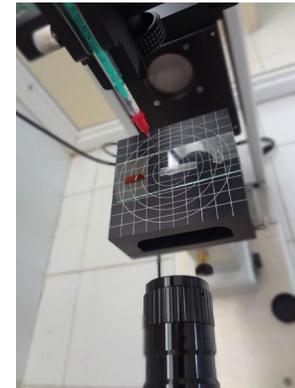
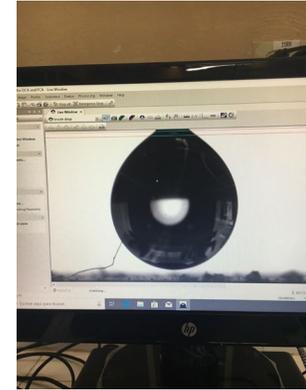
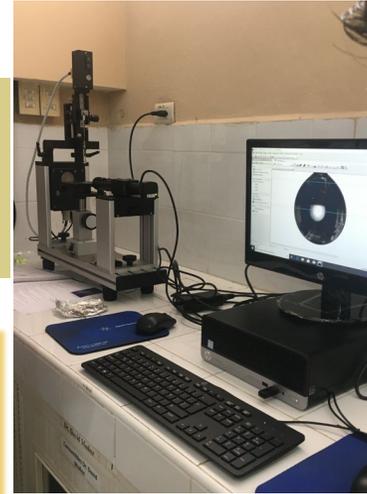
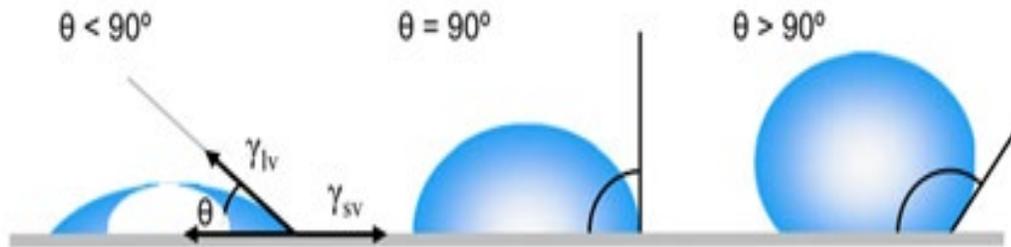
Formado por la intersección entre la interface sólida-líquida y líquida-vapor

Línea de contacto de tres fases

Determina de humectabilidad y la polaridad

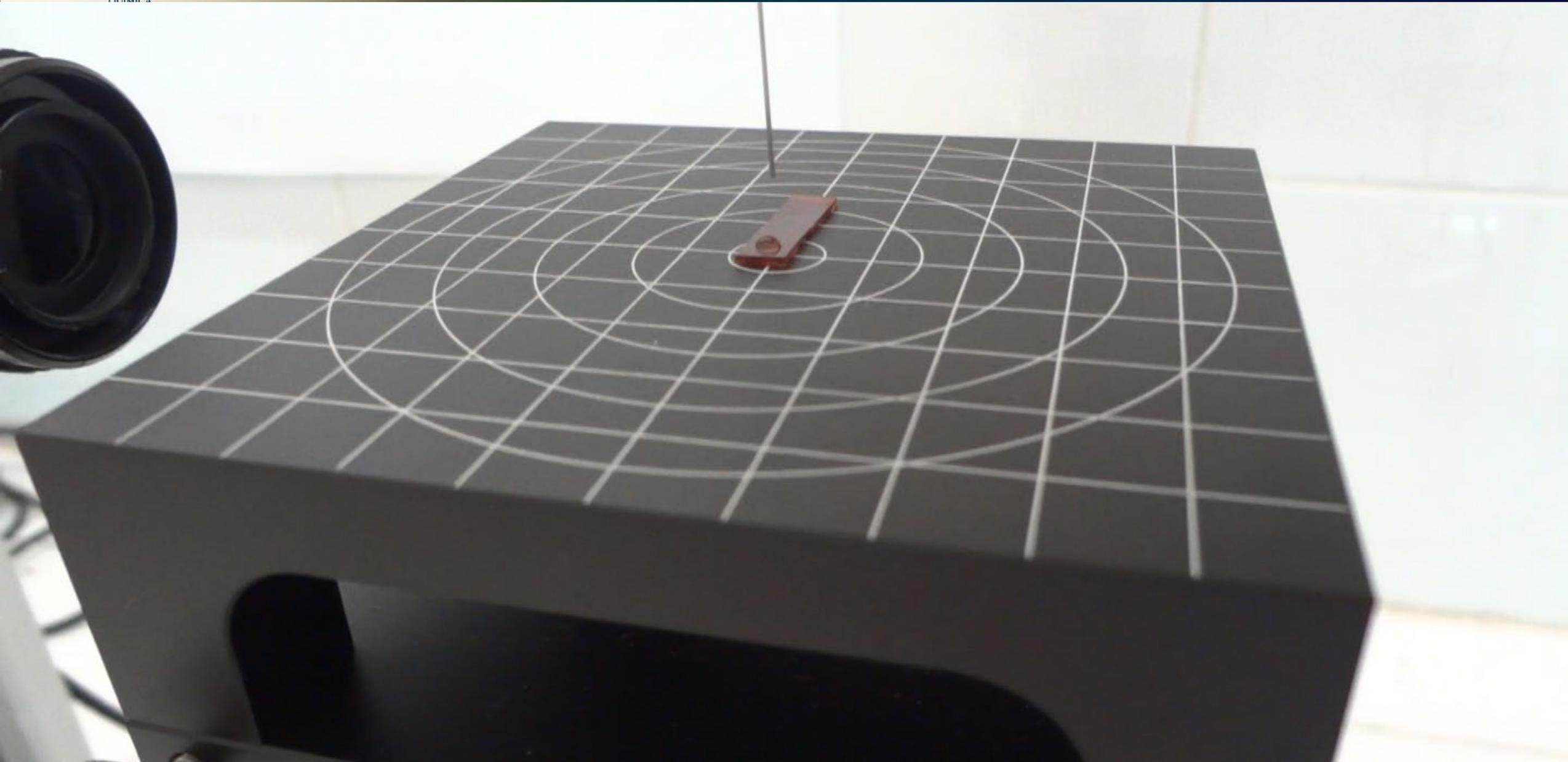
Hidrofóbico

Hidrofílico



Esquema de diferentes ángulos de contacto mediante el uso de la técnica de la gota sésil en una superficie homogénea. (Tomado de: Bracco, G. y Holst, B.; (2013))

**OCA 15E** software de control, medición y análisis SCA 30 de la marca **Dataphysics**,





Centro de  
Investigación  
Científica de  
Yucatán, A.C.

Dr. Manuel de Jesús Aguilar Vega  
Grupo de Membranas

## Análisis Termogravimétrico (TGA)

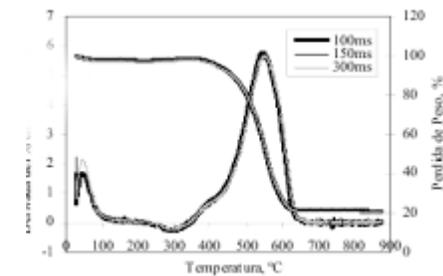
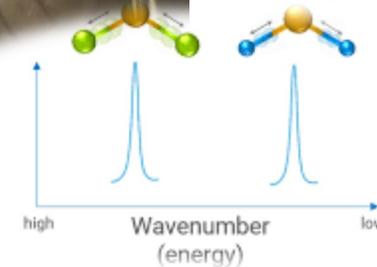
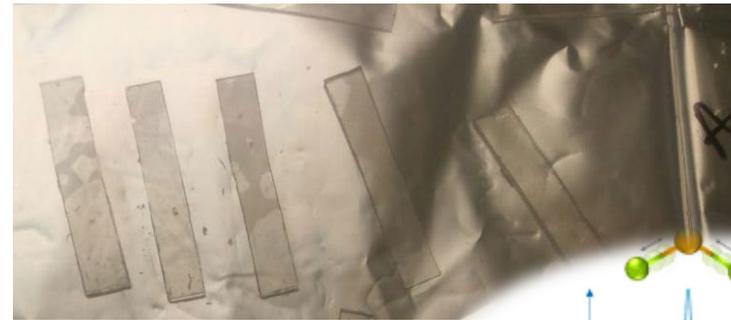
Flujo de 20 mL/min,  
Intervalo de temperatura de 50 °C a 800 °C  
Velocidad de calentamiento de 10 °C/min.



## Análisis por FTIR



Realizar en 60 SCAN  
y de 4000–500  $\text{cm}^{-1}$

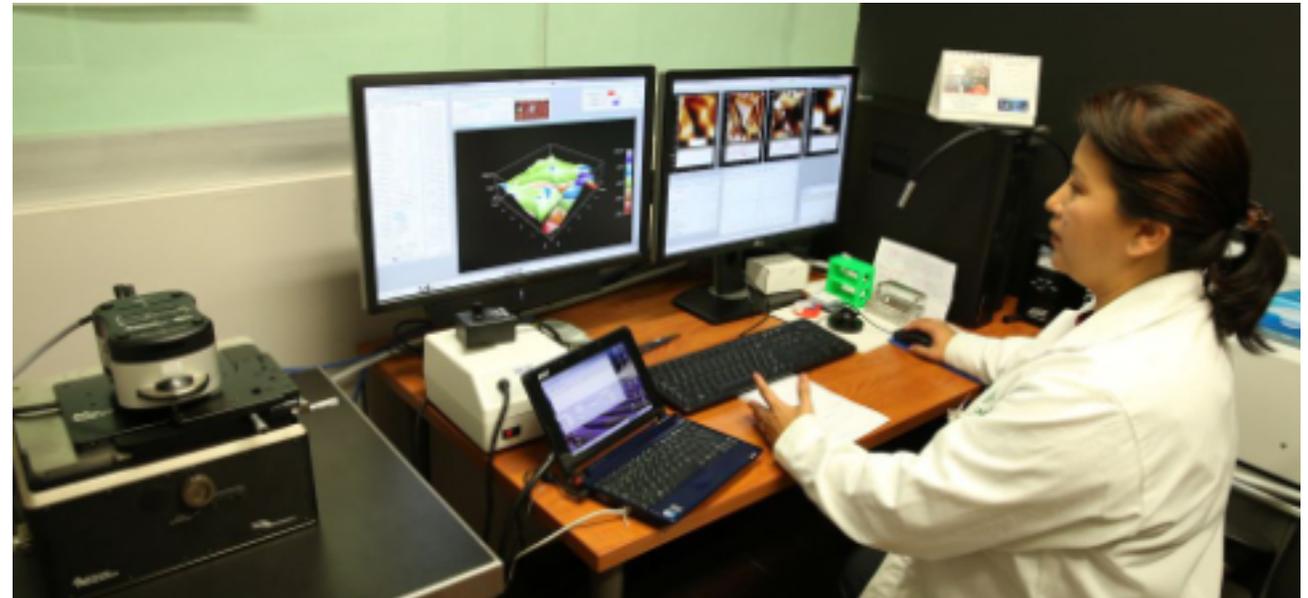




Dr. Alfredo Rafael Vilchis Nestor  
Cuerpo Académico nanomateriales de la  
UAEM

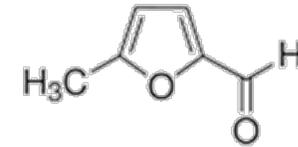
Microscopía  
Electrónica

Centro Conjunto de Investigación  
en Química Sustentable,  
Universidad Autónoma del  
Estado de México (UAEM-  
UNAM)

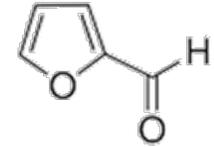




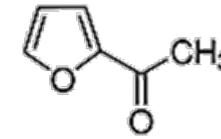
## Antibióticos



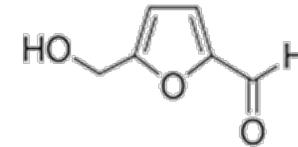
5-Metil furfural  
(5-MFA)



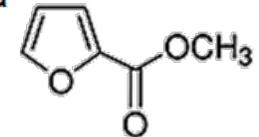
Furfural  
(2-FAL)



2 Furil metil cetona  
(2-FMC)

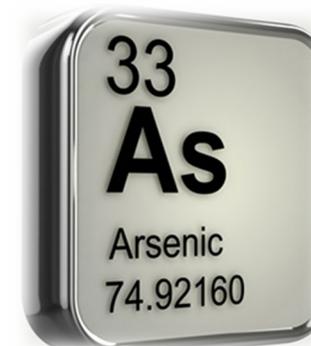
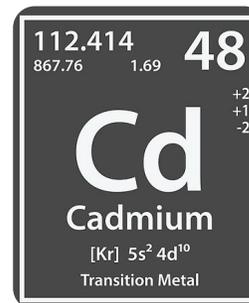


5-Hidroxi metil furfural  
(5-HMF)



Metil 2-furoato  
(FEMA)

## Derivados furánicos



## Metales



## Facultad de Ingeniería Química, Universidad Autónoma de Yucatán (FIQ-UADY).

Centro de Investigación en  
Química Sustentable, Universidad  
Autónoma del Estado de México  
(CIQS-UAEMEX)



Centro de Investigación  
Científica de Yucatán, CICY.



*Facultad de Ingeniería Química*  
**CAQFA**

Dr. Cristian Carrera Figueiras

Dr. Alejandro Ávila Ortega

Dr. Jesús A. Barrón Zambrano

Dr. David Muñoz Rodríguez

Dr. Erbin Uc Cayetano

*Centro de Investigación Científica de Yucatán,  
CICY.*

Dr. Manuel de Jesus Aguilar Vega

Dra. Rita R. Sulub Sulub

M. en C. Maria Loria Bastarrachea

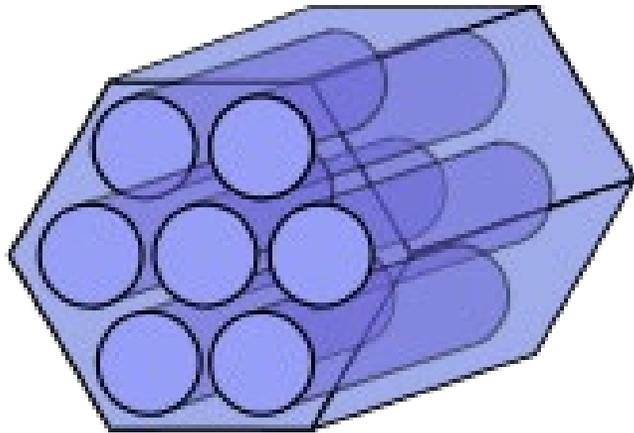
*Centro de Investigación en Química Sustentable,  
Universidad Autónoma del Estado de México  
(CIQS-UAEMEX).*

Dr. Alfredo Rafael Vilchis Nestor

M. en C. Alejandra Núñez

## “Evaluación de partículas MCM-41 funcionalizadas con grupos aminos mediante el método post y co-síntesis para la adsorción de iones metálicos de soluciones acuosas”

**Tesis presentada por:**  
**Br. Cahum Ku Cinthia Mariela**  
**Junio 2020**



Estructuras hexagonal del material mesoporoso MCM-41



La adsorción es un método económico y efectivo usado para la remoción de los metales pesados en las aguas residuales.<sup>7</sup>

Carbón  
activado

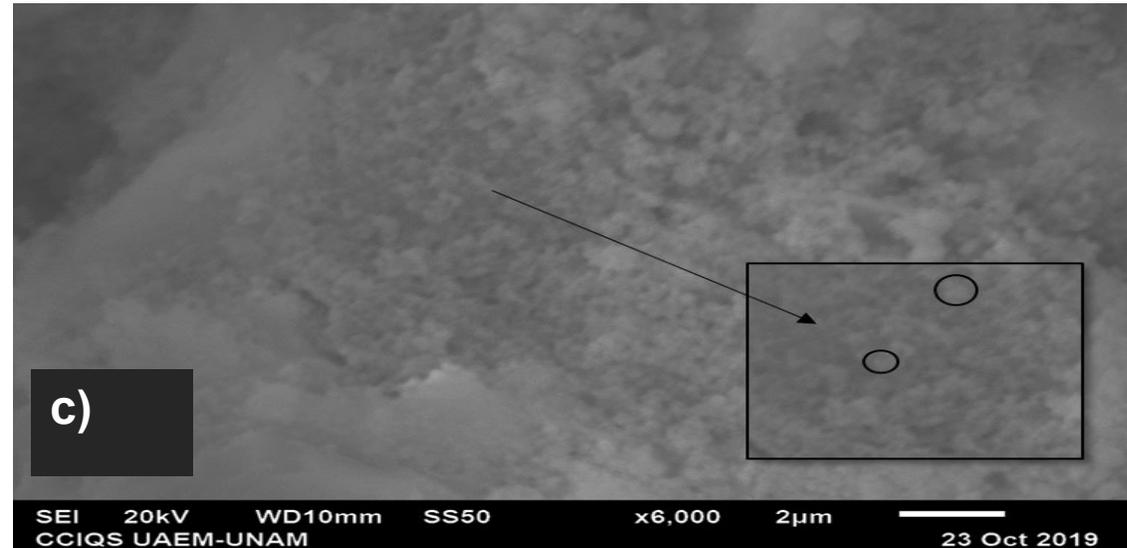
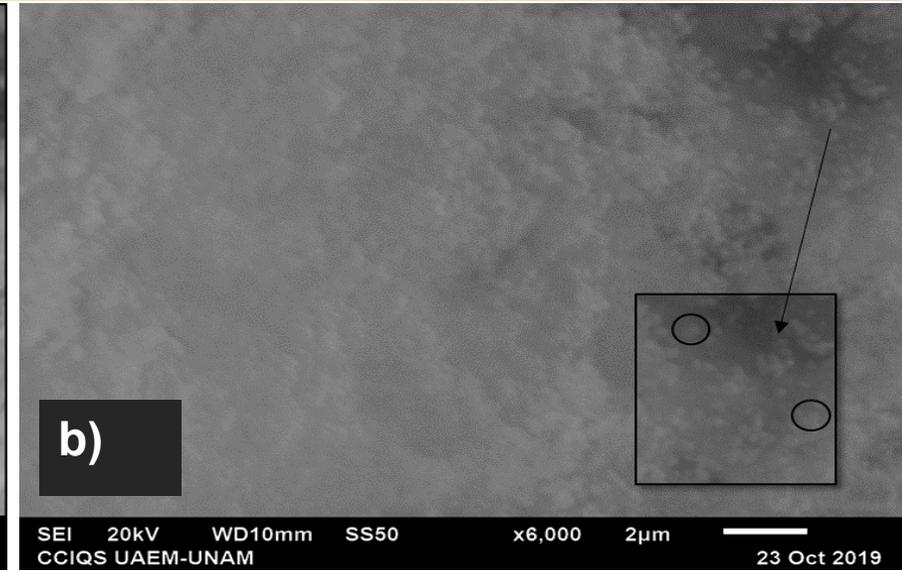
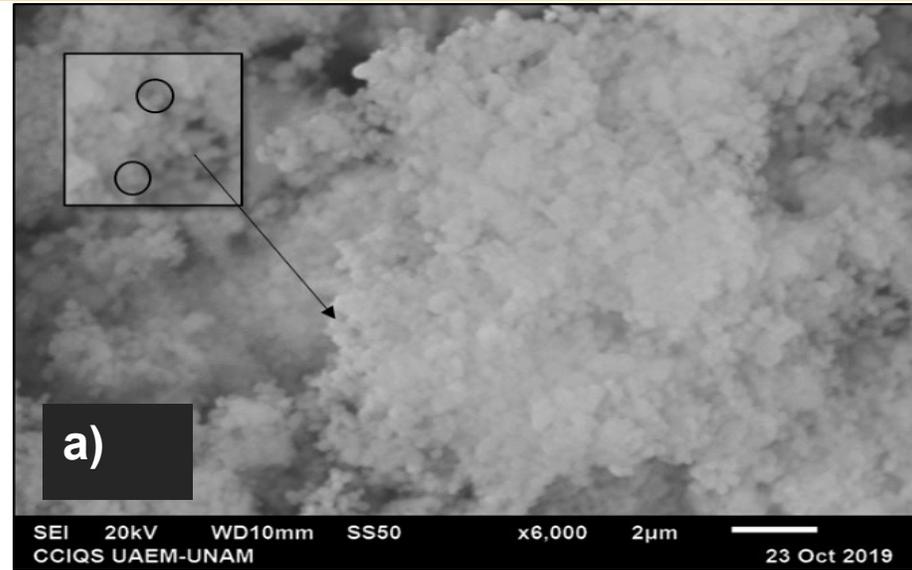
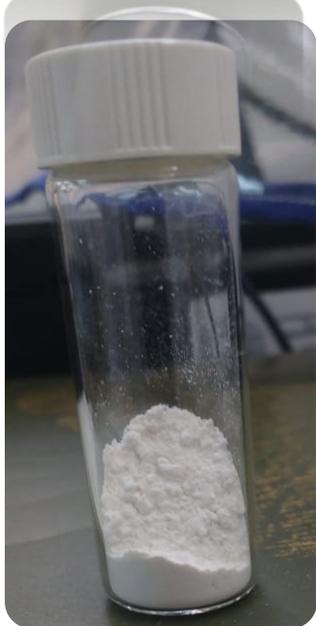
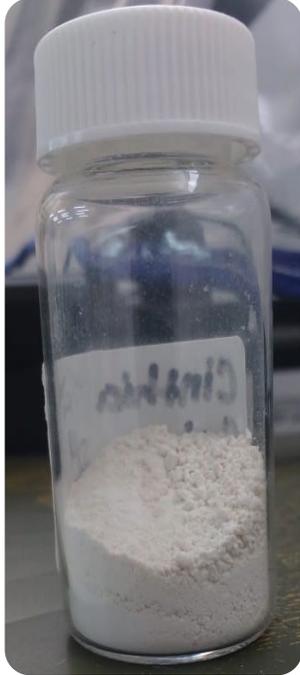
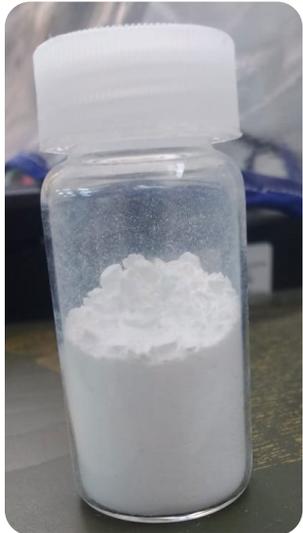
Zeolitas

Alúmina

- Las partículas MCM-41 han utilizadas en diversas aplicaciones. El uso de estos materiales se ha ido usando para extraer contaminantes encontrados en el medio ambiente.

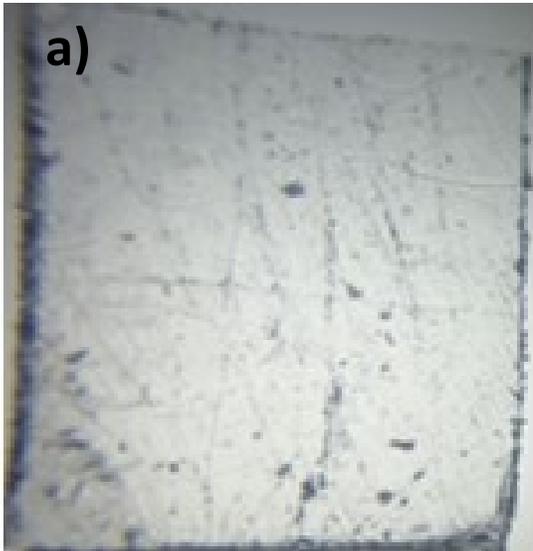
**Tabla.** Estudios realizados con partículas MCM-41.

Aplicaciones	Grupo funcional	Extracciones
Extracción de colorantes.	Amino. <sup>18</sup>	Tintes
Aire contaminado.	Amino. <sup>19</sup>	Dióxido de carbono
Remoción de metales en agua.	Mercaptopropilo. <sup>20,21</sup>	Hg
Remoción de metales en agua.	Aminopropiltritoxisilano. <sup>22</sup>	Hg, Cu, Ni, Au
Remoción de metales divalentes en agua.	Acetilacetona. <sup>14</sup>	Cu (II), Ni (II) y Co (II)
Remoción de metales en agua.	Quitosano. <sup>23</sup>	Pb (II)



**Figura 8.** Micrografías del análisis SEM 2μm y 6,000x (a) MCM-41 (b) MCM-41-N<sub>co</sub> y (c) MCM-41-N<sub>pos</sub>

Impregnación de un compuesto quelante en la membranas híbridas sintetizadas por sol-gel para obtener una respuesta colorimétrica



Membrana impregnada de ditizona después de ser sumergida en solución acuosa en presencia de plomo



- ❖ Simplicidad
- ❖ costo-beneficio
- ❖ rápida respuesta
- ❖ Portabilidad
- ❖ miniaturización

Membrana TEFS-PDMS

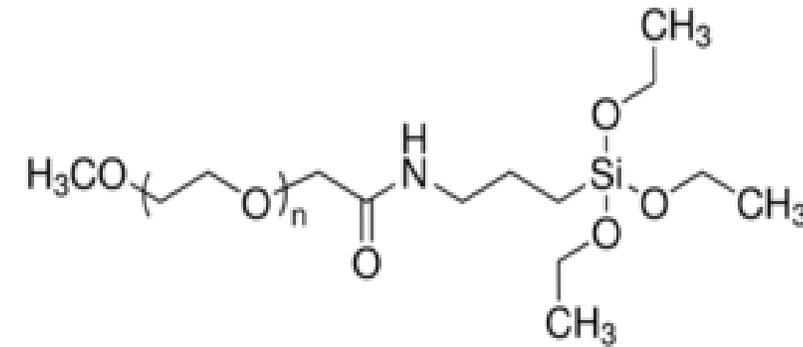
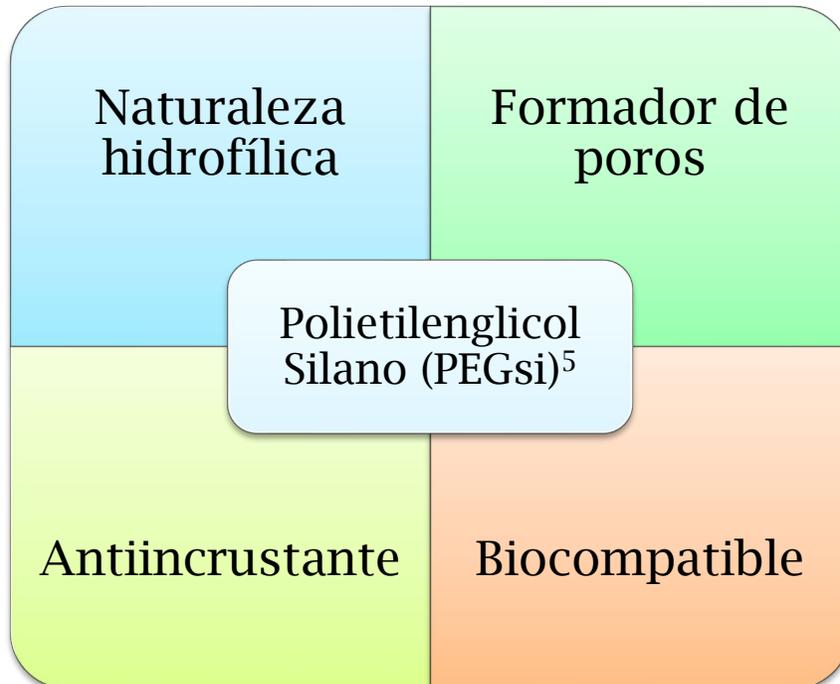
a) Sin impregnación b) impregnada con ditizona

As	Cd	Cu	Hg	Pb
Arsenic	Cadmium	Copper	Mercury	Lead

## Síntesis y caracterización de membranas poliméricas basadas en PDMS-PEGsi y PDMS-APTES

Tesis presentada por:

**Br. María Luisa Alonzo Balam**



*Estructura general del PEG-Silano.*

La adición del PEGsi como fase polimérica orgánica al PDMS, supondría la modificación de la afinidad hidrofóbica y no polar del PDMS, sin comprometer su estructura.

# PRODUCTOS



## UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE YUCATÁN

DIRECCIÓN GENERAL DE DESARROLLO ACADÉMICO  
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA  
Campus de Ciencias Exactas e Ingenierías  
FACULTAD DE QUÍMICA  
Campus de Ciencias de la Salud

"Evaluación de partículas MCM-41 funcionalizadas con grupos amino mediante el método post y co-síntesis para la adsorción de iones metálicos de soluciones acuosas"

Tesis presentada por

"Cinthia Mariela Cahum Ku"

En opción al título de

Licenciada en Química Aplicada

Directores de tesis

Dra. Yamile Pérez Padilla  
Dr. Jesús Alberto Barrón Zambrano

Mérida, Yucatán, México.

2020



## UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE YUCATÁN

DIRECCIÓN GENERAL DE DESARROLLO ACADÉMICO  
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA  
Campus de Ciencias Exactas e Ingenierías  
FACULTAD DE QUÍMICA  
Campus de Ciencias de la Salud

"SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE MEMBRANAS  
POLIMÉRICAS BASADAS EN PDMS-PEGsi y PDMS-APTES"

Tesis presentada por

María Luisa Alonzo Balam

En opción al título de

Licenciada en Química Aplicada

Director de tesis

Dra. Yamile Pérez Padilla

Mérida, Yucatán, México.

2020



**CUERPO ACADÉMICO DE QUÍMICA FUNDAMENTAL Y APLICADA**

---

# ESTUDIANTES

- Cinthia M. Cahum Ku  
Tesis de Licenciatura
- Maria Luisa Alonzo Balam  
Tesis de Licenciatura
- Rodrigo Javier Ruiz Us  
Estudiante de Maestría PICQB
- Maribel Dzul Cocom  
Tesis de Licenciatura
- Alexis Hau Medina  
Taller de Investigación I
- Irving Tare Ramírez Reyes  
Taller de Investigación I

The image is a collage of three main elements:

- Zoom Meeting:** A central Zoom window showing a grid of participants. Visible names include CINTHIA MARIELA CAHUM KU, MANIBEL COCOM@HOTMAIL.COM, SA ALONZO BALAM, and GASTON IVAN LOPEZ PECH. The meeting duration is 02:36:29.
- Microsoft Teams Interface:** A screenshot of the Teams application showing a list of teams. Visible teams include 'Pruebas', 'Mecánica Clásica TC G2', 'Temas de Física T...', 'de Física TC G2', 'Cuarto de Ensayos', and 'Termodinámica...'. A search bar at the top contains the text 'Buscar'.
- Chemical Synthesis Diagram:** A diagram titled 'Síntesis' illustrating a chemical process flow:
  - Sol-gel:** 14 mL TEOS and 30 mL EtOH are heated at 80°C for 2 hours.
  - Reflujo:** The product is refluxed for 6 hours in Toluene.
  - Post-síntesis:** The product is dried for 24 hours at 100°C.
  - Co-síntesis:** 14 mL TEOS and 15% APTES are heated at 80°C for 2 hours.
  - Reflujo:** The product is refluxed for 6 hours in HCl EtOH (200:10 mL).
  - Secado:** The product is dried for 24 hours at 100°C.
  - Surfactante:** The product is treated with a surfactant for 24 hours.

# Gracias por su atención



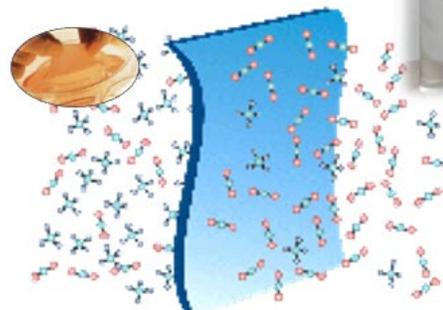
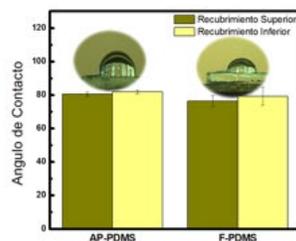
## Maestría en Ciencias Químicas y Bioquímicas Facultad de Ingeniería Química

### Temas de investigación:

- Síntesis de membranas orgánicas, híbridas y comestibles.
- Caracterización fisicoquímica, térmica y mecánica de membranas.
- Evaluación de membranas mediante técnicas de extracción de analitos de interés ambiental.
- Diseño y elaboración de barra de agitación para su empleo en Extracción por sorción en barras de agitación (SBSE) de diversos analitos



•Extracción sortiva con barra de agitación. Pocos recubrimientos comerciales alternativos a PDMS comercial.



### Estamos esperandote!!

**Dra. Yamile Pérez Padilla**

Doctorado en Materiales Poliméricos

Licenciatura en Ingeniería Química Industrial

contacto: [yamile.perez@correo.uady.mx](mailto:yamile.perez@correo.uady.mx)

Laboratorio Materiales y Análisis Instrumental