

Membranas biobasadas y nanocompuestos: innovación sostenible para su potencial uso en aguas residuales

Samuel Awobifa-Olaolu¹
Adolfo Romero-Galarza¹
Rosa Idalia Narro-Céspedes¹
S. Alejandro Lozano-Morales²
Corazón Giovanna Morales-Amaya³
Francisco J. González^{1,5}

1 Facultad de Ciencias Químicas-Universidad Autónoma de Coahuila. Boulevard Venustiano Carranza Ing. José Cárdenas Valdés S/N, República Oriente, Saltillo, Coahuila, México. CP. 25280.

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

3 Centro de Investigación en Química Aplicada. Blvd. Enrique Reyna Hermosillo # 140, Col. San José de los Cerritos, Saltillo, Coahuila, México. CP. 25294.

Autor para correspondencia: fgonzalezgonzalez@uadec.edu.mx.

Resumen

Actualmente la contaminación generada por la industria textil en el área de colorantes es una gran preocupación a nivel nacional e internacional. Una de las propuestas para mitigar esta problemática son la tecnología de membranas. En particular, las basadas en materiales compuestos y polímeros de naturaleza biodegradable han sido sujeto de estudio en las últimas décadas como reemplazo a las membranas a base de polímeros convencionales para tratamiento de aguas, esto debido a la creciente demanda de tecnologías sostenibles para dicha aplicación. Este trabajo aborda la preparación y el uso de nanocompuestos poliméricos empleando el ácido poliláctico y nanopartículas de dióxido de titanio (TiO₂) para su aplicación como membranas biodegradables. La adición de estas nanopartículas en la matriz del polímero mejora la estabilidad térmica y dota de propiedades fotocatalíticas, permitiendo la remoción de colorantes con potencial aplicación para el tratamiento de aguas residuales.

Palabras clave:

fotodegradación, polímeros biodegradables, remoción de colorantes.



Introducción

El acceso a agua limpia es fundamental para el desarrollo y la salud humana. Sin embargo, la actividad humana ha alterado de la calidad del agua y la búsqueda de soluciones en ese ámbito es una de las principales preocupaciones a escala mundial (Zhang *et al.*, 2022; Mojiri *et al.*, 2023). Entre algunos de los agentes contaminantes en el agua, existen sustancias químicas complejas y agentes ionizantes que son ampliamente usados como colorantes (Kumar *et al.*, 2022).

Uno de los factores que limitan la descomposición de estos colorantes cuando son liberados en aguas residuales es debido a sustancias químicas refractarias de la luz que dificultan la descomposición y degradación natural de estos compuestos (Blanchard y Mekonnen, 2022; Mahmood *et al.*, 2022). En los últimos años, las membranas poliméricas han recibido considerable interés para resolver diversos problemas ambientales, como la remoción de contaminantes, la separación de gases y la purificación del agua. Su versatilidad de morfología y estructura química las convierten en una excelente tecnología para diversas aplicaciones en ciencias ambientales.

El avance de estas depende de la fabricación de membranas con alta permeabilidad y selectividad, resistencia a la suciedad y estabilidad en entornos agresivos. Los métodos de fabricación de membranas han evolucionado en los últimos diez años, adoptando procesos que permiten modificar la porosidad, el espesor y las características superficiales de la membrana.

Métodos como la inversión de fase, el electrohilado, el ensamblaje capa a capa y la impresión 3D son procesos de fabricación innovadores que han permitido crear membranas con formas y funcionalidades personalizadas y así mejorar su rendimiento (Zhang *et al.*, 2022; Thiam *et al.*, 2022; Ren *et al.*, 2023; Karki *et al.*, 2024; Luo *et al.*, 2024; Wang y Wei, 2024).

Además, el desempeño de las membranas poliméricas se han incrementado mediante técnicas de funcionalización, como la modificación de superficies, la adición de nanomateriales funcionales, la mezcla de polímeros y la formación de compuestos, que permiten una separación selectiva, propiedades antiincrustantes y una mayor estabilidad mecánica (Kim *et al.*, 2022). Estas características aunadas a una mayor vida útil, buena estabilidad mecánica, térmica y química, bajo costo y mínimo mantenimiento, las han convertido en un método novedoso y prometedor para el tratamiento de aguas residuales (Mansoori *et al.*, 2020).

Uno de los materiales más prometedores para la fabricación de nuevas membranas poliméricas es el ácido poliláctico (PLA). Debido a sus cualidades como durabilidad, resistencia mecánica y transparencia, el PLA se ha consolidado como uno de los polímeros biodegradables más prometedores en diversas industrias, como la del embalaje, la automoción y la agricultura. Es un polímero hidrófobo debido a los grupos laterales $-CH_3$ presentes en su estructura química. Además, presenta resistencia a la hidrólisis gracias al efecto de apantallamiento estérico de los grupos laterales metilo.

El PLA es obtenido a partir del monómero ácido láctico (LA), un poliéster termoplástico alifático lineal. El LA existe en dos formas, L-LA y D-LA, que son isómeros especulares entre sí debido al átomo de carbono asimétrico en su molécula. Sus características fisicoquímicas son similares, la única distinción radica en la rotación de la luz polarizada plana generada químicamente (Jem y Tan, 2020; Taib *et al.*, 2023). No obstante, la estereoquímica, así como la distribución y proporción de L-LA y D-LA influyen directamente en las características mecánicas, térmicas del polímero, peso molecular y tiempo de degradación.

Por ejemplo, la poli(D-lactida) (PDLLA) es un polímero amorfo, mientras que el polímero obtenido a partir de la L-LA es un polímero semicristalino (Yuanfeng y Farmahini, 2016; Taib *et al.*, 2023). Para el caso del PLA semicristalino, este polímero está compuesto principalmente por bloques L-LA. Una propiedad muy relevante de los materiales poliméricos es la temperatura de transición vítrea (T_g), que indica la temperatura a la cual las áreas amorfas de los polímeros de PLA se ablandan desde su estado vítreo. La T_g oscila entre 50 y 70 °C tanto para PLA amorfos como semicristalinos.

En el presente trabajo, se estudió el efecto de la incorporación de TiO_2 en la membrana de PLA sobre el rendimiento fotocatalítico en la degradación de azul de metileno (MB). Para ello, se

prepararon membranas basadas en nanocompuestos poliméricos con distinta concentración de TiO_2 mediante el método de inversión de fase. Los materiales se caracterizaron mediante infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR), difracción de rayos-X (XRD), análisis termogravimétrico (TGA), calorimetría diferencial de barrido (DSC) y microscopía electrónica de barrido (SEM). Se relacionaron las propiedades fisicoquímicas de los materiales con la actividad fotocatalítica en la degradación de MB a temperatura ambiente bajo luz UV.

Materiales y métodos

Preparación de nanocompuestos poliméricos de PLA/ TiO_2

El PLA utilizado fue proporcionado por Prospector y obtenido de IngeoTM 3001D. Las partículas de óxido de titanio (TiO_2) se sintetizaron siguiendo la metodología reportada (Romero-Galarza *et al.*, 2014). Todos los disolventes empleados fueron de alta pureza. La síntesis de las membranas de PLA por el método de inversión de fases se realizó disolviendo 1.5 g de pellets de PLA en 10 ml de N, N-dimetilformamida (DMF), agitando a 250 rpm a una temperatura de 120 °C durante 20 min para obtener una mezcla homogénea de la disolución.

La solución se vertió en una placa de vidrio antes de colocarla en un baño de coagulación durante 24 h. Para preparar la membrana con TiO_2 se realizó el mismo procedimiento adicionando una cantidad determinada de TiO_2 1% (15 mg), 2% (30 mg) y 4% (60 mg) en peso a la solución bajo las mismas condiciones experimentales.

Técnicas de caracterización

Las micrografías SEM de las membranas se obtuvieron con un equipo JEOL JSM-7401F. Para el análisis FTIR, se empleó un equipo Nicolet iS10 con un accesorio de reflectancia total atenuada universal (UATR). Los espectros IR se midieron en un rango de intervalo de 4 000 cm^{-1} a 400 cm^{-1} con una resolución de 4 cm^{-1} y 30 barridos. El análisis de la cristalinidad de la membrana se realizó mediante XRD con un equipo X PanAnalytical Empyrean con radiación de $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda = 1.54 \text{ \AA}$) en un rango de 10°-80°, a una velocidad de barrido de 0.026° s^{-1} .

La estabilidad térmica de la membrana se determinó mediante TGA con un equipo Perkin Elmer Pyris 8000 a una velocidad de calentamiento de 20 °C min. Las muestras se escanearon en un rango de temperatura de 30 °C a 800 °C, utilizando nitrógeno como gas de purga. Las propiedades térmicas de la membrana se determinaron mediante calorimetría diferencial de barrido con un DSC Perkin Elmer Diamond, de -5 °C a 200 °C, a una velocidad de calentamiento de 10 °C min, manteniéndose durante 1 min a 200 °C y enfriando de 200 °C a -5 °C a una velocidad de enfriamiento de 10 °C min, manteniéndose durante 1 min a -5 °C y un segundo calentamiento de -5 °C a 200 °C a 10 °C min, todo el análisis en atmósfera de nitrógeno gaseoso.

Las curvas representadas corresponden al segundo calentamiento. La temperatura de transición vítrea (T_g) y la temperatura de fusión (T_m) se determinaron de acuerdo con los resultados de DSC. El grado de cristalinidad (X_c) se estimó mediante el valor de la entalpía de fusión, de acuerdo con la ecuación:

$$X_c = \frac{\Delta H_m}{\Delta H_m^0} \times 100$$

1). Donde: ΔH_m y ΔH_m^0 representan la entalpía de fusión obtenida experimentalmente y la del PLA 100% cristalino respectivamente, la última con un valor de 93 J g^{-1} (Carmona *et al.*, 2015).

Análisis de adsorción de MB bajo radiación visible

Para realizar las mediciones de adsorción de azul de metileno por la membrana, esta se recortó en forma geométrica de cuadrado con medidas 3 × 3 cm y se colocó dentro del crisol con 50 ml de una disolución acuosa de 5 ppm de MB bajo agitación continua. Se tomaron alícuotas de la solución de tinte cada 10 min hasta alcanzar los 80 min.

Las alícuotas se midieron con un espectrofotómetro HACH DR6000 UV-vis con un sistema óptico de haz de referencia, velocidad de escaneo de 900 nm min^{-1} , registrando datos cada nm, empleando como fuente una lámpara de tungsteno (370-1 100 nm) y deuterio (190-370 nm). El rango de la medida fue de 400 nm a 850 nm y la metodología se representa en la Figura 1.

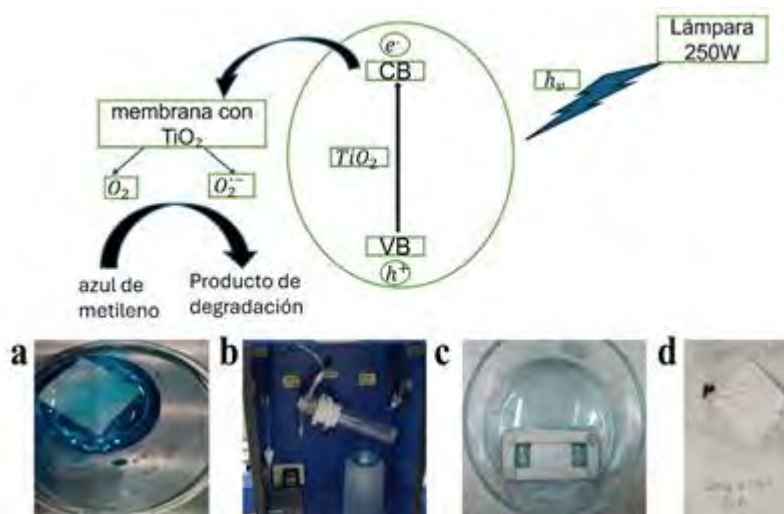
Figura 1. Metodología de análisis de la adsorción de azul de metileno. a) preparación de la solución de MB; b) membrana en contacto con la solución; c) agitación del MB y d) membranas con el MB adsorbido.



Prueba de fotólisis y degradación fotocatalítica de MB

Para las pruebas de fotólisis y fotodegradación del MB, de forma similar a las pruebas anteriormente descritas. Primeramente, para las pruebas de fotólisis, se midieron 50 mL de solución (5 ppm) y se vertieron en el crisol sin la membrana suspendida. Se irradiaron 250 W de luz UV (254 nm) empleando un fotoreactor durante 80 min. Se tomaron alícuotas después de 10 min y se midieron con un espectrofotómetro UV-Vis bajo las mismas condiciones que las medidas de la sección anterior a una $\lambda_{\text{máx}} = 665 \text{ nm}$. Se siguió el mismo procedimiento para la fotodegradación del MB, pero con la membrana dentro de la solución, como se muestra en la Figura 2.

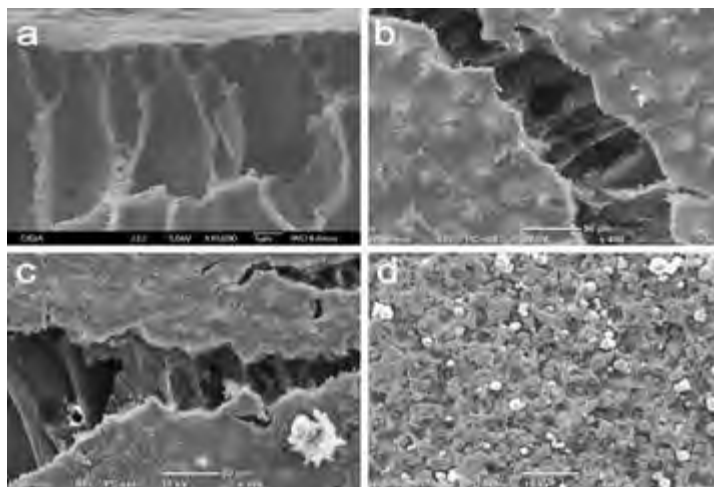
Figura 2. Proceso de fotodegradación del MB. a) membrana en contacto con la solución; b) fotodegradación del MB con un fotoreactor; c) solución de MB con la membrana después de algunos minutos de fotodegradación; d) membrana después del proceso de fotodegradación del MB.



Resultados y discusión

Mediante la microscopía SEM fue posible identificar la porosidad de la membrana y la incorporación de nanopartículas a su superficie. La morfología de las membranas preparadas con PLA y PLA/TiO₂ se muestra en las micrografías de la Figura 3. En la Figura 3a, se observó que el PLA puro presenta una morfología que consiste en una capa superficial densa sostenida por una subcapa interna más porosa.

Figura 3. a) micrografías SEM del PLA; b) de las membranas de PLA/TiO₂ a 1%; c) 2% y d) 4% en peso.

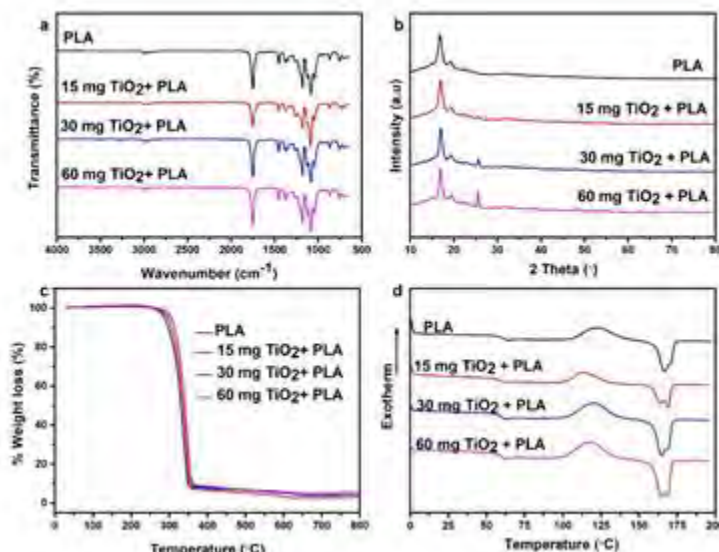


Esto es debido al método de inversión de fase, que permite el movimiento de las moléculas de polímero de PLA y la formación de una membrana porosa durante el proceso (George *et al.*, 2024). La Figura 3b-d muestra la morfología de las membranas formadas por los nanocompuestos de PLA/TiO₂ a diversas concentraciones de TiO₂. En las micrografías se observó que existe una aglomeración de las nanopartículas de TiO₂ en la membrana.

Este efecto es conocido que tiene un efecto en el bloqueo de los poros de la membrana a medida que aumenta la concentración de nanopartículas de TiO₂ (Hickman *et al.*, 2018; George *et al.*, 2024). Se empleó la espectroscopía FTIR para caracterizar la estructura química y grupos funcionales tanto de la membrana pura como de las membranas de los nanocompuestos, como se muestra en la Figura 4.



Figura 4. Caracterización fisicoquímica de las membranas preparadas. a) espectros FTIR; b) difractogramas XRD; c) curvas de TGA y d) DSC del PLA puro y los nanocompuestos con TiO_2 .



La Figura 4a presentó los espectros FTIR del PLA y de los materiales preparados con TiO_2 . En el gráfico mostrado, las vibraciones de estiramiento asimétricas y simétricas de los enlaces C-H y CH_3 están representadas por las bandas a 2995 cm^{-1} y 2948 cm^{-1} . La vibración de estiramiento C=O del grupo éster del PLA se atribuye a la banda que se encuentra en 1750 cm^{-1} . Por otra parte, las bandas características de la deformación simétrica y asimétrica del $-\text{CH}_3$ son bandas en 1453 y 1378 cm^{-1} .

La vibración de estiramiento del enlace C-O-C se atribuye a la banda localizada en 1187 cm^{-1} , mientras que la deformación simétrica y asimétrica de C-H está asignada por las bandas de 1381 y 1360 cm^{-1} . Las tres bandas entre 1044 cm^{-1} representan las vibraciones de estiramiento de los enlaces C-O-C y a 870 cm^{-1} para el enlace C-C y a 954 cm^{-1} aparece la vibración oscilante del grupo $-\text{CH}_3$. Finalmente, las bandas asignadas a las fase amorfa y cristalina del PLA aparecen a 870 cm^{-1} and 754 cm^{-1} (González *et al.*, 2018; Furukawa *et al.*, 2005; Salahuddin *et al.*, 2020).

Es de notar que la adición de las nanopartículas de TiO_2 no tiene un efecto notorio en la posición de las bandas y su intensidad, al comparar los espectros de las membranas de los nanocompuestos en comparación con el espectro del PLA puro. La cristalinidad del PLA puro y los nanocompuestos se analizó por medio de XRD como se ilustra en la Figura 4b. En el gráfico se muestran los espectros con los picos cristalinos de PLA puro y diferentes concentraciones de nanopartículas de TiO_2 . El difractograma del PLA puro muestra dos picos distintivos a 16.8° y 19.2° , correspondientes a la reflexión de los planos (200) y (203) (Inai *et al.*, 2005; Thomas *et al.*, 2020).

Asimismo, a partir del difractograma, la membrana compuesta presentó un patrón de DRX que confirmó la presencia de PLA con los dos picos mencionados anteriormente y TiO_2 (fase anatasa) en la membrana del compuesto. Los valores de 2θ de los picos obtenidos del PLA de la membrana del compuesto aparecen en 17° , 19.3° y el resto de los picos que encuentra en 25.6° , 38° , 48.3° , 54.3° y 55.3° corresponden la fase anatasa de TiO_2 .

A pesar de que el análisis FTIR no mostró evidencia de la presencia de TiO_2 , por medio de XRD fue posible confirmar la presencia de las nanopartículas en todas las membranas. Asimismo, se observa que la intensidad de los picos característicos aumenta con el incremento de la concentración de las nanopartículas. Esto ya ha sido observado por otros autores lo que confirma la incorporación de las nanopartículas en el material compuesto (Mhlanga y Ray, 2014; Hou *et al.*, 2018).

Se utilizó el análisis TGA para identificar y cuantificar la estabilidad térmica de los materiales preparados. Las curvas de TGA se representan en la Figura 4c en las que se identifica un proceso de degradación en una sola etapa. Este ocurre desde 282 °C hasta 351 °C en el PLA puro, desde 287 °C hasta 358 °C para el material con 1 wt. % de TiO₂; desde 291 °C hasta 360 °C para el que contiene 2 wt.% y desde 291 °C hasta 365 °C para el de 4 wt.% de TiO₂.

Por otra parte, la masa restante al final de las mediciones corresponde al residuo de material inorgánico. La figura demuestra que la adición de las nanopartículas de TiO₂ confiere una mejora de la estabilidad térmica y temperatura de descomposición lo que coincide con lo reportado por otros autores (González *et al.*, 2018). Como se observó en la Figura 4d, el análisis de DSC fue empleado para determinar las propiedades térmicas y transiciones de las membranas preparadas.

El Cuadro 1 recoge los datos obtenidos de DSC, como son la temperatura de transición vítrea (T_g), la temperatura de fusión (T_m) y la temperatura de cristalización fría (T_{cc}). Debido al característico comportamiento de fusión y recristalización del PLA, tanto el PLA puro como los nanocompuestos presentan dos picos de fusión, la primera a una temperatura de 166.4 °C para el PLA y ligeramente menor para el resto de los materiales con TiO₂. El segundo pico ocurre debido a la recristalización y fundido de los cristales formados durante el proceso de calentamiento del DSC, lo cual ya ha sido observado anteriormente por otros autores (Sarasua *et al.*, 1998; Teamsinsungvon *et al.*, 2022).

Cuadro 1. Propiedades térmicas obtenidas mediante DSC del PLA puro y los nanocompuestos.

Muestra	T _g (°C)	T _{m1} (°C)	T _{m2} (°C)	T _{cc} (°C)
PLA	62.4	166.4	170.6	122.6
15 mg TiO ₂ + PLA (1 wt. %)	60.8	163.6	168.8	112.8
30 mg TiO ₂ + PLA (2 wt. %)	62.1	164.8	168.8	120.1
60 mg TiO ₂ + PLA (4 wt. %)	61.8	164.5	168.8	117.4

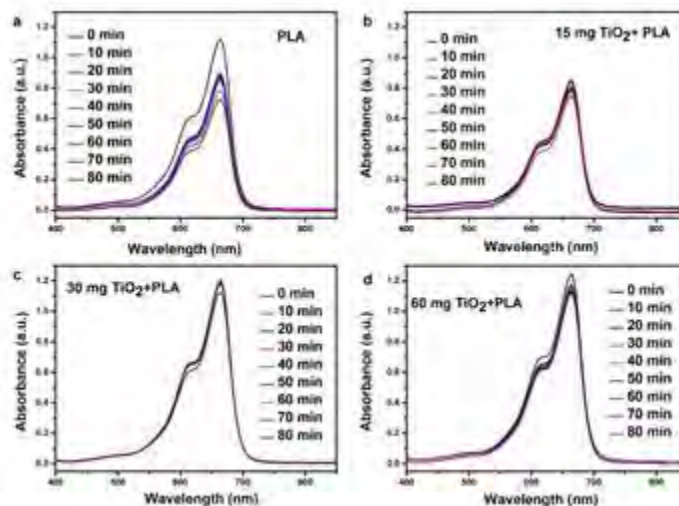
Como se mencionó en este párrafo, la adición de las nanopartículas de TiO₂ tiene un ligero efecto en la temperatura de fusión del PLA, lo que sugiere que estas partículas no afectan de manera significativa el arreglo de las cadenas macromoleculares de polímero y su cristalinidad bajo las mismas condiciones de procesamiento, lo cual concuerda con lo que otros autores han reportado (Liu *et al.*, 2013; Wang *et al.*, 2013; González *et al.*, 2018).

Pruebas de adsorción de MB

La Figura 5 mostró los espectros UV-Vis cuya absorbancia correspondió con la adsorción de azul de metileno por las membranas y el Cuadro 2 mostró el (%) de adsorción de MB. Los resultados obtenidos muestran que el PLA experimenta el mayor porcentaje de adsorción ya que a 80 min degrada un 69.4% que es mucho mayor que las membranas preparadas a partir de los nanocompuestos, que en el mejor de los casos logra una adsorción del 14.97%. Este comportamiento es debido a la naturaleza porosa de las membranas de PLA que fue confirmado por las micrografías presentadas anteriormente.



Figura 5. Espectros UV-Vis representando la adsorción de MB a distintos tiempos para el PLA y las membranas con TiO_2 : a) PLA; b) 15 mg TiO_2 +PLA; c) 30 mg TiO_2 +PLA y d) 60 mg TiO_2 +PLA.



Cuadro 2. El % de remoción de MB por las membranas preparadas bajo radiación visible.

Muestra	Tiempo (min)								
	0	10	20	30	40	50	60	70	80
(%) adsorción									
PLA	0	30.9 ±9.5	33.7 ±8.1	33.4 ±7.8	28.1 ±8.2	30.6 ±7.5	35.8 ±8.6	54.3 ±12	69.4 ±15
15 mg TiO_2 + PLA	0	18.8 ±3.9	5.52 ±1.2	0 ±0.2	0 ±0.2	0 ±0.2	0 ±0.2	0 ±0.2	0 ±0.2
(1 wt. %)									
30 mg TiO_2 + PLA	0	0 ±0.2	0 ±0.2	0 ±0.2	0 ±0.2	0 ±0.2	0 ±0.2	0 ±0.2	0 ±0.2
(2 wt. %)									
60 mg TiO_2 + PLA	0	8 ±2.5	9.05 ±2.8	10.3 ±3.1	5.14 ±1.6	6.55 ±2.1	8.59 ±2.7	14.7 ±4.5	15 ±4.6
(4 wt. %)									

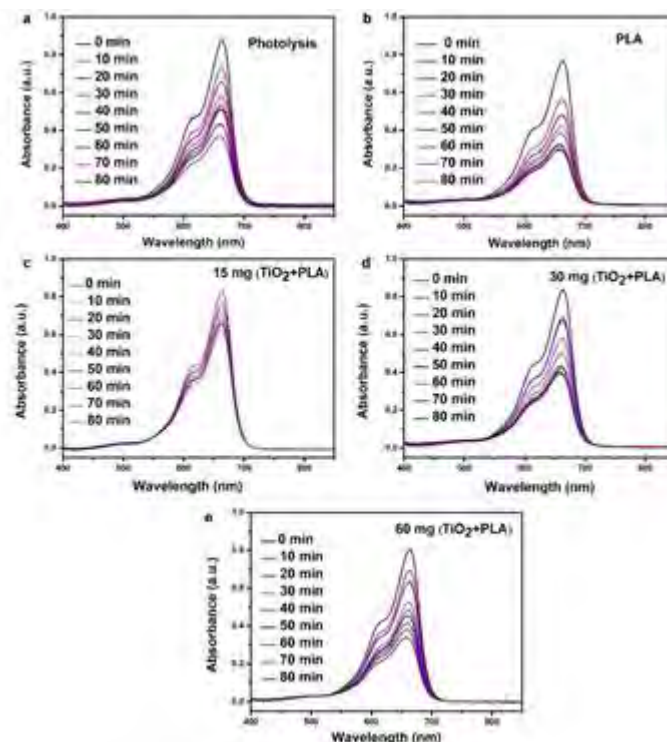
La adición de las nanopartículas de TiO_2 reduce la adsorción de MB, lo cual se explica ya que las nanopartículas cubren los poros del compuesto, que resulta en valores bajos de adsorción. Esto se evidencia en las muestras con 1% y 2% en peso de TiO_2 . No obstante, los resultados sugieren que a mayores concentraciones de TiO_2 , el efecto de la fotodegradación comienza a observarse.

Por ello, la muestra con 4% en peso de TiO_2 muestra cierto grado de degradación, aunque menor al del PLA puro. Esto confirma que, bajo condiciones de luz visible existen ambos mecanismos, aunque el efecto predominante en las membranas preparadas es el de adsorción.

Pruebas de fotodegradación de MB

La Figura 6 observó el espectro UV-Vis de la degradación del MB cuando las muestras son expuesta a radiación UV a 250 W. Los resultados obtenidos de la fotodegradación se indican en el Cuadro 3. Los resultados revelan un incremento en el (%) de degradación evidentemente debido a la acción de la radiación aplicada. Además, se observa una mayor degradación para la muestra con mayor contenido de TiO_2 , ya que la muestra con un 4% en peso de TiO_2 muestra un (%) de degradación de 49.6% a un tiempo de 80 min.

Figura 6. Espectroscopía UV-Vis de la fotodegradación de MB a distintos tiempos para el PLA y las membranas con TiO₂: a) Fotólisis; b) PLA; c) 15 mg TiO₂+PLA; d) 30 mg TiO₂+PLA y e) 60 mg TiO₂+PLA.



Cuadro 3. El (%) de remoción de las membranas preparadas bajo radiación UV.

Muestra	Tiempo (min)								
	0	10	20	30	40	50	60	70	80
Fotodegradación (%)									
Fotólisis	0	17.5 ±3.5	24 ±5.3	32.2 ±7.4	32.8 ±7.2	42.6 ±4.7	50 ±9.8	43.9 ±7.9	38.7 ±4.6
PLA	0	21.2 ±2.3	32.6 ±5.9	38.1 ±4.6	41.6 ±7.1	52.1 ±9.5	49 ±9.8	50.1 ±9	44.8 ±5.4
15 mg TiO ₂ + PLA (1 wt. %)	0	6.06 ±1.7	8.44 ±.1	10.7 ±4.3	14.2 ±4.2	16.5 ±1.7	19.6 ±3.9	14.8 ±2.2	15 ±2.7
30 mg TiO ₂ + PLA (2 wt. %)	0	15.6 ±2.8	15.3 ±2.8	25.4 ±5.3	32.9 ±6.3	41.1 ±6.2	37.1 ±8.2	41.4 ±6.2	39.1 ±7
60 mg TiO ₂ + PLA (4 wt. %)	0	12.9 ±1.9	18.5 ±2.8	29.2 ±8.8	33.7 ±6.7	36.3 ±5.1	39.7 ±4.4	43.6 ±4.8	49.6 ±7.9

Como se demostró en la Figura 2, la coloración e intensidad azul de la solución ha disminuido después del proceso, lo cual es debido al efecto catalítico de las nanopartículas de TiO₂ cuando se exponen a radiación UV. Además, de acuerdo con la caracterización morfológica, se confirmó la presencia de nanopartículas de TiO₂ distribuidas uniformemente en la superficie de la membrana, que actúan como sitios activos superficiales para el proceso de degradación fotocatalítica (Deepalekshmi et al., 2021; Mohammad y Atassi, 2021).

A partir de los datos presentados en el Cuadro 3, que con él % de fotodegradación de las membranas preparadas, se observa que a los 50 min el PLA puro presenta una máxima degradación de MB. Por otra parte, las membranas con TiO_2 presentaron un (%) de degradación gradual con el tiempo a tiempos mayores de 50 min, lo que implica cambios en la cinética de fotodegradación de los componentes, los cuales depende de la concentración de TiO_2 .

Si bien los porcentajes de remoción no son muy altos, es de destacar que los experimentos se realizaron en tiempos de hasta 80 min. Esto en contraste con lo reportado por otros autores empleando PLA, cuyos experimentos son de hasta 12 h. Esto presenta una ventaja en términos de eficiencia de tiempo-remoción con la ventaja adicional de tener una matriz de naturaleza biobasada como lo es el PLA.

Los resultados presentados las Figuras 5 y 6 y las Cuadros 2 y 3 permite diferenciar los mecanismos, tanto el de adsorción como el de fotocátalisis, que ocurren para degradación de este colorante y este tipo de membranas. En el caso del PLA predomina la adsorción, esto debido a la naturaleza porosa de las membranas permite capturar moléculas del colorante y que la presencia de las nanopartículas de TiO_2 inhiben la remoción.

Por otra parte, los resultados de fotodegradación sugieren que a medida que aumenta la concentración de TiO_2 la degradación del colorante comienza a ocurrir y aumenta gradualmente a medida que incrementa el tiempo de contacto de la luz ultravioleta con la disolución. Los resultados confirman la viabilidad del empleo de estas membranas como una alternativa sostenible para el tratamiento de aguas y remoción de colorantes como el MB para su potencial uso en plantas residuales.

Conclusiones

Se prepararon exitosamente membranas de PLA y de nanocompuestos de PLA- TiO_2 mediante el método de inversión de fase, que un método sencillo y fácilmente escalable para la producción de membranas. Se evaluó la capacidad de degradación de las membranas obteniendo una mayor degradación al añadir un 4% en peso de nanopartículas de TiO_2 , en un tiempo de 80 min.

Debido a la relación remoción-tiempo relativamente alta y que este proceso puede llevarse a cabo en entornos templados, las membranas fabricadas en trabajo pueden emplearse para eliminar colorantes como el MB de los efluentes industriales y las aguas residuales agrícolas. Sin embargo, perspectivas futuras de esta investigación podrían realizarse entorno a evaluar otras concentraciones de nanopartículas, así como estudios de pH y propiedades antibacteriales para proceder con la evaluación en aguas residuales reales.

Agradecimientos

Awobifa Olaolu Samuel con CVU: 1245789 agradece a CONAHCYT ahora SECIHTI por la beca otorgada para realizar sus estudios de doctorado, así como al Centro de Investigación en Química Aplicada (CIQA), por el apoyo e infraestructura para realizar las medidas de degradación del MB.

Bibliografía

- 1 Blanchard, R. and Mekonnen, T. H. 2022. Synchronous pyrolysis and activation of poly (ethylene terephthalate) for the generation of activated carbon for dye contaminated wastewater treatment. *Journal of Environmental Chemical Engineering*. 10(6):108810. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2022.108810>.
- 2 Carmona, V. B.; Corrêa, A. C.; Marconcini, J. M. and Mattoso, L. H. C. 2015. Properties of a biodegradable ternary blend of thermoplastic starch (TPS), Poly(ϵ -Caprolactone) (PCL)

- and Poly(Lactic Acid) (PLA). *Journal of Polymers and the Environment*. 23(1):83-89. <https://doi.org/10.1007/s10924-014-0666-7>.
- 3 Deepalekshmi, P.; Yara, E.; Sabari, N. and Mohammad, H. 2021. Core-Shell nano#bers of polyvinyl alcohol/poly(lactic acid)containing TiO₂ nanotubes for natural sunlight drivenphotocatalysis. *Macromolecular Materials and Engineering*. 307(2):2100482. <https://doi.org/10.1002/mame.202100482>.
 - 4 Furukawa, T.; Sato, H.; Murakami, R.; Zhang, J.; Duan, Y. X.; Noda, I.; Ochiai, S. and Ozaki, Y. 2005. Structure, Dispersibility, and crystallinity of poly(hydroxybutyrate)/poly(L - lactic acid) blends studied by ft-ir microspectroscopy and differential scanning calorimetry. *Macromolecules*. 38(15):6445-6454. <https://doi.org/10.1021/ma0504668>
 - 5 George, J.; Jha, S. K.; Chakrabarty, D.; Chakraborty, A. and Vaidyanathan, V. K. 2024. Superior performance of titanium coated magnetic mesoporous silica nanocomposite based poly(lactic acid) membranes for the separation of chlorophenolic organic contaminants. *Journal of Polymers and the Environment* . 32(5):2325-2335. <https://doi.org/10.1007/s10924-023-03098-0>.
 - 6 González, E. A. S.; Olmos, D.; Lorente, M. Á.; Vélaz, I. and González-Benito, J. 2018. Preparation and characterization of polymer composite materials based on pla/tio₂ for antibacterial packaging. *Polymers*. 10(12):1365. <https://doi.org/10.3390/polym10121365>.
 - 7 Hickman, R.; Walker, E. and Chowdhury, S. 2018. TiO₂ -PDMS composite sponge for adsorption and solar mediated photodegradation of dye pollutants. *Journal of Water Process Engineering*. 24:74-82. <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2018.05.015>.
 - 8 Hou, X.; Cai, Y.; Mushtaq, M.; Song, X.; Yang, Q.; Huang, F. and Wei, Q. 2018. Deposition of TiO₂ nanoparticles on porous polylactic acid fibrous substrates and its photocatalytic capability. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*. 18(8):5617-5623. <https://doi.org/10.1166/jnn.2018.15426>.
 - 9 Inai, R.; Kotaki, M. and Ramakrishna, S. 2005. Structure and properties of electrospun PLLA single nanofibres. *Nanotechnology*. 16(2):208-213. <https://doi.org/10.1088/0957-4484/16/2/005>.
 - 10 Jamee, R. and Siddique, R. 2019. Biodegradation of synthetic dyes of textile effluent by microorganisms: an environmentally and economically sustainable approach. *European Journal of Microbiology and Immunology*. 9(4):114-118. <https://doi.org/10.1556/1886.2019.00018>.
 - 11 Jem, K. J. and Tan, B. 2020. The development and challenges of poly (lactic acid) and poly (glycolic acid). *Advanced Industrial and Engineering Polymer Research*. 3(2):60-70. <https://doi.org/10.1016/j.aiepr.2020.01.002>.
 - 12 Karki, S.; Hazarika, G.; Yadav, D. and Ingole, P. G. 2024. Polymeric membranes for industrial applications: recent progress, challenges and perspectives. *Desalination*. 573:117200. <https://doi.org/10.1016/j.desal.2023.117200>.
 - 13 Kim, A.; Hak-Kim, J. and Patel, R. 2022. Modification strategies of membranes with enhanced anti-biofouling properties for wastewater treatment: a review. *Bioresource Technology*. 345:126501. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2021.126501>.
 - 14 Kumar, V.; Thakur, C. and Chaudhari, P. K. 2022. Anaerobic biological treatment of dye bearing water in anaerobic sequencing batch reactor: performance and kinetics studies. *Journal of the Indian Chemical Society*. 99(10):100673. <https://doi.org/10.1016/j.jics.2022.100673>.
 - 15 Liu, M.; Cheng, Z.; Yan, J.; Qiang, L.; Ru, X.; Liu, F.; Ding, D. and Li, J. 2013. Preparation and characterization of TiO₂ nanofibers via using polylactic acid as template. *Journal of Applied Polymer Science*. 128(2):1095-1100. <https://doi.org/10.1002/app.38166>.

- 16 Luo, T.; Farooq, A.; Weng, W.; Lu, S.; Luo, G.; Zhang, H.; Li, J.; Zhou, X.; Wu, X.; Huang, L.; Chen, L. and Wu, H. 2024. Progress in the preparation and application of breathable membranes. *Polymers* . 16(12):1686. <https://doi.org/10.3390/polym16121686>.
- 17 Mahmood, K.; Amara, U.; Siddique, S.; Usman, M.; Peng, Q.; Khalid, M.; Hussain, A.; Ajmal, M.; Ahmad, A.; Sumrra, S. H.; Liu, Z.-P.; Khan, W. S.; and Ashiq, M. N. 2022. Green synthesis of Ag@CdO nanocomposite and their application towards brilliant green dye degradation from wastewater. *Journal of Nanostructure in Chemistry*. 12(3):329-341. <https://doi.org/10.1007/s40097-021-00418-5>.
- 18 Mansoori, S.; Davarnejad, R.; Matsuura, T. and Ismail, A. F. 2020. Membranes based on non-synthetic (natural) polymers for wastewater treatment. *Polymer Testing*. 84:106381. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2020.106381>.
- 19 Mhlanga, N. and Ray, S. S. 2014. Characterisation and thermal properties of titanium dioxide nanoparticles-containing biodegradable polylactide composites synthesized by Sol-Gel Method. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology* . 14(6):4269-4277. <https://doi.org/10.1166/jnn.2014.8271>.
- 20 Mohammad, N. and Atassi, Y. 2021. TiO₂/PLLA Electrospun nanofibers membranes for efficient removal of methylene blue using sunlight. *Journal of Polymers and the Environment* . 29(2):509-519. <https://doi.org/10.1007/s10924-020-01895-5>.
- 21 Mojiri, A.; Zhou, J. L.; Karimi-Dermani, B.; Razmi, E. and Kasmuri, N. 2023. Anaerobic membrane bioreactor (anmbr) for the removal of dyes from water and wastewater: progress, challenges, and future perspectives. *Processes*. 11(3):855. <https://doi.org/10.3390/pr11030855>.
- 22 Ren, G.; Wan, K.; Kong, H.; Guo, L.; Wang, Y.; Liu, X. and Wei, G. 2023. Recent advance in biomass membranes: fabrication, functional regulation, and antimicrobial applications. *Carbohydrate Polymers* . 305:120537. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2023.120537>.
- 23 Romero-Galarza, A.; Dahlberg, K. A.; Chen, X. and Schwank, J. W. 2014. Crystalline structure refinements and properties of Ni/TiO₂ and Ni/TiO₂-Ce catalysts and application to catalytic reaction of "CO+NO". *Applied catalysis a: general*. 478:21-29. <https://doi.org/10.1016/j.apcata.2014.03.029>.
- 24 Salahuddin, N.; Abdelwahab, M.; Gaber, M. and Elneanaey, S. 2020. Synthesis and design of norfloxacin drug delivery system based on PLA/TiO₂ nanocomposites: antibacterial and antitumor activities. *Materials Science and Engineering*. 108:110337. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2019.110337>.
- 25 Sarasua, J. R.; Prud'homme, R. E.; Wisniewski, M.; Borgne, A. and Spassky, N. 1998. Crystallization and melting behavior of polylactides. *Macromolecules* . 31(12):3895-3905. <https://doi.org/10.1021/ma971545p>.
- 26 Taib, N. A. A. B.; Rahman, M. R.; Huda, D.; Kuok, K. K.; Hamdan, S.; Bakri, M. K. B.; Julaihi, M. R. M. B. and Khan, A. 2023. A review on poly lactic acid (pla) as a biodegradable polymer. *Polymer Bulletin*. 80(2):1179-1213. <https://doi.org/10.1007/s00289-022-04160-y>.
- 27 Teamsinsungvon, A.; Ruksakulpiwat, C. and Ruksakulpiwat, Y. 2022. Effects of titanium-silica oxide on degradation behavior and antimicrobial activity of poly (lactic acid) composites. *Polymers* . 14(16):3310. <https://doi.org/10.3390/polym14163310>.
- 28 Thiam, B. G.; Magri, A. E.; Vanaei, H. R. and Vaudreuil, S. 2022. 3D printed and conventional membranes a review. *Polymers* . 14(5):1023. <https://doi.org/10.3390/polym14051023>.
- 29 Thomas, M. S.; Pillai, P. K. S.; Faria, M.; Cordeiro, N.; Kailas, L.; Kalarikkal, N.; Thomas, S. and Pothen, L. A. 2020. Polylactic acid/nano chitosan composite fibers and their morphological, physical characterization for the removal of cadmium(II) from water. *Journal of Applied Polymer Science*. 137(34):48993. <https://doi.org/10.1002/app.48993>.

- 30 Wang, W. W.; Man, C. Z.; Zhang, C. M.; Jiang, L.; Dan, Y. and Nguyen, T. P. 2013. Stability of poly(l-lactide)/TiO₂ nanocomposite thin films under UV irradiation at 254 nm. *Polymer Degradation and Stability*. 98(4):885-893. <https://doi.org/10.1016/j.polyimdeggradstab.2013.01.003>.
- 31 Wang, Y. and Wei, G. 2024. Recent trends in polymer membranes: fabrication technique, characterization, functionalization, and applications in environmental science (Part I). *Polymers* . 16(20):2889-. <https://doi.org/10.3390/polym16202889>.
- 32 Yuanfeng, P.; Farmahini-Farahani M.; O'Hearn, P.; Xiao, H. and Ocampo, H. 2016. An overview of bio based polymers for packaging materials. *Journal of Bioresources and Bioproducts*. 1(3):106-113. <https://doi.org/10.21967/jbb.v1i3.49>.
- 33 Zhang, H.; Li, H.; Gao, D. and Yu, H. 2022. Source identification of surface water pollution using multivariate statistics combined with physicochemical and socioeconomic parameters. *Science of the Total Environment*. 806:151274. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.151274>.
- 34 Zhang, S.; Shen, L.; Deng, H.; Liu, Q.; You, X.; Yuan, J.; Jiang, Z.; and Zhang, S. 2022. Ultrathin membranes for separations: a new era driven by advanced nanotechnology. *Advanced Materials*. 34(21):2108457. <https://doi.org/10.1002/adma.202108457>.



Membranas biobasadas y nanocompuestos: innovación sostenible para su potencial uso en aguas residuales

Journal Information
Journal ID (publisher-id): remexca
Title: Revista mexicana de ciencias agrícolas
Abbreviated Title: Rev. Mex. Cienc. Agríc
ISSN (print): 2007-0934
Publisher: Instituto Nacional de Investigaciones Forestales, Agrícolas y Pecuarias

Article/Issue Information
Date received: 00 July 2025
Date accepted: 00 September 2025
Publication date: 15 October 2025
Publication date: Sep-Oct 2025
Volume: 16
Issue: esp30
Electronic Location Identifier: e4052
DOI: 10.29312/remexca.v16i30.4052
Article Id (other): 00015

Categories

Subject: Artículos

Palabras clave

Palabras clave

fotodegradación
polímeros biodegradables
remoción de colorantes

Counts

Figures: 6
Tables: 3
Equations: 0
References: 34
Pages: 0