



**INSTITUTO POTOSINO DE INVESTIGACIÓN
CIENTÍFICA Y TECNOLÓGICA, A.C.**

POSGRADO EN NANOCIENCIAS Y MATERIALES

**“Estudio y desarrollo de materiales súper-absorbentes de
humedad ambiental”**

Tesis que presenta:

Carlos Aarón Martínez Castillo

Codirectores de Tesis:

Dr. Vladimir Alonso Escobar Barrios

Dr. Sergio Díaz Castañón

San Luis Potosí, S.L.P., octubre de 2025

Constancia de aprobación de la tesis

La tesis “**Estudio y desarrollo de materiales súper-absorbentes de humedad ambiental**” presentada para obtener el Grado de Maestro(a) en Nanociencias y Materiales fue elaborada por **Carlos Aarón Martínez Castillo** y aprobada el **día de mes de año** por los suscritos, designados por el Colegio de Profesores de la División de Materiales Avanzados del Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica, A.C.

Dr. Vladimir Alonso Escobar Barrios

Codirector de la tesis

Dr. Sergio Díaz Castañón

Codirector de la tesis

Dr. Daniela Joyce Trujillo Silva

Miembro del Comité Tutorial



Créditos Institucionales

Esta tesis fue elaborada en el Laboratorio de Polímeros de la División de Materiales Avanzados del Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica, A.C., bajo la codirección del Dr. Vladimir Alonso Escobar Barrios y el Dr. Sergio Díaz Castañón.

Durante la realización del trabajo el autor recibió una beca académica del Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (No. **1320711**) y del Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica, A. C.

ACTA DE EXAMEN

AGRADECIMIENTOS

Deseo expresar mi más sincero agradecimiento, en primer lugar, a mis directores de tesis, el Dr. Vladimir Alonso Escobar Barrios y el Dr. Sergio Díaz Castañón, por su esfuerzo, dedicación y por brindarme la oportunidad de trabajar bajo su supervisión. Gracias por su valiosa mentoría, guía y enseñanzas fue posible desarrollar, escribir y defender esta tesis.

Agradezco a la Dra. Joyce por su apoyo para la realización del análisis microbiológico, así como su generosidad y disposición para compartir su conocimiento. También, a la M. en C. Paulina Canales Cortés Zeltzin y a la M. en C. Ana Fernanda Rosiles Ortega, que con su apoyo pude obtener los resultados del análisis microbiológico.

Extiendo también mi gratitud a mis compañeros y excelentes amigos del Laboratorio de Polímeros: JC, Gio, Juan Carlos, Hugo, Tony, Yeraldi y Mony, los cuales me ofrecieron su amabilidad y apoyo, convirtiendo ese laboratorio en mi segundo hogar durante el tiempo de la maestría.

Mi agradecimiento también a Miguel García (Papá Pato), Bertha Michelle (Tita) y a todo el equipo de Quark, por haber sido los primeros en acercarme al mundo de la investigación y transmitirme la pasión por aprender.

Mil gracias a mis padres, Verónica y Benito, por su amor incondicional y por el apoyo constante en cada decisión que he tomado. Gracias a su confianza en mí he logrado llegar hasta este punto.

Agradezco al Laboratorio Nacional de Investigaciones en Nanociencias y Nanotecnología (LINAN) por facilitar el acceso a sus equipos de caracterización y por el servicio brindado.

A la Mtra. En C. María Mercedes Zavala Arriaga técnica del Laboratorio de Petrofísica y Geología Aplicada por brindarme su apoyo y el acceso a sus equipos.

Finalmente, a la Secretaría de Ciencia, Humanidades, Tecnología e Innovación (SECIHTI) por el apoyo financiero otorgado a través de la beca brindada, la cual ha sido crucial para mi formación académica y el avance de mi proyecto.

CONTENIDO

ACTA DE EXAMEN	iv
AGRADECIMIENTOS	v
CONTENIDO	vi
ÍNDICE DE TABLAS	x
ÍNDICE DE FIGURAS	xi
RESUMEN	xiii
ABSTRACT	xiv
1. INTRODUCCIÓN	1
1.1. Hipótesis	2
1.2. Objetivo general.....	2
1.3. Objetivos específicos	2
2. ANTECEDENTES	3
2.1. Análisis bibliométrico.....	3
2.1.1. Materiales recolectores de niebla.....	4
2.1.2. Materiales enfocados en el punto de rocío.....	5
2.1.3. Materiales superabsorbentes de humedad	5
3. MARCO TEÓRICO.....	8
3.1. Higroscopicidad	8
3.1.1. Delisquescencia	9
3.2. Hidrogeles.....	10
3.3. Poli(ácido acrílico)	11
3.2.1. Polimerización por radicales libres	11
3.4. Polietilenglicol	12
3.5. Cloruro de calcio	12
3.6. Agua.....	13
3.7. Diseño de Experimentos Factorial	14
3.7.1. Diagrama de Paretos	14
3.7.2. Gráficas de Efectos Principales.....	15
4. METODOLOGÍA.....	17

4.1. Diseño de experimentos	17
4.1.1. Notación del nombre de los materiales	18
4.2. Síntesis de los materiales	19
4.1.2. Reactivos	19
4.1.3. Polimerización	20
4.2.2.1. Integración del Cloruro de Calcio	20
4.2.2.2. Integración del Polietilenglicol	21
4.3. Evaluación del desempeño del material	21
4.3.1. Preparación de la muestra	21
4.3.2. Capacidad de absorción de humedad	22
4.3.3. Capacidad de liberación de agua	22
4.3.4. Evaluación en condiciones controladas	23
4.3.5. Evaluación en condiciones no controladas	23
4.4. Caracterización de los materiales absorbentes	24
4.4.1. Espectroscopia de Infrarrojo con Transformada de Fourier	24
4.4.2. Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)	24
4.5. Caracterización del agua	25
4.5.1. Sólidos Disueltos Totales (SDT)	25
4.5.2. Potenciometría	25
4.5.3. Conductividad	25
4.5.4. Espectroscopia de Infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR)	26
4.5.5. Análisis Microbiológico	26
5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	29
5.1. Evaluación del material	29
5.1.1. Condiciones controladas	30
5.1.1.1. Ciclos de uso	38
5.1.2. Condiciones Ambientales	42
5.1.3. Análisis del Diseño de Experimentos	46
5.1.3.1. Diagrama de Pareto	46
5.1.3.2. Gráficas de Efectos Principales	49

5.1.3.3. Efectos de las Variables de Polimerización	50
5.1.3.3.1. Neutralización	50
5.1.3.3.2. Iniciador.....	52
5.1.3.3.3. Entrecruzante.....	54
5.2. Caracterización de los Materiales Absorbentes	57
5.2.1. Espectroscopia de Infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR)	57
5.2.2. Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)	62
5.3. Caracterización del agua	66
5.3.1. Sólidos Disueltos Totales (SDT).....	66
5.3.2. Potenciometría	68
5.3.3. Conductividad	69
5.3.4. FTIR del agua recuperada	71
5.3.5. Análisis microbiológico	74
6. CONCLUSIONES.....	78
6.1. Conclusiones	78
6.2. Perspectivas	79
6.3. Productos Científicos	80
REFERENCIAS.....	81
ANEXOS	87
A Gráficas de condiciones Controladas	87
A.1 Gráfica Capacidad de absorción de humedad de los materiales 1-PA al 14-PA.....	87
A.2 Gráfica Capacidad de liberación de agua de los materiales 1-PA a 14-PA	88
B Gráficos de ciclos de uso	89
B.1 Gráfica de ciclos de uso a) 1-PA, b) 2-PA, c) 3-PA y d) 4-PA.....	89
B.2 Gráfica de ciclos de uso a) 5-PA, b) 6-PA, c) 7-PA y d) 8-PA.....	90
B.3 Gráfica de ciclos de uso a) 9-PA, b) 10-PA, c) 11-PA y d) 12-PA	91
B.4 Gráfica de ciclos de uso a) 13-PA y b) 14-PA	92
C Espectros FTIR de los materiales	93

C.1 Espectro FTIR de los materiales a) 1-PA, b) 2-PA, c) 3-PA y d) 4-PA.....	93
C.2 Espectro FTIR de los materiales a) 5-PA, b) 6-PA, c) 7-PA y d) 8-PA.....	94
C.3 Espectro FTIR de los materiales a) 9-PA, b) 10-PA, c) 11-PA y d) 12-PA.....	95
C.4 Espectro FTIR de los materiales a) 13-PA y b) 14-PA	96
D Termogramas	97
D.1 Termogramas de los materiales 1-PA a 7-PA.....	97
D.2 Termogramas de los materiales 8-PA a 14-PA.....	98
E Espectros FTIR del agua recuperada por los materiales	99
E.1 Espectro FTIR del agua recuperada por los materiales a) 1-PA, b) 2-PA, c) 3-PA y d) 4-PA.....	99
E.2 Espectro FTIR del agua recuperada por los materiales a) 5-PA, b) 6-PA, c) 7-PA y d) 9-PA.....	100
E.3 Espectro FTIR del agua recuperada por los materiales a) 11-PA, b) 12-PA y c) 13-PA.....	101

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 3.1 Capacidad de absorción de humedad ambiental de materiales higroscópicos a 90% de humedad relativa	9
Tabla 3.2 Especificaciones sanitarias del agua para consumo humano, en la industria agrícola y la industria minera	13
Tabla 4.1. Diseño de experimentos	18
Tabla 5.1 Efecto del grado de neutralización a 90% HR de la capacidad de absorción de humedad y liberación de agua	51
Tabla 5.2 Efecto de la cantidad de iniciador a 90% HR de la capacidad de absorción de humedad y liberación de agua	53
Tabla 5.3 Efecto de la cantidad de entrecruzante a 90% HR de la capacidad de absorción de humedad y liberación de agua	55
Tabla 5.4 Recopilación de las bandas características de los FTIR de los materiales para la recolección de agua	57
Tabla 5.5 Cantidad de mesófilos aeróbicos (UFC/100mL) en los materiales1-PA, 2-PA, 4-PA y 12-PA.....	75
Tabla 5.6 Cantidad de mohos y levaduras (UFC/100mL) en los materiales1-PA, 2-PA, 4-PA y 12-PA.....	76

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1 Representación del proceso para el análisis bibliométrico	3
Figura 2.2 Análisis bibliométrico de artículos que abordaran el tema de materiales para recolección de humedad atmosférica por sus siglas en ingles “atmospheric water harvesting” (AWH)	4
Figura 2.3 Análisis bibliométrico de materiales higroscópicos usados en AWH	6
Figura 2.4 Análisis bibliométrico del uso de Poli(ácido acrílico) en materiales para AWH	7
Figura 3.1 Higroscopicidad a) Sales b) Materiales polares	8
Figura 3.2 Higroscopicidad del cloruro de calcio a) seco y b) después de absorber humedad por 12 horas	10
Figura 3.3 Diagrama de Paretos de efectos estandarizados [28].....	15
Figura 3.4 Gráfica de efectos principales para Crecimiento de las plantas[29]	16
Figura 4.1 Ejemplo de notación para el material 1-PA	18
Figura 4.2 Representación del montado de las muestras	22
Figura 4.3 Diluciones seriadas de LB y total de UFC del agua liberada por el material 4-PA.....	27
Figura 4.4 Cajas Petri con UFC a) Incontables y b) contables	28
Figura 5.1 Material 6-PA a) seco y b) después de someterse a 90%HR por 12 h. 29	
Figura 5.2 Vial con el material 2-PA	30
Figura 5.3 a) Capacidad de absorción de humedad y b) Capacidad de liberación de agua del material 2-PA	31
Figura 5.4 a) Capacidad de absorción de humedad y b) Capacidad de liberación de agua de materiales sin PEG y CaCl ₂	33
Figura 5.5 a) Capacidad de absorción de humedad y b) Capacidad de liberación de agua de los materiales únicamente con CaCl ₂	34
Figura 5.6 C a) Capacidad de absorción de humedad y b) Capacidad de liberación de agua de los materiales únicamente con PEG.....	35
Figura 5.7 a) Capacidad de absorción de humedad y b) Capacidad de liberación de agua de los materiales con PEG y CaCl ₂	36
Figura 5.8 a) Capacidad de absorción de humedad y b) Capacidad de liberación de agua de los materiales 2-PA, 7-PA y 10-PA.....	37
Figura 5.9 Ciclos de absorción de humedad y liberación de agua de los materiales a) 2-PA, b) 4-PA, c) 10-PA y d) 12-PA	39
Figura 5.10 Ciclos de absorción de humedad y liberación de agua de 13-PA.....	42
Figura 5.11 Capacidad de a) absorción de humedad y b) liberación de agua del material 2-PA en condiciones Ambientales.....	43
Figura 5.12 Capacidad de absorción de humedad en condiciones ambientales... 44	

Figura 5.13 Capacidad de liberación de agua en condiciones ambientales	45
Figura 5.14 Registro de humedad relativa por hora en San Luis Potosí de las 11:00 hrs del 29 agosto a las 11:00 hrs del 30 de agosto del 2025 (Datos tomados de:[49])	46
Figura 5.15 Diagrama de Paretos del promedio de la capacidad de absorción de humedad de materiales	47
Figura 5.16 Pareto de efectos de la capacidad liberación de agua de los materiales	48
Figura 5.17 Gráficas de efectos principales para la capacidad de absorción de humedad	49
Figura 5.18 Grafica de efectos principales para capacidad de liberación de agua	50
Figura 5.19 Efecto de grado de neutralización en la a) capacidad de absorción de humedad y b) capacidad de liberación de agua	51
Figura 5.20 Neutralización del poliacrilato	52
Figura 5.21 Efecto del iniciador en la a) capacidad de absorción de humedad y b) capacidad de liberación de agua	53
Figura 5.22 Efecto del entrecruzante en la a) capacidad de absorción de humedad y b) capacidad de liberación de agua	54
Figura 5.23 Efecto de aumentar el porcentaje de entrecruzamiento en el poli(ácido acrílico)	56
Figura 5.24 FITR del material 8-PA	59
Figura 5.25 Espectros del FTIR de material 1-PA y 8-PA	60
Figura 5.26 Espectros de FTIR de los materiales 1-PA, 4-PA, 8-PA y 12-PA	61
Figura 5.27 Termograma del material 1-PA	62
Figura 5.28 Termogramas de los materiales 2-PA, 4-PA, 10-PA y 12-PA	63
Figura 5.29 Termograma de 0-100°C de los materiales 2-PA, 4-PA, 10-PA y 12-PA	65
Figura 5.30 Sólidos disueltos totales en el agua recuperada por los materiales ..	66
Figura 5.31 pH del agua obtenida de los materiales	68
Figura 5.32 Conductividad del agua recuperada a partir de los materiales	70
Figura 5.33 FTIR del agua obtenida por los materiales: a) 2-PA, b)4-PA y c) 12-PA	72
Figura 5.34 UFC de mesófilos aerobios a las: a) 24 h y b) 48 h de los materiales 1-PA, 2-PA, 4-PA y 12-PA	74
Figura 5.35 UFC de mohos y levaduras a las: a) 24 h y b) 48 h de los materiales 1-PA, 2-PA, 4-PA y 12-PA	76

RESUMEN

La disponibilidad de agua es uno de los principales desafíos a nivel mundial debido al crecimiento de la población, provocando una demanda de este recurso que crece año con año. Es por ello, que la recolección de humedad presente en la atmósfera se presenta como una alternativa para obtener agua sin depender de estar cerca de otros cuerpos acuíferos. Por lo tanto, el objetivo de este trabajo fue desarrollar un material polimérico absorbente que fuera capaz de capturar humedad del medio ambiente y liberarla como agua líquida, evaluando tanto su desempeño como la calidad del agua obtenida por parte de este material.

Para ello, se sintetizaron compositos poliméricos a base de poli(ácido acrílico) como matriz, incorporando polietilenglicol (PEG) y cloruro de calcio (CaCl_2) como compuestos higroscópicos. Mediante un diseño de experimentos factorial se analizó la influencia del grado de neutralización, el contenido de iniciador y el entrecruzante, variables de síntesis que tuvieron efecto sobre la capacidad de absorción y liberación de agua. Los materiales obtenidos alcanzaron capacidades máximas de absorción de humedad de hasta $2.24 \text{ g}_{\text{humedad}}/\text{g}_{\text{material}}$ y de liberación de agua de $1.35 \text{ g}_{\text{agua}}/\text{g}_{\text{material}}$ a 90 % de humedad relativa, además de mostrar un desempeño favorable bajo condiciones ambientales reales.

Por último, la caracterización del agua recuperada incluyó la determinación de sólidos disueltos totales, pH, conductividad, espectroscopia FTIR y análisis microbiológico. Los resultados revelaron la limitación para su uso directo en consumo humano, aunque destacan su potencial para aplicaciones en sistemas de riego y procesos industriales.

ABSTRACT

Water availability is one of the primary global challenges, driven by population growth, which leads to an increasing demand for this vital resource year after year. In this context, atmospheric moisture harvesting emerges as a promising alternative to obtain water without the need of proximity to conventional surface or groundwater sources. Therefore, the objective of this work was to develop an absorbent polymeric material capable of capturing environmental humidity and releasing it as liquid water, while evaluating both its performance and the quality of the recovered water.

For this purpose, polymeric composites were synthesized using poly(acrylic acid) as the matrix, incorporating polyethylene glycol (PEG) and calcium chloride (CaCl_2) as hygroscopic agents. A factorial experimental design was employed to analyze the influence of synthesis variables, including degree of neutralization, initiator content, and crosslinker concentration, and their effect on absorption and release capacities. The resulting materials achieved maximum absorption capacities of 2.24 $\text{g}_{\text{water}}/\text{g}_{\text{material}}$ and water release of 1.35 $\text{g}_{\text{water}}/\text{g}_{\text{material}}$ at 90% relative humidity, in addition to exhibiting favorable performance under real environmental conditions.

Finally, the recovered water was characterized by determining total dissolved solids, pH, conductivity, FTIR spectroscopy, and microbiological analysis. The results revealed limitations for direct use in human consumption; however, these materials have for applications in irrigation systems and industrial processes.

1.INTRODUCCIÓN

El acceso al agua potable representa una de las necesidades más básicas para los organismos vivos y para el desarrollo de las actividades diarias. En el caso del ser humano, el agua se utiliza en diferentes ámbitos asociados con la sociedad, salud, agricultura e industria. El consumo de agua diario de un individuo es variable y puede exceder fácilmente los 100 L en los denominados países desarrollados[1]. Por otro lado, de acuerdo con la ONU en el año 2022, 703 millones no contaban con servicio básico de agua, debido al crecimiento excesivo de centros urbanos, falta de infraestructura, demanda agrícola e industrial[2].

Es importante señalar que el objetivo 6 de la ONU para la agenda de desarrollo sostenible considera: *“Garantizar la disponibilidad de agua y su gestión sostenible y el saneamiento para todos”*, es decir, establece que todos los humanos deben contar con el agua suficiente para realizar sus actividades diarias antes de 2030. Sin embargo, actualmente miles de millones de personas siguen sin tener acceso a agua potable. De tal forma que para alcanzar la cobertura para el 2030 requerirá un aumento sustancial de los actuales índices de progreso mundiales: seis veces para el agua potable, cinco para el saneamiento y tres para la higiene[2].

A pesar de que existen varias alternativas tecnológicas para poder obtener agua fresca, la separación por membranas es la solución más prometedora para proveer grandes volúmenes de agua. Los principales retos de esta tecnología son el uso de consumo energético, tiempo limitado de los componentes y cuestiones ambientales de la disposición de las sales recuperadas. Además, sus requerimientos geográficos, por ejemplo, en sitios lejanos de los mares y océanos, dificultan la distribución del agua desalinizada a estos.

Una opción a estas tecnologías es considerar la humedad ambiental. La atmósfera contiene alrededor de $13,000 \text{ km}^3$ de agua, que en orden de magnitud es mayor a la que contienen los ríos ($2,246 \text{ km}^3$) [3] y, además está presente alrededor del mundo. Siendo así, una alternativa atractiva para la obtención de agua.

La idea detrás de esto es aprovechar que cuando el vapor de agua alcanza su punto de rocío, se empieza a condensar en agua líquida. En climas húmedos, esto puede conseguirse de forma espontánea, pero en los climas secos es donde existe la mayor dificultad para esta tecnología. Aquí es el punto de partida de este trabajo. El desarrollo de un material capaz de absorber la humedad en climas secos y que, de forma pasiva, pueda liberar agua líquida para su uso, reduciendo la demanda de agua fresca.

1.1.Hipótesis

La incorporación de materiales higroscópicos en el poliacrilato, utilizado como matriz polimérica de soporte, dará lugar a un compuesto capaz de capturar humedad del medio ambiente y producir agua líquida debido a las interacciones moleculares entre el material y la humedad.

1.2.Objetivo general

Desarrollar un material a base de materiales higroscópicos y poliacrilato, con capacidad para absorber humedad atmosférica y liberarla como agua líquida.

1.3.Objetivos específicos

Los objetivos específicos que se plantean en el presente trabajo de investigación son los siguientes:

- Sintetizar un polímero higroscópico mediante polimerización por radicales libres, orientado a maximizar la capacidad de absorción de humedad atmosférica.
- Evaluar el desempeño del composito polimérico en diferentes condiciones controladas de humedad relativa y en condiciones al aire libre.
- Evaluar las propiedades del composito polimérico (capacidad de absorción y degradación térmica)
- Evaluar el contenido de agua liberada por el composito polimérico, y evaluar su calidad para el consumo humano.

2.ANTECEDENTES

El primer acercamiento para este trabajo fue revisar los antecedentes de los materiales que se han desarrollado y el nuevo enfoque que se les puede aportar con este proyecto. Por eso, en esta sección se utilizó la herramienta de Scopus para hacer un análisis bibliométrico con el cual analizar los diferentes temas que se han abordado sobre materiales enfocados en obtener agua líquida a partir de la humedad en la atmósfera.

2.1.Análisis bibliométrico

La *Figura 2.1* resume el proceso seguido en el análisis bibliométrico, en donde primero se hizo una investigación general de los diferentes enfoques que se le han dado a las tecnologías de recolección de humedad. Después, se centró en materiales absorbentes y que fueran higroscópicos. Por último, se enfocaron en materiales que utilizaran el poli(ácido acrílico), porque es un material superabsorbente y cotidianamente usado, con la finalidad de determinar la aportación de esta investigación.

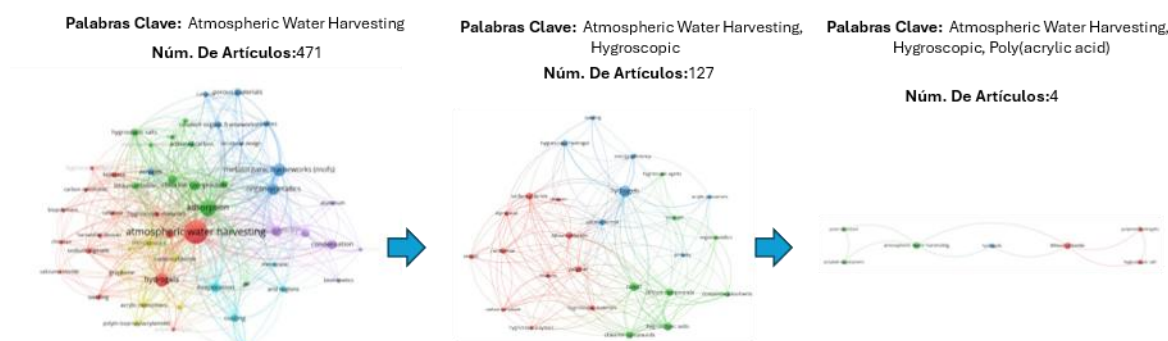


Figura 2.1 Representación del proceso para el análisis bibliométrico

El primer filtro, como se muestra en la *Figura 2.2*, fue buscar artículos con la palabra clave: “Atmospheric water Harvesting”, encontrando un total de 471 artículos que se centran en hablar en tres enfoques principales para los cuales se desarrollan estas tecnologías: recolección de niebla, materiales enfocados en el punto de rocío y materiales superabsorbentes de humedad

Palabras Clave: Atmospheric Water Harvesting

Núm. De Artículos: 471

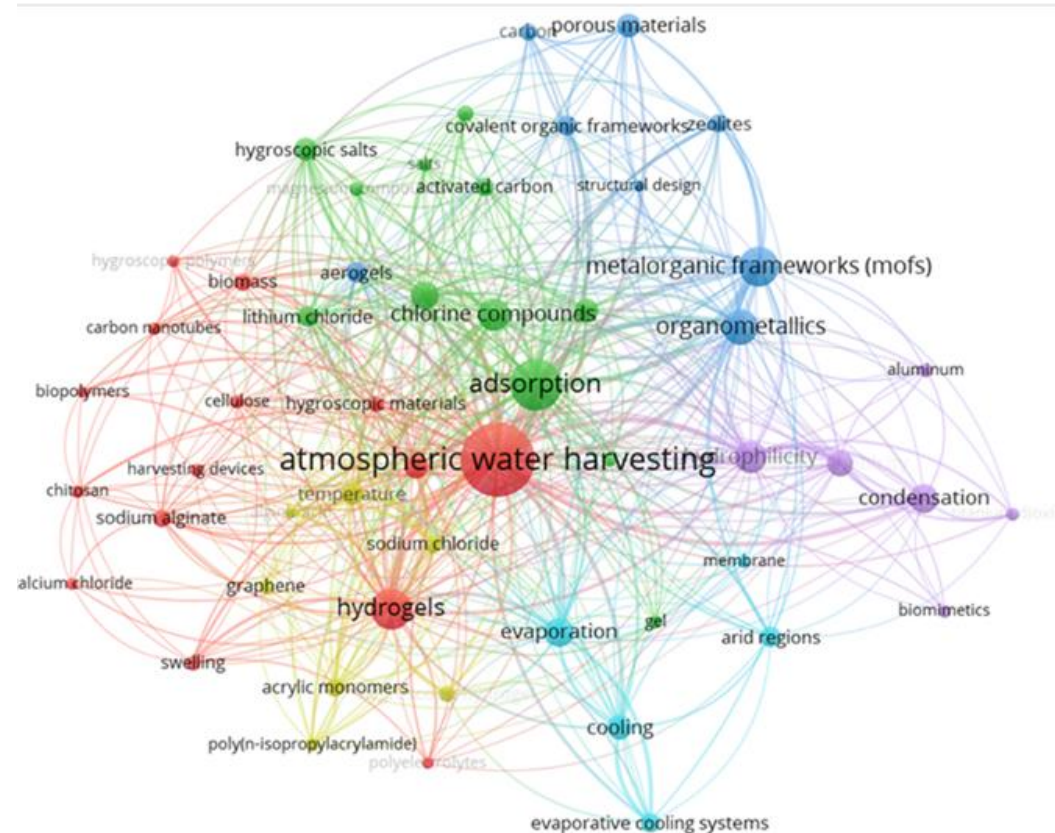


Figura 2.2 Análisis bibliométrico de artículos que abordan el tema de materiales para recolección de humedad atmosférica por sus siglas en inglés “atmospheric water harvesting” (AWH)

2.1.1. Materiales recolectores de niebla

En el análisis bibliométrico de la *Figura 2.2* se encuentra agrupado en el segmento de color morado. Es una técnica que se identifica por capturar las gotas de agua presentes en la niebla. Siendo la niebla un fenómeno meteorológico que ocurre cuando la temperatura del aire disminuye súbitamente hasta el punto de rocío, causando que el aire se sature, por lo tanto, el vapor de agua se condensa en pequeñas partículas en el mismo aire [4].

El principio básico que siguen la mayoría de los artículos revisados es usando diferentes redes de materiales altamente hidrofílicas o estructuras que asemejan sistemas naturales, como son las espinas de un cactus u hojas de flores, para recolectar el agua a medida que la niebla pasa a través de ellas; sin embargo, depende mucho de las condiciones atmosféricas de la zona geográfica donde esté ubicada y sólo se puede usar cuando se produce la niebla [5], [6].

2.1.2. Materiales enfocados en el punto de rocío

A diferencia de la recolección de niebla, en donde se requiere una disminución repentina en la temperatura, los materiales que usan el punto de rocío se enfocan en reducir la temperatura de su propia superficie de forma directa. Agrupado en el segmento celeste de la *Figura 2.2*. En este apartado se pueden hacer dos clasificaciones generales: sistemas pasivos y sistemas activos. Los sistemas pasivos no requieren energía externa para llegar al punto de rocío. Usando el fenómeno de enfriamiento radiactivo, que es un proceso de transferencia de calor donde un objeto pierde más calor del que logra absorber a partir de radiación térmica [7].

En otro extremo, se encuentran los sistemas activos, los cuales utilizan enfriamiento mecánico, como el de un refrigerador, para bajar la temperatura por debajo del punto de rocío promoviendo la condensación. A partir de este principio, hoy en día existen en el mercado dispositivos capaces de generar agua de la humedad ambiental. Por ejemplo, el AWG-16L, un equipo que es capaz de producir 16 L de agua diarios en condiciones de 90% de humedad relativa[8].

2.1.3. Materiales superabsorbentes de humedad

Es el enfoque más encontrado en los artículos; en la *Figura 2.2*, se muestra en los segmentos restantes: amarillo, rojo, verde y azul, debido a que se han utilizado diferentes materiales para absorber humedad. Son materiales capaces de absorber la humedad del medio ambiente y conservarla. Estos materiales son diseñados con la finalidad de atraer y retener las moléculas de agua en el aire, con el objetivo de que puedan trabajar en un amplio intervalo de condiciones ambientales. Típicamente, son materiales porosos con gran área superficial capaces de absorber la humedad por medio de interacciones físicas y químicas [9].

Entre los materiales más estudiados se encuentran: sílice gel, zeolitas, hidrogeles, aerogeles, compuestos higroscópicos (algunos ejemplos son: cloruro de calcio, cloruro de litio, cloruro de magnesio, hidróxido de sodio, ácido sulfúrico, sulfato de cobre, pentóxido de fósforo, poli(etilenglicol), etc.) y estructuras metal-orgánicas.

Seleccionando los materiales absorbentes como punto de partida para este trabajo, ya que son más versátiles en las condiciones en las que pueden trabajar y tienen la capacidad intrínseca de atraer la humedad ambiental. En la *Figura 2.3*, se encuentra el análisis bibliométrico sobre materiales higroscópicos entre ellos se encuentran las sales de: cloruro de litio, cloruro de magnesio y cloruro de calcio[9]. Las sales pertenecen a los segmentos de color rojo y verde de la *Figura 2.3*.

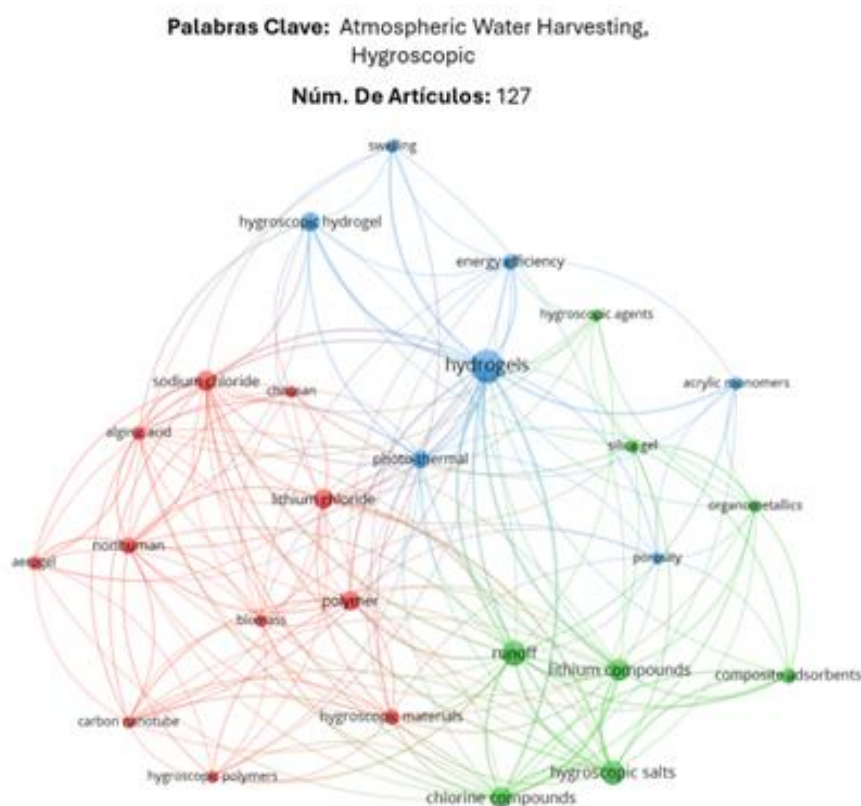


Figura 2.3 Análisis bibliométrico de materiales higroscópicos usados en AWH

En el caso del segmento de color azul, se muestran los hidrogeles. Siendo una clase emergente de compuestos higroscópicos con el potencial de absorber grandes cantidades agua, tener rápida cinética de absorción y bajas entalpías de desorción[10]. Para lograrlo, estos hidrogeles se sintetizan usando un polímero que tenga baja o nula higroscopicidad, pero que sean capaces de retener compuestos absorbentes los cuales permitan mejorar esa capacidad. La selección del poli(ácido acrílico) como material matriz se debe a su gran capacidad de absorber grandes cantidades de agua líquida.

Al momento de investigar al poli(ácido acrílico) como material base para la absorción de humedad, se han encontrado pocos resultados. En la *Figura 2.4*, sólo se encontraron un total de 4 artículos relacionados en el uso de poli(ácido acrílico).

Palabras Clave: Atmospheric Water Harvesting, Hygroscopic, Poly(acrylic acid)

Núm. De Artículos: 4



Figura 2.4 Análisis bibliométrico del uso de Poli(ácido acrílico) en materiales para AWH

Entre los trabajos analizados, destacan el realizado por *So Hee Nah et al.* quienes sintetizaron hidrogeles de poli(ácido acrílico) imbuidos con cloruro de litio logrando obtener 0.51 gramos de agua libre por gramo de material ($\text{g}_{\text{agua}}/\text{g}_{\text{material}}$) a 90% humedad relativa [11], y el reportado por *Xiaomei Liu et al.* donde polimerizaron al ácido acrílico en conjunto con el MOF-801, y lograron absorber 0.628 $\text{g}_{\text{agua}}/\text{g}_m$ [3]. En ninguno de los artículos revisados se detectó el uso de PEG y CaCl_2 , por lo que se considera un área de oportunidad el realizar investigación enfocada en estos materiales.

3.MARCO TEÓRICO

En este apartado se presenta el marco teórico que aborda los fundamentos relacionados con la higroscopicidad, así como una introducción a los materiales base utilizados en este trabajo de tesis para el desarrollo de un material capaz de recolectar humedad atmosférica. Además, se incluyen los límites sanitarios establecidos por la NOM-127-SSA1-2021, los cuales deben cumplirse para garantizar la seguridad y funcionalidad del material y del agua recolectada y liberada, en el contexto de salud, agricultura e industria.

3.1.Higroscopicidad

La higroscopicidad es la capacidad de ciertos materiales o sustancias para absorber humedad del medio ambiente. Esta capacidad depende de su naturaleza química y de las condiciones del entorno que los rodean, como son la humedad relativa y la temperatura. En el caso de las sales, su capacidad higroscópica se atribuye a la interacción ion-dipolo, las cuales permiten retener las moléculas de agua a partir de fuerzas de Van der Waals[12]. Por otro lado, en materiales orgánicos, la higroscopicidad suele estar relacionada con los grupos hidroxilo (-OH), encontrándose una relación directa entre la capacidad higroscópica y el número de grupos hidroxilo de estos compuestos [12].

En el caso de las sales, estas están constituidas por iones cargados (cationes y aniones), los cuales generan campos eléctricos que les permiten atraer las moléculas de agua que son polares. En la *Figura 3.1a*, se presenta la sal del cloruro de calcio, donde el ion del calcio (Ca^{+2}) con una carga positiva atrae el extremo negativo de la molécula de agua, mientras que el ion cloruro (Cl^-), con carga negativa, atrae el extremo positivo del dipolo del agua.

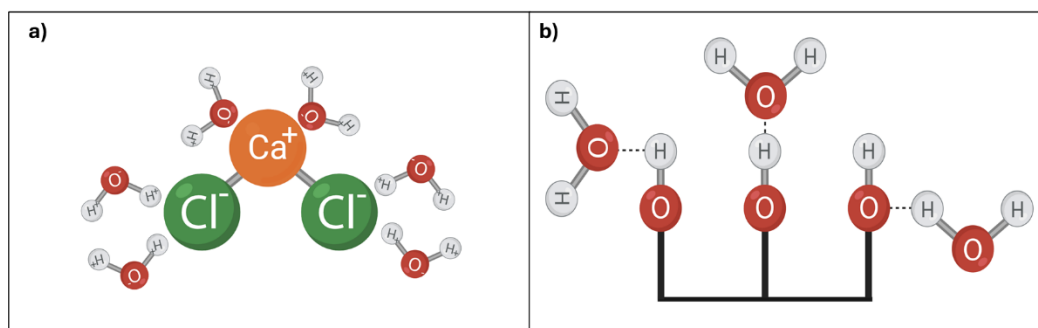


Figura 3.1 Higroscopicidad a) Sales b) Materiales polares

Por otro lado, en el caso de los materiales orgánicos, representados en la *Figura 3.1b*, el grupo hidroxilo es el encargado de la absorción de agua, ya que puede

formar puentes de hidrógeno con las moléculas de agua. Entre más grupos hidroxilo tenga la molécula orgánica o una red polimérica, mayor será la cantidad de sitios de anclaje disponibles en el material para capturar y retener la humedad ambiental.

En la *Tabla 3.1*, se hace una recopilación de diferentes materiales higroscópicos y su capacidad de absorción al 90% de humedad relativa.

Tabla 3.1 Capacidad de absorción de humedad ambiental de materiales higroscópicos a 90% de humedad relativa

Materiales Higroscópicos	Capacidad de absorción ($\text{g}_{\text{agua}}/\text{g}_{\text{material}}$)	Referencia
Cloruro de litio	1,50	[13]
Cloruro de calcio	0,90	[13]
Cloruro de magnesio	0,70	[13]
Polietilenglicol	0,60	[14]
Glicerol	0,45	[15]
Poli(alcohol vinílico)	0,42	[16]
Bentonita sódica	0,20	[17]
Zeolita	0,20	[17]
Almidón	0,17	[15]

Entre los materiales descritos, las sales cloradas destacan para absorber humedad; en particular, el cloruro de litio se identifica como uno de los materiales con mayor higroscopicidad, logrando absorber hasta 1.5 veces su peso en agua. En esta tabla, también se incluyen materiales orgánicos como el polietilenglicol, almidón y glicerol con capacidades del 0.6, 0.45 y 0.17 $\text{g}_{\text{agua}}/\text{g}_{\text{material}}$ respectivamente. Asimismo, se incorporan minerales como la zeolita y la bentonita sódica, los cuales pueden absorber hasta 0.20 $\text{g}_{\text{agua}}/\text{g}_{\text{material}}$. Esta recopilación muestra la diversidad de materiales higroscópicos existentes, así como la diferencia que hay entre sus capacidades de absorción

3.1.1. Delisquescencia

En algunos casos, particularmente en ciertas sales inorgánicas, los materiales son capaces de absorber grandes cantidades de humedad y, a su vez, al ser altamente solubles, pueden disolverse en el agua que retienen. A este fenómeno se le conoce como delisquescencia, y es característico de sustancias extremadamente

higroscópicas, provocando que formen soluciones acuosas al exponerse a ambientes con elevada humedad.

Este fenómeno se ejemplifica en la *Figura 3.2*, donde el cloruro de calcio sufre de deliquescencia después de ser expuesto por 12 horas al medio ambiente.

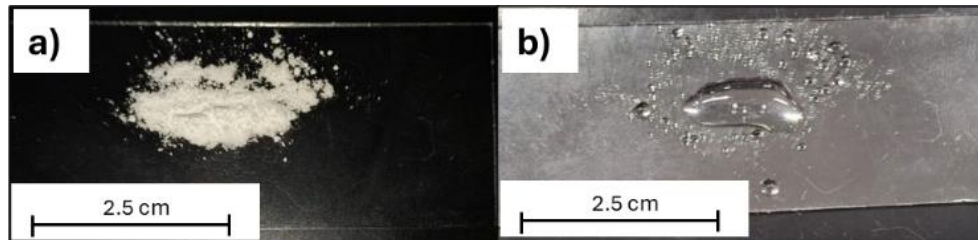


Figura 3.2 Higroscopicidad del cloruro de calcio a) seco y b) después de absorber humedad por 12 horas

En su estado seco, *Figura 3.2a*, es un polvo blanco, pero a medida que absorbe humedad se disuelve completamente, hasta formar una disolución, *Figura 3.2b*, con la humedad que va absorbiendo.

3.2. Hidrogeles

Los hidrogeles son materiales poliméricos tridimensionales. La definición más precisa de un hidrogel es: material capaz de absorber y retener grandes cantidades de agua, gracias a su estructura de redes entrecruzadas [18]. Al desarrollar un hidrogel, es fundamental considerar los grupos funcionales presentes en su estructura, ya que estos son los responsables de otorgarle al material su capacidad de absorción de agua u otros fluidos, y por otro lado, participan en su proceso de entrecruzamiento. El entrecruzamiento es esencial para mantener la integridad estructural del hidrogel.

Un aspecto a considerar es la clasificación del agua absorbida por los hidrogeles, la cual puede dividirse en tres tipos según su grado de interacción con la red polimérica: agua químicamente unida a la cadena polimérica, agua semiunida o intersticial, y agua libre.

- **Agua unida químicamente.** Es el agua que se encuentra químicamente unida, por fuerzas de Van der Waals o puentes de hidrógeno, a los grupos funcionales hidrofílicos del polímero, como grupos hidroxilo (-OH), carboxilo (-COOH), AMINO (-NH₂ entre otros [18]. Esta agua no puede ser eliminada fácilmente mediante secado.

- **Agua semi-ligada (agua intersticial).** Es el agua que se encuentra débilmente retenida en los espacios cercanos a la red polimérica, pero no está químicamente enlazada [18] [19]. Se mantiene en el hidrogel por fuerzas físicas como la cohesión.
- **Agua libre.** Es el agua que se encuentra en los poros o canales del hidrogel, sin interacción directa con las cadenas poliméricas [18] [19]. Esta agua se comporta como agua libre en solución y se mueve libremente a lo largo del hidrogel.

3.3.Poli(ácido acrílico)

El poli(ácido acrílico) (PA) es un polímero sintético, el cual es reconocido por su gran capacidad de absorción de agua líquida, lo que lo hace útil en aplicaciones como hidrogeles o materiales superabsorbentes, tal es su capacidad que puede llegar a absorber 300 veces su peso en agua. Esta característica le ha permitido su implementación en productos de uso cotidiano como pañales y artículos de higiene personal. Asimismo, se han encontrado aplicaciones en el sector agrícola, donde se usa para tener el agua en los suelos por mayor tiempo, disminuyendo la frecuencia y el volumen de riego.

Su capacidad de absorción se explica debido a la presencia de grupos carboxilo neutralizados ($-\text{COO}^-$), en su estructura. Cuando el PA entra en contacto con agua los grupos carboxílicos que posee se ionizan, dejando cargas negativas ($-\text{COO}^-$) y estas cargas generan una repulsión electrostática entre las cadenas poliméricas [20], lo que provoca la expansión de la red polimérica y facilita la entrada de grandes cantidades de agua a su interior.

3.2.1.Polimerización por radicales libres

El poli(ácido acrílico) es sintetizado mediante la polimerización por radicales libres. Utilizando al ácido acrílico como monómero y en presencia de algún iniciador; por ejemplo, un peróxido o azo compuesto se inicia la polimerización [21]. Las propiedades físicas del polímero resultante dependen de las condiciones de reacción, como la concentración de monómero, la temperatura, la cantidad de iniciador y la presencia de agente entrecruzante.

El mecanismo de polimerización por radicales libres ocurre en tres etapas: iniciación, propagación y terminación. En la fase de iniciación, los radicales libres se generan a partir de la ruptura homolítica de los enlaces covalentes del iniciador, ya sea por activación térmica, fotoquímica o a través de un proceso redox. Estos radicales reaccionan con el doble enlace carbono-carbono del monómero, formando un nuevo radical que da inicio al crecimiento de la cadena polimérica.

Durante la etapa de propagación, se produce la adición sucesiva de monómeros al extremo activo de la cadena, generando nuevos radicales que continúan extendiendo la cadena.

La reacción se detiene en la etapa de terminación, la cual puede ocurrir por combinación, donde dos cadenas activas se unen formando una cadena inactiva, o por dismutación, en la que un átomo de hidrógeno se transfiere de una cadena a otra. Este último mecanismo da lugar a una cadena saturada donde no se pueden adicionar más monómeros y una cadena insaturada, que al no estar presente el hidrógeno se da un doble enlace que termina la reactividad de la cadena.

3.4. Polietilenglicol

El polietilenglicol (PEG) es un polímero sintético, formado por la repetición de unidades de óxido de etileno. La habilidad del PEG para absorber grandes cantidades de humedad se debe a dicha unidad repetitiva. Al contener un oxígeno a lo largo de toda la estructura del polímero y que sus grupos terminales sean hidroxilos (-OH), le permiten al PEG formar una gran cantidad de puentes de hidrógeno [14], esto le otorga su capacidad higroscópica.

3.5. Cloruro de calcio

El cloruro de calcio (CaCl_2) es una sal inorgánica, altamente soluble y con una gran capacidad higroscópica. La interacción ion-dipolo entre los iones de calcio (Ca^{+2}) y los iones de cloruro (Cl^{-1}), como se ejemplificó en la Figura 3.1a, permite que la humedad sea retenida por esta sal. Se ha demostrado que el CaCl_2 puede absorber hasta 90% de su peso como humedad a temperatura ambiente [22].

3.6. Agua

El agua es una sustancia fundamental para la vida en la Tierra, siendo esencial para los procesos biológicos y a su vez para desarrollar las actividades diarias de los seres humanos. En el caso del agua para el uso y consumo humano, esta debe cumplir con ciertos estándares de calidad para prevenir y evitar la transmisión de enfermedades relacionadas con su ingesta o manejo.

En México, existe la norma oficial mexicana (NOM-127-SSA1-2021 [23]): “Agua para Uso y Consumo Humano. Límites Permisibles de la Calidad del Agua”, la cual establece los límites permisibles en cuanto a sus características: químicas, microbiológicas y radiactivas. Con el fin de asegurar y preservar la calidad del agua, se entrega al consumidor por los sistemas de abastecimiento de agua públicos y privados [23].

En la *Tabla 3.2* se resumen algunas especificaciones que debe cumplir el agua para poder ser utilizada en distintos sectores sociales. Estos lineamientos se basan en la necesidad de que el agua esté libre de cualquier contaminante, químico y agente infeccioso que pueda ser un riesgo para la salud o interferir con los procesos que se emplean.

Tabla 3.2 Especificaciones sanitarias del agua para consumo humano, en la industria agrícola y la industria minera

Uso del agua	pH	Sólidos disueltos totales (SDT)	Conductividad eléctrica (CE)	Mesófilos aerobios	Mohos y hongos totales	Referencia
Consumo Humano	6.5 - 8.5	≤ 1000 mg/L	≤ 1,000 μS/cm	0 UFC/100 mL	≤ 100 UFC/mL	[24]
Agrícola/Riego	6.0-8.5	≤ 2,000 mg/L	≤ 3,000 μS/cm	1000 UFC/100 mL	No regulado para el proceso	[25]
Industrial/Minería	6.0-9.0	≤ 1,500 mg/L	≤ 3,000 μS/cm	No regulado para el proceso	No regulado para el proceso	[26]

Asimismo, para determinar los posibles usos del agua obtenida en este trabajo no sólo se consideraron los parámetros para el consumo humano, sino que se consideraron los valores correspondientes al agua para el riego en la industria agrícola (NOM-001-SEMARNAT-1996 [25]) y el agua utilizada en la industria minera, en México no se cuentan con normas establecidas, por lo tanto, se utilizaron los del

gobierno Estados Unidos (EPA, Industrial Water use and Wastewater Standards [26]).

3.7.Diseño de Experimentos Factorial

Un diseño de experimentos es una metodología estadística que permite analizar e interpretar resultados de una manera eficiente [27]. En particular, el diseño factorial permite estimar la relevancia que tienen cada uno de los factores, variables independientes del experimento, sobre una o más respuestas. Su principal objetivo es realizar la menor cantidad de experimentos que a su vez sean estadísticamente representativos. De este modo se optimiza el tiempo y los recursos disponibles. Los principales pasos a seguir a lo largo de un diseño de experimentos son los siguientes:

- Definición del problema.
- Selección de los factores y respuestas.
- Creación de la secuencia de experimentos.
- Análisis de datos.

En el análisis de datos se utilizan herramientas estadísticas para poder interpretar los datos obtenidos. Entre las más utilizadas se encuentran el diagrama de Pareto, las gráficas de efectos principales y las gráficas de interacción, las cuales permiten visualizar la magnitud e influencia de los factores, y sus posibles interacciones, sobre las respuestas del sistema.

3.7.1.Diagrama de Paretos

El Diagrama de Paretos representa el impacto de cada factor en orden descendente, desde el factor con un mayor impacto hasta el de menor impacto. Además, contiene una línea de referencia que indica el umbral de significancia estadística, lo cual facilita la identificación de aquellos efectos que son estadísticamente significativos dentro del diseño factorial. El diagrama de Pareto muestra los valores absolutos de los efectos estandarizados desde el efecto más grande hasta el efecto más pequeño [28].

Por ejemplo, usando el diagrama de Pareto de efectos estandarizados de la *Figura 3.3* es posible determinar cuáles factores tienen un impacto significativo en la respuesta analizada. En este caso, los factores evaluados son temperatura (A), presión (B) y velocidad (C), sobre la respuesta que la resistencia de un material. Las

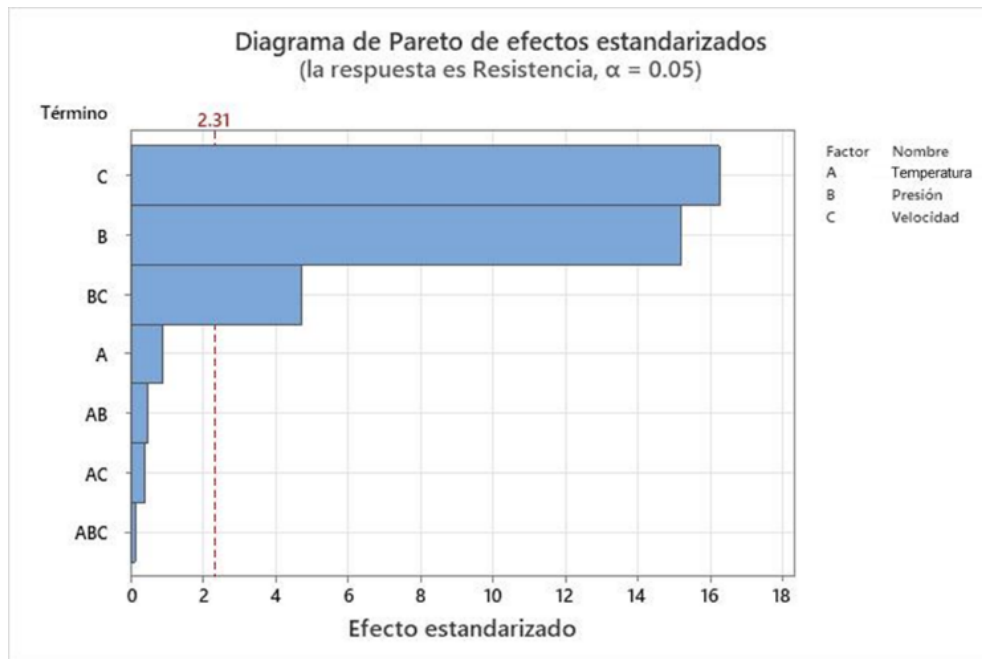


Figura 3.3 Diagrama de Paretos de efectos estandarizados [28]

barras correspondientes a los factores C, B y la interacción BC superan la línea de referencia situada en 2.31 Indicando que estos factores son estadísticamente significativos al nivel de confianza del 95% ($\alpha=0.05$) [28].

A pesar de que el diagrama de Paretos destaca los factores con un mayor impacto. No se puede determinar cuáles efectos aumentan o disminuyen la respuesta.[28] Para eso se tiene que apoyar de otras herramientas como son las gráficas de efectos principales y las gráficas de interacción.

3.7.2.Gráficas de Efectos Principales

Una Gráfica de Efectos Principales es una herramienta para visualizar cómo cada factor, de manera individual, influye en la respuesta de un experimento. Permitiendo identificar qué tipo de variación hay en la respuesta al cambiar el valor de un factor. Aquí se debe tomar en consideración lo siguiente:

Si la línea es horizontal, significa que al cambiar el valor del factor no tiene un efecto significativo sobre la respuesta[29]. Si la línea es inclinada, indica que el factor tiene un efecto sobre la respuesta. Una pendiente positiva sugiere una relación directamente proporcional, por el contrario, si presenta una pendiente negativa refleja una relación inversamente proporcional [29].

Por ejemplo, una empresa compara la tasa de crecimiento de las plantas con dos fertilizantes (A y B), y la ubicación donde fueron plantadas (1 y 2) [29]. En la *Figura 3.4* se muestra la gráfica de efectos principales de estos dos factores.

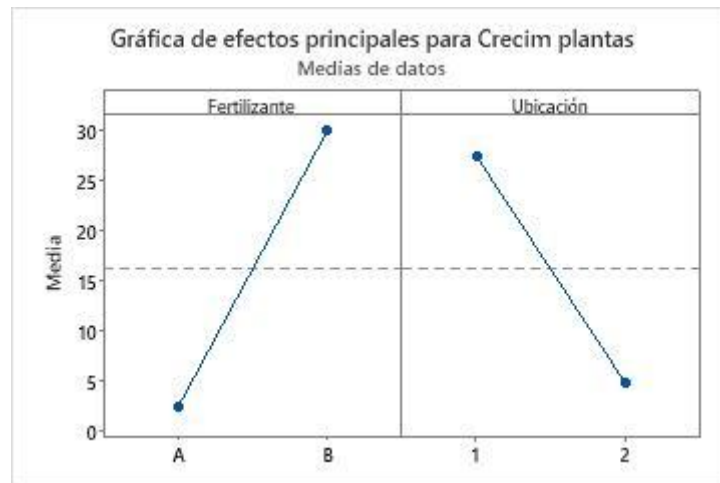


Figura 3.4 Gráfica de efectos principales para Crecimiento de las plantas[29]

Ambos factores, el fertilizante y la ubicación, influyen en la tasa de crecimiento de las plantas. El cambio del fertilizante A al fertilizante B tiene un efecto positivo sobre el crecimiento, mientras que modificar la ubicación de la 1 a la 2 produce un efecto negativo en dicha tasa.

4.METODOLOGÍA

En esta sección, se describe la metodología utilizada para llevar a cabo el desarrollo de los materiales absorbentes, desde el planteamiento del diseño de experimentos hasta la síntesis de los materiales. Posteriormente, se describe la evaluación del desempeño de los materiales.

Asimismo, se describen las técnicas de caracterización realizadas tanto a los materiales absorbentes como al agua recuperada. De igual manera, el agua obtenida es evaluada para definir si es adecuada para el consumo humano.

4.1.Diseño de experimentos

El diseño de experimentos (DOE) es una herramienta estadística que permite estudiar el efecto de dos o más factores (variables) independientes en una o varias respuestas dependientes. Además, permite observar cómo las variables interactúan entre sí. Para ello se optó por utilizar el software Minitab (2019 versión 21.01), seleccionando un modelo factorial multivariable el cual permitió analizar el efecto de las variables de síntesis sobre la capacidad de absorción de humedad, así como la capacidad de liberación de agua. Los factores y niveles establecidos en el diseño experimental fueron los siguientes:

- Grado de neutralización: 10%-50%w/w
- Contenido de iniciador: 0.5-1.5% w/w
- Contenido de entrecruzante: 0-0.5% w/w
- Contenido de polietilenglicol: 0-100% w/w
- Contenido de cloruro de calcio: 0-100% w/w

Donde “% w/w” hace referencia al porcentaje en peso respecto al monómero utilizado. El monómero a polimerizar fue el ácido acrílico. El DOE resultante, considerado los factores definidos, se presenta a continuación:

La *Tabla 4.1* contiene los 14 experimentos a realizar, los cuales estadísticamente son representativos y a partir de ellos se realizó el análisis correspondiente para identificar qué variables son las que poseen un mayor impacto al momento de desarrollar un material capaz de absorber y liberar humedad atmosférica.

Tabla 4.1. Diseño de experimentos

Material	Neutralización (%)	Iniciador (% w/w)	Entrecruzante (% w/w)	PEG (% w/w)	CaCl ₂ (% w/w)
1-PA	10	0.5	0.5	100	100
2-PA	50	0.5	0	100	100
3-PA	30	1	0.25	50	50
4-PA	50	1.5	0	100	0
5-PA	10	0.5	0	100	100
6-PA	10	1.5	0.5	100	0
7-PA	50	0.5	0.5	100	0
8-PA	50	0.5	0.5	0	0
9-PA	10	1.5	0.5	0	100
10-PA	10	1.5	0	0	0
11-PA	30	0.5	0.5	50	50
12-PA	50	1.5	0.5	0	100
13-PA	50	0.5	0	0	100
14-PA	10	0.5	0	0	0

Una vez definidos los experimentos a realizar, se procedió a sintetizar cada uno de los materiales. Al momento de tenerlos, se evaluó la capacidad de absorción de humedad y la liberación de agua a 90% de humedad relativa en condiciones controladas. En el apartado “Evaluación del Material” se hace más énfasis en cuál fue el procedimiento para obtener dicha respuesta.

4.1.1. Notación del nombre de los materiales

Con la finalidad de proporcionar las condiciones de síntesis a lo largo del documento, se utilizará el siguiente sistema de notación para los materiales. Permitiendo al lector contar con esta información de manera sencilla sin tener que regresar a la *Tabla 4.1* del diseño de experimentos para interpretar las referencias hechas durante la discusión de resultados. La abreviación que se va a utilizar se ejemplifica en la *Figura 4.1*, la cual se corresponde al material 1-PA.

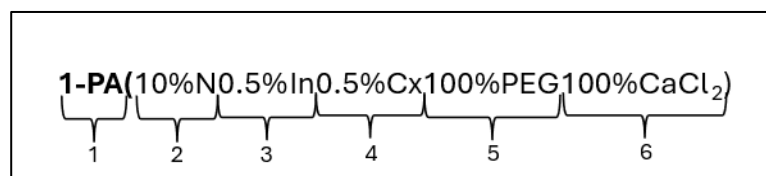


Figura 4.1 Ejemplo de notación para el material 1-PA

La notación resume la siguiente información:

1. **1-PA:** Hace referencia al material 1, sintetizado de acuerdo con el diseño de experimentos de la *Tabla 4.1*.
2. **10%N:** Indica que el material tiene un grado de neutralización 10%w/w con respecto al monómero
3. **0.5%In:** Indica un contenido de 0.5%w/w de iniciador con respecto al monómero
4. **0.5%Cx:** Indica que la materia tiene 0.5%w/w de entrecruzante con respecto al monómero
5. **100%PEG:** Señala la presencia de 100%w/w de polietilenglicol con respecto al monómero
6. **100%CaCl₂:** Señala la presencia de 100%w/w de cloruro de calcio con respecto al monómero

Estas notaciones se encontrarán como notas al pie de página cuando se mencione algún material. En esta misma página, se puede encontrar el ejemplo con el material 1-PA^a, contando con la misma información que se tiene en la *Figura 4.1*.

4.2.Síntesis de los materiales

A continuación, se describen la secuencia de polimerización y los procedimientos específicos utilizados para la integración de cada uno de los compuestos higroscópicos. Siguiendo las especificaciones establecidas en el DOE de la Tabla 1, para cada uno de los materiales.

4.1.2.Reactivos

Los materiales higroscópicos utilizados para el desarrollo de los materiales fueron el cloruro de calcio anhidrido 98.6% de pureza (Fermon) y polietilenglicol (PEG) con un peso molecular de 200 g/mol; ambos polímeros fueron provistos por Sigma Aldrich.

^a **1-PA**(10%N0.5%In0.5%Cx100%PEG100%CaCl₂)

Los reactivos para sintetizar la matriz polimérica fueron el ácido acrílico al 99% (Sigma-Aldrich). El persulfato de potasio como iniciador con pureza del 99.3% (PQ; Fermon); hidróxido de sodio con pureza del 98.43% (Macron Fine Chemicals) y glicerol comercial como entrecruzante.

4.1.3. Polimerización

En la polimerización de ácido acrílico se utilizó una relación en peso solvente-monomero de 6.64/1. El procedimiento realizado se describe a continuación:

1. Un matraz de 3 bocas equipado con un termómetro y un agitador magnético se colocó dentro de una mantilla de calentamiento conectada a un reóstato.
2. Se adicionó agua desionizada al matraz (como disolvente) y después se adicionó la cantidad de NaOH requerida para cada una de las reacciones.
3. Posteriormente se agregó el monómero y se mantuvo en agitación por 10 minutos a 200 rpm.
4. Se encendió la parrilla hasta alcanzar los 60 °C, entonces se agregó el entrecruzante y se dejó en agitación por 10 minutos. Esto con la finalidad de que el entrecruzante reaccionara exclusivamente con el ácido acrílico.
5. Cuando el matraz alcanzó los 70 °C, se inició la reacción agregando el persulfato de potasio de acuerdo con las cantidades requeridas. En este momento, se detuvo el calentamiento, apagando el reóstato.
6. Al momento en que la mezcla alcanzó un alto grado de viscosidad y la temperatura disminuyó a 40°C, esta se retiró del matraz con ayuda de una espátula y se colocó en una charola de teflón con su correspondiente etiquetado.
7. Después, el hidrogel resultante se dejó a temperatura ambiente por 24 horas, y posteriormente se secó en una estufa de calentamiento a 100°C por 12 horas.

Lo anterior es una descripción generalizada de cómo se polimerizó el PA, pero existen algunas diferencias dependiendo del material higroscópico utilizado. A continuación, se describen los diferentes pasos que se usaron para cada material y, cuando se hicieron combinaciones de dos o más de estos materiales, simplemente se adaptaron para combinar cada uno de estos procedimientos.

4.2.2.1. Integración del Cloruro de Calcio

Primeramente, este material se disolvió en agua hasta formar una disolución con una concentración de 30% w/w. Esta disolución se calentó hasta los 60°C y después se agregó a la solución de PA antes de iniciar la polimerización (entre el paso 4 y el 5, descritos anteriormente).

4.2.2.2. Integración del Polietilenglicol

En este caso se hizo una solución de 50% w/w de PEG con agua, esta disolución se calentó a 60°C. Posteriormente, se adicionó la solución de PEG en la mezcla ya preparada de ácido acrílico, todavía como monómero, y una vez bien mezcladas ambas soluciones se comenzó la polimerización de PA [30]. Esto con la finalidad de formar redes interpenetradas de polímeros (IPN, por sus siglas en inglés), las cuales son caracterizadas por el entrelazado de dos o más polímeros sin enlaces covalentes entre ellos (entre el paso 4 y el 5, descritos anteriormente).

4.3. Evaluación del desempeño del material

La capacidad de absorción de humedad y la capacidad de liberación de agua son las propiedades clave que se utilizaron para evaluar el desempeño de los materiales sintetizados. Las pruebas se realizaron tanto en condiciones controladas de laboratorio como en condiciones ambientales; es decir, no controladas, con el objetivo de simular los escenarios tanto más favorables como en circunstancias reales. En esta sección se detallan los procedimientos experimentales para caracterizar cada uno de los materiales, desde el montaje de la muestra, la medición de su capacidad higroscópica, su estabilidad durante múltiples ciclos de absorción-liberación y su respuesta frente a variables ambientales.

4.3.1. Preparación de la muestra

Con la finalidad de medir la capacidad de retención de humedad atmosférica de cada una de las muestras, así como la cantidad de agua que son capaces de liberar, se colocaron sobre la boca de un frasco como se representa en la *Figura 4.2*. Al frasco se le colocó una malla permeable y encima de esta se depositó un gramo de muestra.

Esta configuración permitía que el agua liberada por el material pudiera recolectarse a través de la malla, dentro del vial. De esta manera, se pudo evaluar cuánta humedad era capaz de absorber el material y, a su vez, la cantidad de agua que podía liberar. Cabe señalar que la malla fue saturada en agua previamente a su colocación en la boca del frasco.

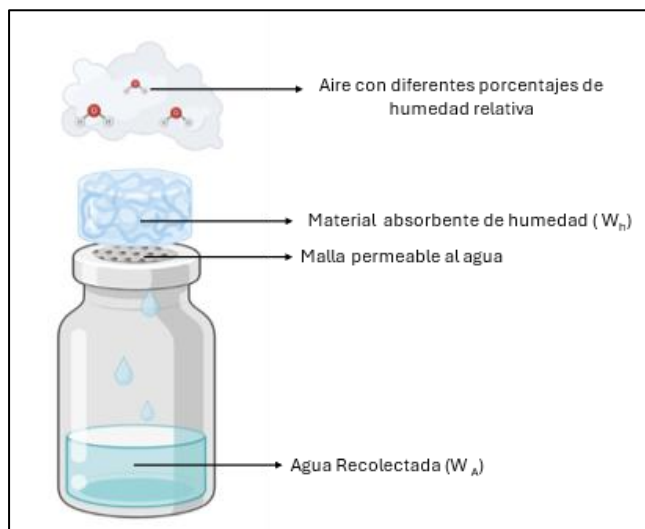


Figura 4.2 Representación del montaje de las muestras

4.3.2. Capacidad de absorción de humedad

Hace referencia a la cantidad total de humedad que es absorbida y retenida por el material, la cual se evalúa a partir de la expresión 1, descrita a continuación:

$$H_m = \frac{(W_h - W_s)}{W_s} [=] \frac{g_{\text{humedad absorbida}}}{g_{\text{material}}} [=] \frac{g_{\text{humedad}}}{g_{\text{material}}} \quad (1)$$

Donde H_m es la capacidad de absorción de humedad del material expresada en gramos de humedad por gramo de material ($g_{\text{humedad}}/g_{\text{material}}$), W_h es el peso de la muestra húmeda, y W_s el peso de la muestra seca.

4.3.3. Capacidad de liberación de agua

Es la cantidad total de agua liberada por el material, siendo el “agua recolectada” que llegó a caer dentro del vial como se indica en la *Figura 4.2*.

$$H_A = \frac{(W_A)}{W_s} [=] \frac{g_{\text{agua libre}}}{g_{\text{material}}} [=] \frac{g_{\text{agua}}}{g_{\text{material}}} \quad (2)$$

Donde H_A es la capacidad de liberación de agua de humedad del material ($g_{\text{agua}}/g_{\text{material}}$) y W_s el peso de la muestra seca.

4.3.4.Evaluación en condiciones controladas

En la modalidad de condiciones controladas se utilizó un humidificador marca Dreco, modelo DR-HHMM001, el cual fue aislado dentro de un compartimiento plástico. Este equipo puede mantener diferentes humedades relativas (HR) en el intervalo 30% a 90% HR. En dicho compartimiento se colocaron cada una de las muestras, después se fijó cierta humedad relativa y se mantuvo por 12 horas. Transcurrido ese tiempo, se realizó la medición de humedad adsorbida y liberación de agua. Los análisis que se hicieron en estas condiciones fueron:

- a. Desempeño en diferentes condiciones de humedad relativa. Con ayuda de este equipo se estableció determinada humedad relativa fija por 12 horas, en donde se colocaron cada uno de los materiales y al concluir ese periodo se hicieron mediciones de sus capacidades de absorción y liberación de agua. Haciendo mediciones a lo largo del intervalo de 30% HR hasta llegar al 90% HR
- b. Desempeño en ciclos de absorción y desorción. Para evaluar la estabilidad y eficiencia de los materiales a lo largo del tiempo, las muestras se evaluaron por 10 ciclos consecutivos de absorción y desorción de humedad. En cada ciclo, el material fue expuesto durante 12 horas a 90% HR para permitir la absorción de humedad. Seguido de un proceso de secado a 100°C por 5 horas. Después, se volvió a someter a condiciones de 90% HR. Durante cada ciclo, se registró la capacidad de absorción de humedad como la de liberación de agua.

4.3.5.Evaluación en condiciones no controladas

Las mediciones en condiciones no controladas hacen referencia a las pruebas realizadas bajo condiciones ambientales naturales. Estas mediciones se llevaron a lo largo de 8 días en la capital del estado de San Luis Potosí, ubicada en los Estados Unidos Mexicanos.

En esta modalidad se registró la capacidad de absorción de humedad y liberación de agua cada 12 horas, específicamente a las 7:00 am y a las 7:00 pm. Asimismo, se monitoreó la humedad relativa y la temperatura ambiental utilizando un hidrotérmetro marca EXTECH instruments modelo 44571. Este registro se realizó

con la finalidad de correlacionar las condiciones climáticas con el desempeño higroscópico del material.

4.4.Caracterización de los materiales absorbentes

Las caracterizaciones descritas a continuación permitieron identificar las interacciones químicas presentes, analizar el comportamiento térmico y evaluar la morfología de los materiales.

4.4.1.Espectroscopia de Infrarrojo con Transformada de Fourier

El objetivo de esta caracterización fue identificar las interacciones químicas presentes entre los componentes del material. Los espectros de infrarrojo se obtuvieron utilizando un espectrómetro de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR) modelo Nicolet iS10, en un intervalo de $4000-400\text{ cm}^{-1}$ con 40 barridos por material. Para poder llevar a cabo este análisis, las muestras sólidas fueron pulverizadas en un mortero de ágata hasta obtener un polvo fino. Del polvo obtenido se tomó aproximadamente 0.001 g y se mezcló con 0.1 g de bromuro de potasio, los cuales se secaron a 80°C durante 1 hora con el objetivo de minimizar la interferencia de la humedad en los espectros. Estas pastillas fueron llevadas al FTIR para hacer las mediciones.

4.4.2.Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)

El propósito de esta caracterización fue determinar la temperatura de transición vítrea y otras posibles transiciones térmicas, con el fin de relacionarlas con el tipo de matriz lograda en los materiales: ya sea una mezcla entre el poli(ácido acrílico) y el polietilenglicol o una red interpenetrada entre ambos materiales.

Se utilizó un equipo de Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC), modelo Q2000 (TA Instruments). Se evaluaron las materias primas y el polímero sintetizado de forma independiente: PA, PEG y CaCl_2 . Las muestras se evaluaron con una rampa de calentamiento de $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$, desde 0 hasta 300°C .

4.5.Caracterización del agua

El propósito de caracterizar la calidad del agua liberada por los materiales absorbentes fue establecer el posible uso del agua obtenida y su cumplimiento con parámetros de calidad para su uso ya sea en el consumo humano, agrícola o industrial.

Las muestras de agua liberada, requeridas para cada una de las caracterizaciones descritas a continuación, fueron obtenidas utilizando el equipo empleado en la evaluación de condiciones controladas: un humidificador marca Dreco, modelo DR-HHMM001, operado a 90 % de humedad relativa (HR) y temperatura ambiente, hasta obtener el volumen necesario para cada análisis. También se utilizó agua desionizada como control para los siguientes análisis.

4.5.1. Sólidos Disueltos Totales (SDT)

El objetivo de este análisis fue cuantificar los sólidos disueltos totales en el agua recuperada por los materiales. Para ello se utilizó una termobalanza marca OHAUS, modelo MD45. Donde se colocaron 5 mL del agua liberada por los materiales. La muestra fue calentada en la termobalanza a 100°C hasta lograr la evaporación completa del agua, dejando como residuo los sólidos disueltos presentes, los cuales fueron cuantificados gravimétricamente.

4.5.2.Potenciometría

El objetivo de esta caracterización fue evaluar el pH del agua liberada por los materiales. Para ello se utilizó el potenciómetro Scientific™ Orion Star, modelo A211. Se analizaron 5 mL de agua recuperada de los materiales.

4.5.3.Conductividad

El análisis de la conductividad eléctrica se midió con el propósito de estimar la concentración de sales disueltas, ya que estas se disocian en iones capaces de conducir la corriente eléctrica en solución. Se utilizó un medidor Extech Instruments, modelo Extik ® EC 500. Se analizaron 5 mL de agua recuperada en condiciones controladas.

4.5.4. Espectroscopia de Infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR)

El objetivo de este análisis fue identificar los tipos de sólidos disueltos presentes en el agua liberada por los materiales, a partir de la detección de los grupos funcionales, y relacionarlos con las materias primas empleadas (ácido acrílico, glicerol y PEG). Los espectros de infrarrojo se obtuvieron utilizando un espectrómetro FTIR Nicolet iS10, en el intervalo de 4000-400 cm^{-1} con 40 barridos por material.

Se prepararon pastillas de 0,1 g de bromuro de potasio (KBr), a las cuales se adicionó una gota de agua liberada por los materiales. Posteriormente, las pastillas se secaron a 100°C durante 1 hora para eliminar el agua y retener únicamente los residuos sólidos sobre su superficie. Finalmente, las pastillas secas fueron analizadas en el FTIR.

4.5.5. Análisis Microbiológico

El análisis microbiológico se realizó para determinar la presencia de microorganismos en el agua liberada por el material. Se aplicó el método de conteo en placa por extensión en superficie siguiendo las normas mexicanas:

- Bacterias aerobias (NOM-092-SSA1-1994)[31]
- Mohos y levaduras (NOM-11-SSA1-1994)[32]

El método se basa en inocular un volumen conocido de muestra en medios de cultivo selectivos específicos, aprovechando la capacidad de cada grupo microbiano de metabolizar los nutrientes presentes. Aunque no permite detectar todos los microorganismos existentes, las condiciones del cultivo (medio, temperatura y presencia de oxígeno) ofrecen un marco adecuado para verificar el cumplimiento de los estándares de la *Tabla 3.2*. Las muestras de agua (5 mL por material) se obtuvieron de la cámara de humedad en condiciones controladas (90 % HR, temperatura ambiente).

Los medios de crecimiento utilizados en este apartado fueron:

- **Medio para mohos y levaduras:** agar extracto de levadura-peptona-dextrosa (Yeast extract peptone dextrose, YPD), preparado con: 20 g/L peptona, 10 g/L extracto de levadura, 20 g/L agar y 20 g/L dextrosa en agua esterilizada. La mezcla fue esterilizada en autoclave.

- **Medio para mesófilos aerobias:** medio Luria-Bertani (LB), preparado con 10 g/L triptona, 1 g/L NaCl y 15 g/L agar bacteriológico en agua esterilizada. La mezcla fue esterilizada en autoclave.

Ambos medios se vertieron en Cajas Petri totalmente esterilizadas, donde se colocaron 20 mL de medio por caja y se dejaron secar a 20°C en una campana.

Las muestras de agua liberada se diluyeron en serie con agua estéril en concentraciones de: 1 (10^0), 0.1 (10^{-1}), 0.01 (10^{-2}), 0.001 (10^{-3}), 0.0001 (10^{-4}) y 0.00001 (10^{-5}) mL/mL. De cada dilución se inoculó en cajas Petri con el medio de cultivo, agregando 1 mL por caja, las cuales se incubaron a 28 °C. El conteo de unidades formadoras de colonias (UFC) se realizó a las 24 y 48 horas de incubación.

En el caso del reporte de los resultados, se va a ejemplificar con la *Figura 4.3*, en la cual se muestran las cajas Petri, con medio LB, correspondientes a las diluciones seriadas del agua recuperada por el material 4-PA^a. En estas imágenes puede observarse que el número de colonias disminuye conforme aumenta la dilución de la muestra.

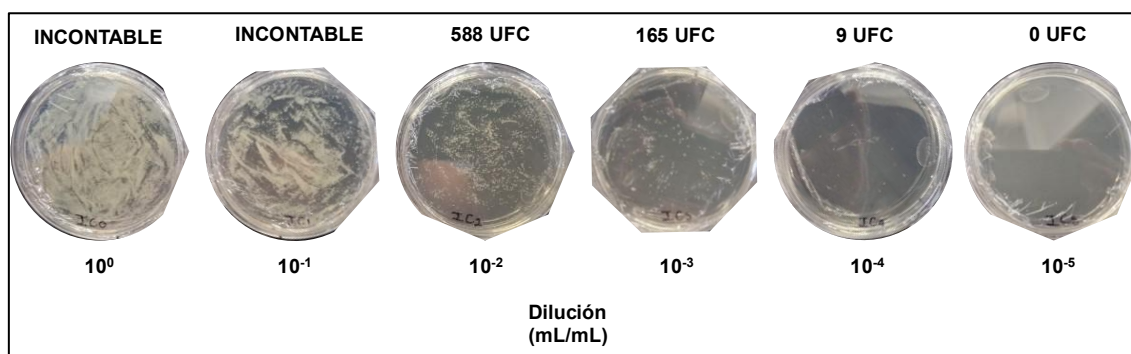


Figura 4.3 Diluciones seriadas de LB y total de UFC del agua liberada por el material 4-PA

La finalidad de realizar diluciones seriadas es permitir la cuantificación de las UFC, ya que en las primeras diluciones suelen observarse placas saturadas en las que resulta imposible distinguir las UFC. Esto se ilustra en la *Figura 4.4a*, donde la placa se considera incontable. En contraste, al incrementar la dilución (*Figura 4.4b*) es posible distinguir colonias aisladas y obtener un conteo.

Para hacer una comparación con los valores permisibles de agua de la Tabla 3.2, los resultados deben expresarse en UFC/100 mL, de acuerdo con las normas consultadas. Por ejemplo, en la *Figura 4.4b* la dilución 10^{-3} presenta 165 UFC. Para

^a **4-PA**(50%N1.5%In0%Cx100%PEG0%CaCl₂)

el cálculo, este valor se multiplica por el inverso de la dilución y por el factor de ajuste a 100 mL, resultando en 1.63×10^7 UFC/100 mL.

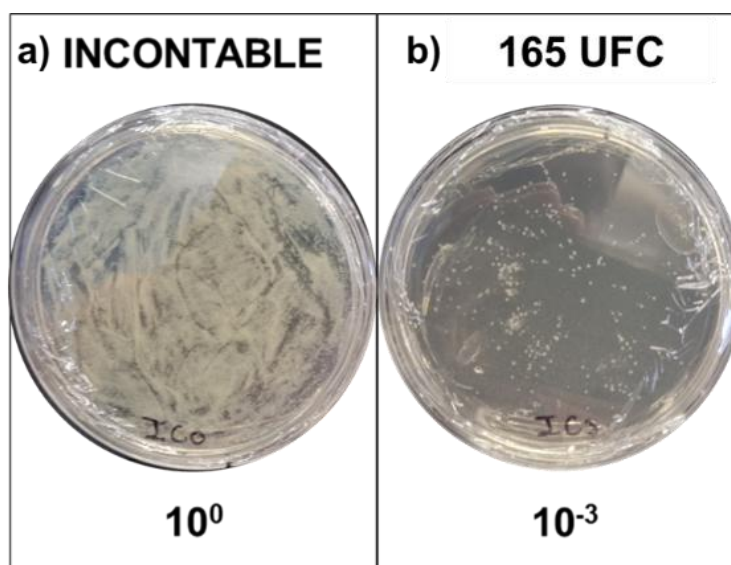


Figura 4.4 Cajas Petri con UFC a) Incontables y b) contables

Las normas consultadas establecen un intervalo contable, el cual es el número mínimo y máximo de colonias que pueden estar presentes en una placa para que el conteo sea representativo del método. Dicho intervalo varía según el tipo de microorganismo: mesófilos aeróbicos totales es de 25-250 UFC [31] y mientras que para mohos y levaduras es de 10-250 UFC [32]. Por ejemplo, volviendo con la *Figura 4.3* de acuerdo con este intervalo contable, la dilución 10^{-3} es la única que cumple con estas condiciones, las demás diluciones se encuentran encima o por debajo del rango aceptado

Finalmente, los valores obtenidos se compararon con los límites permisibles del agua recopilados en la norma, para el uso del agua, considerando siempre el intervalo contable como criterio de validez.

5.RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la siguiente sección se presentan los resultados principales obtenidos a lo largo de este proyecto; estos incluyen la capacidad de absorción de humedad y liberación de agua por parte de los materiales. Así como la caracterización del agua obtenida para definir qué usos se le pueden dar a esta agua.

5.1.Evaluación del material

El hecho de dividir la forma de analizar el comportamiento del material, considerando su capacidad de absorción de humedad como su capacidad de liberación de agua libre surge a partir de las primeras pruebas realizadas experimentales. En estos ensayos, el material fue colocado sobre portaobjetos, como se muestra en la *Figura 5.1a*, y expuesto durante 12 horas a un ambiente controlado con humedad relativa del 90%. Se observó que el material no sólo se hinchaba y cambiaba su aspecto físico, sino que además comenzó a liberar agua libre en su superficie y alrededores, esto se observa en la *Figura 5.1b*. Dicho comportamiento evidenció que el material cumplió uno de los objetivos principales: absorber humedad ambiental y liberarla en forma líquida como agua.

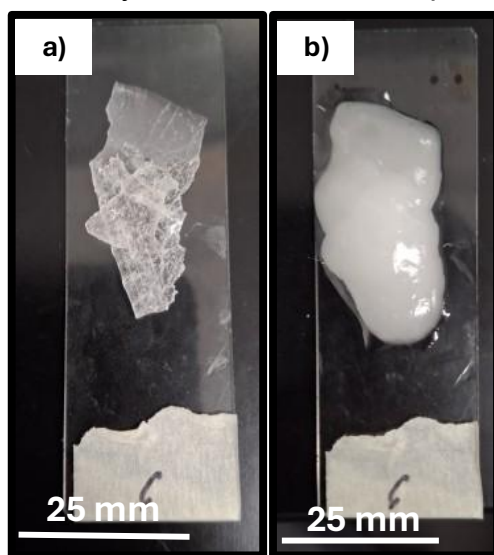


Figura 5.1 Material 6-PA a) seco y b) después de someterse a 90%HR por 12 h

Cabe destacar que el fenómeno de la *Figura 5.1b* ocurrió a temperatura ambiente, sin necesidad de aplicar energía térmica externa para inducir la desorción. En el apartado correspondiente a las caracterizaciones se abordará con mayor profundidad el mecanismo responsable de este fenómeno.

En los apartados consecuentes, se abordará el desempeño en condiciones controladas y no controladas; así como, el análisis del efecto de sus variables de síntesis a partir de los resultados del diseño de experimentos.

5.1.1. Condiciones controladas

En el apartado de Metodología, se describió el procedimiento de la preparación de los materiales para evaluar su capacidad de absorción de humedad ambiental, en la cual se mostró en *Figura 4.2* cómo fue el montaje de las muestras para obtener los datos de absorción de humedad y liberación de agua. Este análisis se llevó a cabo bajo condiciones de temperatura ambiente, y en condiciones constantes de humedad relativa por 12 horas. Se observó que a medida que el material se encontraba en condiciones de humedad relativa mayores al 50% era capaz de liberar agua a temperatura ambiente, sin la necesidad de un calentamiento para inducir la desorción, como suele reportarse en la literatura.

El primer análisis se va a realizar con los datos del material 2-PA^a. El montaje de este material se puede observar en la *Figura 5.2*. El material se colocó sobre la boca del vial retenido por una malla, y dentro del vial se recolectó el agua que liberó la muestra durante el tiempo del experimento.

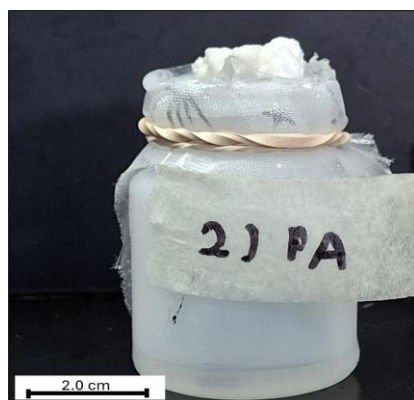


Figura 5.2 Vial con el material 2-PA

Los resultados de la cantidad de agua recolectada a lo largo del tiempo se muestran en la *Figura 5.3*, correspondientes al material 2-PA^b, donde la *Figura 5.3a* contiene los valores obtenidos para la capacidad de absorción de humedad, mientras que la *Figura 5.3b* muestra la capacidad de liberación de agua. Siendo que la humedad absorbida se refiere a la cantidad de agua retenida por el material, y la capacidad

^a 2-PA(50%N1.5%In0%Cx100%PEG100%CaCl₂)

^b 2-PA(50%N1.5%In0%Cx100%PEG100%CaCl₂)

de liberación de agua corresponde al volumen de agua recuperado en el vial tras el proceso de desorción.

En el caso del material 2-PA, se observó que es capaz de absorber humedad a lo largo de todo el intervalo evaluado, entre 30% y 90% de HR. La menor capacidad

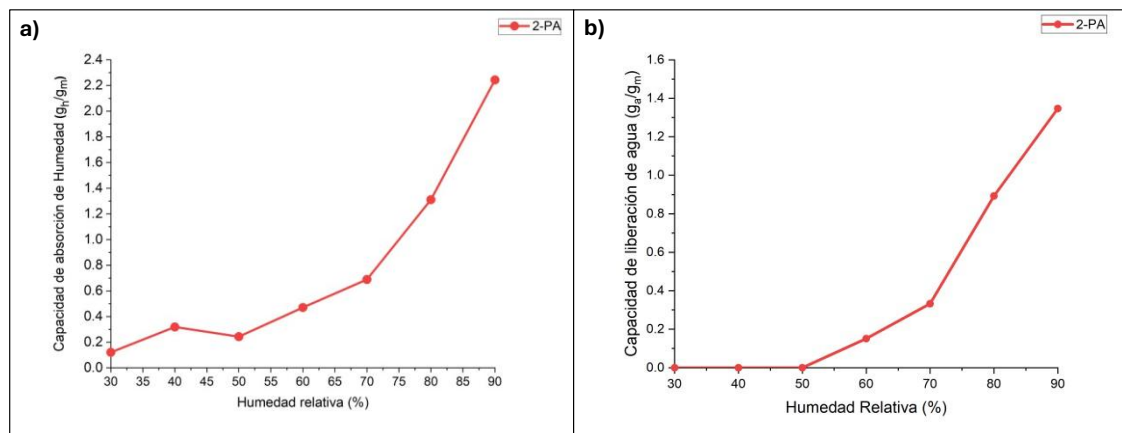


Figura 5.3 a) Capacidad de absorción de humedad y b) Capacidad de liberación de agua del material 2-PA

de absorción registrada fue de 0.12 $\text{g}_{\text{humedad}}/\text{g}_{\text{material}}$ a 30% HR, mientras que la mayor fue de 2.24 $\text{g}_{\text{humedad}}/\text{g}_{\text{material}}$ a 90% HR. Por otro lado, en cuanto a la liberación de agua, el material comenzó a liberarla cuando se tuvo 50% HR, alcanzando un máximo de 1.35 $\text{g}_{\text{agua}}/\text{g}_{\text{material}}$ a 90% HR. Esta capacidad simultánea de absorción de humedad y liberación de agua puede explicarse a partir de la forma en que el agua se retiene dentro de un hidrogel.

En términos generales, el agua presente en un hidrogel puede clasificarse en tres tipos:

1. Agua químicamente unida, retenida por enlaces con los grupos funcionales del material: grupos hidroxilos, carboxilos e iones provenientes de la sal, presentes en la red polimérica.
2. Agua físicamente retenida, mantenida por fuerzas de cohesión entre las moléculas de agua en los espacios de la red polimérica. Esta agua se retiene más débilmente.
3. Agua libre, que se encuentra sin interacciones significativas y puede desplazarse dentro del material, y por tanto se libera fácilmente [18].

A lo largo de los experimentos fue considerada agua libre, aquella agua que gotea dentro del vial, y la retenida por el material correspondía al agua química y físicamente retenidas. Esta distinción se hace porque existe el interés en cuánta humedad puede absorber el material y cuánta agua puede liberar el material. Por

ejemplo, de acuerdo con la *Figura 5.3b* el material 2-PA^a a partir del 60% de humedad relativa, empieza a presentar agua libre. Esto ocurre cuando la cantidad de humedad absorbida es suficiente para saturar las fases de agua químicamente unida y físicamente retenida, permitiendo que el exceso se acumule como agua libre. Esta última puede moverse dentro de la matriz polimérica hasta alcanzar la superficie y, en consecuencia, ser liberada al entorno.

Las capacidades de absorción de humedad y liberación de agua de los materiales se presentan de forma conjunta en las figuras siguientes, agrupando los materiales de acuerdo a su composición: únicamente la matriz de poliacrilato (*Figura 5.4*), aquellos que contienen únicamente cloruro de calcio (*Figura 5.5*), los que contienen sólo polietilenglicol (*Figura 5.6*) y, finalmente, los que combinan CaCl₂ y PEG (*Figura 5.7*).

En la sección de anexos *A. Gráficas de condiciones Controladas*, se incluyen gráficas agrupadas del desempeño de todos los materiales. La gráfica A1 muestra las capacidades de absorción de todos los materiales, mientras que en la *Tabla 3.1* se recopilan los valores de absorción y liberación de agua en condiciones de 30 % y 90 % HR, correspondientes a las condiciones mínima y máxima de capacidades de absorción/liberaciones observadas en los materiales sintetizados en este estudio.

En las secciones siguientes del *Diagrama de Pareto* y del *Gráficas de Efectos Principales*; se profundiza en analizar cómo las variables de síntesis tanto de manera individual como en conjunto influyen en el desempeño de cada uno de los materiales.

Los materiales 8-Pa^b, 10-PA^c y 14-PA^d, son aquellos materiales que no contienen ninguna cantidad de PEG ni CaCl₂, es decir, sólo es la matriz de poliacrilato. A partir de lo observado en la *Figura 5.4a*, se identificó que estos materiales presentan capacidades de absorción de humedad por debajo de 0.2 g_{humedad}/g_{material}, alcanzadas únicamente cuando las condiciones de humedad relativa superan el 70% HR.

^a **2-PA**(50%N0.5%In0%Cx100%PEG100%CaCl₂)

^b **8-PA**(50%N0.5%In0.5%Cx0%PEG0%CaCl₂)

^c **10-PA**(10%N1.5%In0%Cx0%PEG0%CaCl₂)

^d **14-PA**(10%N0.5%In0%Cx0%PEG0%CaCl₂)

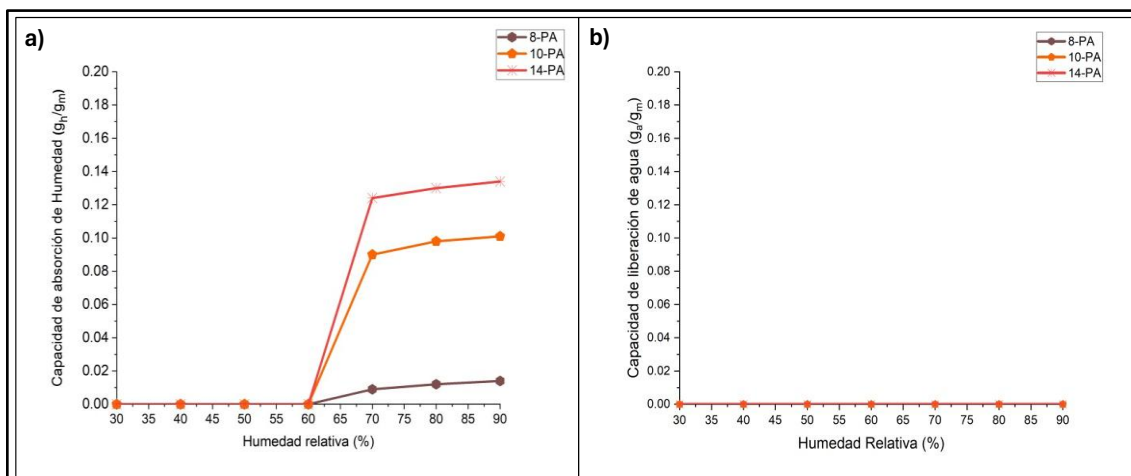


Figura 5.4 a) Capacidad de absorción de humedad y b) Capacidad de liberación de agua de materiales sin PEG y CaCl_2

A pesar de ser materiales sinterizados con las mismas materias primas existe una diferencia entre las capacidades de absorción. Por ejemplo, el material 8-PA absorbió un máximo de $0.01 \text{ g}_{\text{humedad}}/\text{g}_{\text{material}}$ de humedad a 90% HR mientras que 14-PA logró absorber $0.13 \text{ g}_{\text{humedad}}/\text{g}_{\text{material}}$. Esta diferencia se debe a las condiciones de polimerización específicas de cada material. El material 8-PA posee un grado de neutralización del 50%w/w, mientras que 14-PA presenta un 10%w/w. Esta menor neutralización en 14-PA implica mayor presencia de grupos carboxilo ($-\text{COOH}$), los cuales pueden formar enlaces de hidrógeno con las moléculas de agua en fase gaseosa presentes en el entorno, permitiendo una mayor absorción de humedad.

De acuerdo con la *Figura 5.4b*, se observa que la matriz polimérica por sí sola no tuvo capacidad para liberar el agua a lo largo de todo el intervalo evaluado de las pruebas experimentales. Esta ausencia de liberación se atribuye a la falta de los materiales higroscópicos en la matriz polimérica. La capacidad de retener y liberar agua líquida depende del trabajo conjunto de los compuestos higroscópicos como de la matriz polimérica.

Los materiales que contenían únicamente CaCl_2 como componente higroscópico son 9-PA^a, 12-PA^b y 13-PA^c. Sus capacidades de absorción de humedad y liberación de agua se encuentran en la *Figura 5.5*.

^a **9-PA**(10%N1.5%In0.5%Cx0%PEG100% CaCl_2)

^b **12-PA**(50%N1.5%In0%Cx0%PEG100% CaCl_2)

^c **13-PA**(50%N0.5%In0%Cx0%PEG100% CaCl_2)

La incorporación de CaCl_2 en la matriz de poliacrilato incrementó significativamente la capacidad del material para absorber humedad del ambiente. Como se observa en la *Figura 5.5a* el material modificado comenzó a absorber humedad a partir de del 30% HR, a diferencia del poliacrilato sin aditivo, esto al compararse la *Figura 5.4a* con la *Figura 5.4b*, donde la matriz sola de poliacrilato no mostró capacidad de absorción en valores inferiores al 70% de HR.

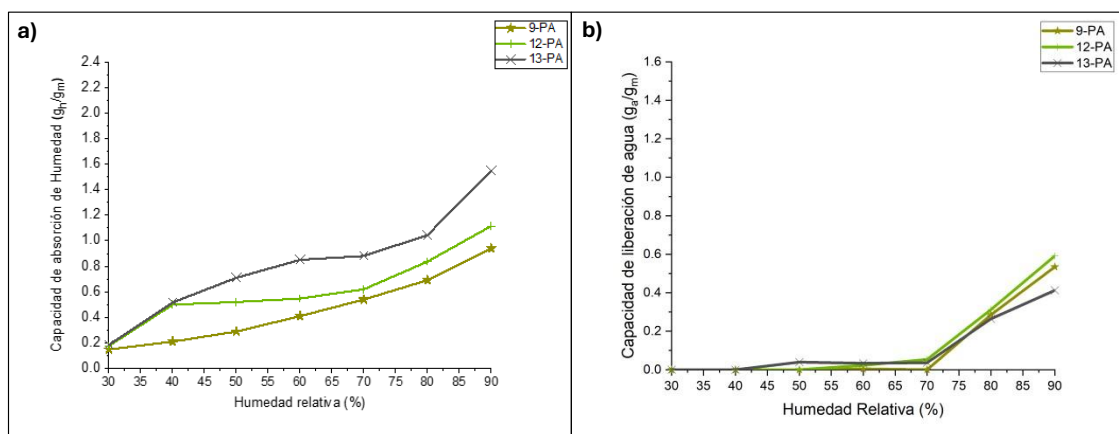


Figura 5.5 a) Capacidad de absorción de humedad y b) Capacidad de liberación de agua de los materiales únicamente con CaCl_2

Además, los materiales con CaCl_2 lograron superar la capacidad máxima de absorción de la matriz de poliacrilato, de 0.13 $g_{\text{humedad}}/g_{\text{material}}$ a 90% HR% por el material 14-PA^a. Este incremento en la capacidad de absorción se observó incluso desde condiciones de 30% HR. Por ejemplo, el material 9-PA logró absorber 0.15 $g_{\text{humedad}}/g_{\text{material}}$ a dicha humedad relativa. De manera más notable, el material 13-PA alcanzó un máximo de 1.55 $g_{\text{humedad}}/g_{\text{material}}$ a 90%HR

En la *Figura 5.5b*, se encuentra la capacidad de liberación de agua, mostrando un comportamiento distinto al que se observa en la *Figura 5.4b*, donde el poliacrilato sin aditivos no liberó agua. Este resultado es relevante, ya que demuestra cómo el CaCl_2 no sólo mejora la capacidad de absorción de humedad del poliacrilato, sino que, además, propicia la liberación de agua líquida sin requerir de un proceso térmico de desorción.

Tal es el caso, del material 13-PA^b, que comenzó a liberar agua a 50% HR alcanzando un valor de 0.04 $g_{\text{agua}}/g_{\text{material}}$. A condiciones de 90% HR, las capacidades de liberación de los materiales 9-PA, 12-PA y 13-PA es de 0.53, 0.59 y 0.41 $g_{\text{agua}}/g_{\text{material}}$ respectivamente, como se observa en la *Figura 5.5b*.

^a **14-PA**(10%N0.5%In0%Cx0%PEG0% CaCl_2)

^b **13-PA**(50%N0.5%In0%Cx0%PEG100% CaCl_2)

Estos resultados serán discutidos más adelante, donde se analiza cómo las variables de síntesis impactan en el desempeño higroscópico de los materiales desarrollados en este trabajo.

En la *Figura 5.6* se presentan los materiales que únicamente contienen PEG: 4-PA^a, 6-PA^b y 7-PA^c. De manera similar, a lo observado con los materiales que únicamente contienen CaCl₂ (*Figura 5.5a*), los materiales con PEG (*Figura 5.6a*) mostraron capacidad de absorción humedad a partir del 30% HR. Esto indica, que ambos compuestos higroscópicos mejoran la capacidad de absorción del poliacrilato.

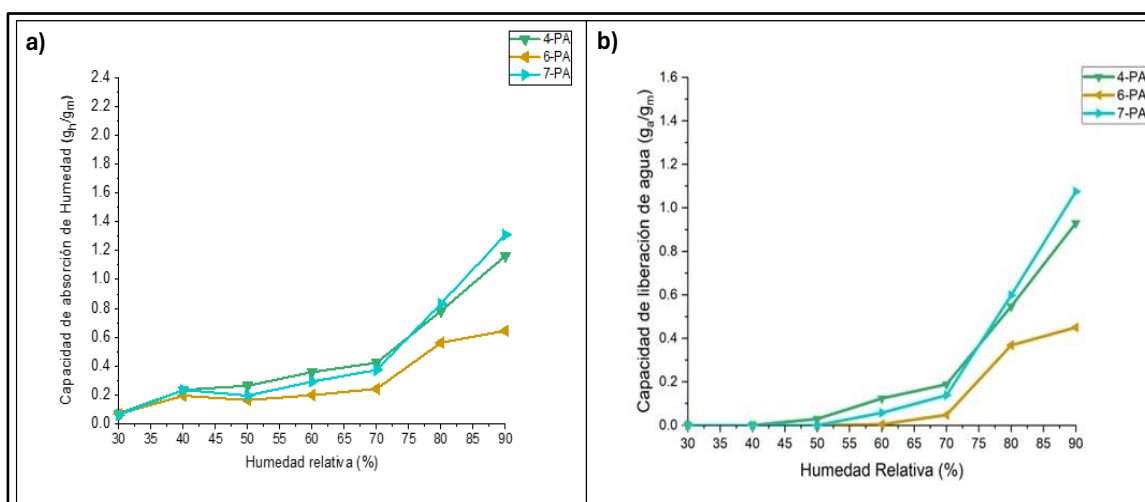


Figura 5.6 C a) Capacidad de absorción de humedad y b) Capacidad de liberación de agua de los materiales únicamente con PEG

A un 90% HR, el material 7-PA presenta la mayor capacidad de absorción de humedad, entre los formulados con PEG, alcanzando un valor de 1.31 g_{humedad}/g_{material}. Sin embargo, este valor se encuentra por debajo del registrado por el material 13-PA, que contine CaCl₂ y el cual comenzó una absorción de 1.55 g_{humedad}/g_{material}.

Por tanto, los materiales de la *Figura 5.5a*, con CaCl₂ son más efectivos para captar la humedad del medio ambiente en comparación con aquellos que sólo contienen PEG de la *Figura 5.6a*.

^a 4-PA(10%N1.5%In0.5%Cx0%PEG100%CaCl₂)

^b 6-PA(10%N1.5%In0.5%Cx0%PEG100%CaCl₂)

^c 7-PA(10%N1.5%In0.5%Cx0%PEG100%CaCl₂)

En cuanto a la liberación de agua de acuerdo con la *Figura 5.6b*, los materiales 4-PA^a, 6-PA^b y 7-PA^c, a 90% HR pueden liberar 0.93, 0.45 y 1.07 g_{agua}/g_{material}, respectivamente. Indicando que el PEG, favorece mayor liberación de agua en comparación con los que sólo contienen CaCl₂, esto al comparar la *Figura 5.5b* y la *Figura 5.6a*

Por otro lado, la *Figura 5.7* corresponde a los materiales que incorporan ambos compuestos higroscópicos, PEG y CaCl₂, siendo los materiales: 1-PA^d, 2-PA^e, 3-PA^f, 5-PA^g y 11-PA^h. En la *Figura 5.7a* se observa que incluso a niveles bajos de HR, estos materiales logran absorber mayor humedad que si solo contuvieran uno de los compuestos higroscópicos.

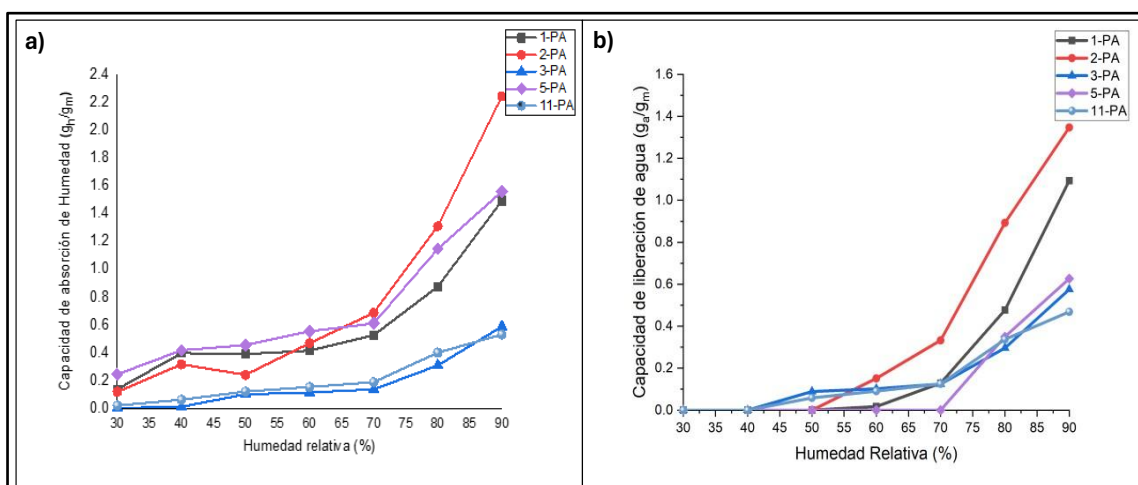


Figura 5.7 a) Capacidad de absorción de humedad y b) Capacidad de liberación de agua de los materiales con PEG y CaCl₂

Un ejemplo es el material 5-PA que a 30% HR, el cual puede absorber 0.25 g_{humedad}/g_{material} superando al mejor resultado obtenido por los materiales con un solo compuesto higroscópico: 0.18 g_{humedad}/g_{material} para 13-PA (*Figura 5.5b*) y 0.07 g_{humedad}/g_{material} para 6-PA (*Figura 5.6a*). Además, el máximo de absorción de humedad alcanzado por estos materiales lo logra el material 2-PA, con un valor de 2.24 g_{humedad}/g_{material} a 90% HR, superando a los materiales con sólo un componente higroscópico.

^a **4-PA**(10%N1.5%In0.5%Cx0%PEG100%CaCl₂)

^b **6-PA**(10%N1.5%In0.5%Cx0%PEG100%CaCl₂)

^c **7-PA**(10%N1.5%In0.5%Cx0%PEG100%CaCl₂)

^d **1-PA**(10%N0.5%In0.5%Cx100%PEG100%CaCl₂)

^e **2-PA**(50%N0.5%In0.5%Cx100%PEG100%CaCl₂)

^f **3-PA**(30%N1%In0.25%Cx50%PEG50%CaCl₂)

^g **5-PA**(30%N1%In0.5%Cx100%PEG100%CaCl₂)

^h **11-PA**(30%N1%In0.25%Cx50%PEG50%CaCl₂)

De igual manera, en el caso de liberación de agua de la *Figura 5.7*, los materiales que combinan PEG y CaCl_2 superan claramente las capacidades observadas cuando estos compuestos se emplean de forma individual. Por ejemplo, los materiales 1-PA^a y 2-PA^b a 90% HR son capaces de liberar 1.09 y 1.35 g_{agua}/g_{material}, respectivamente. Estos valores, al ser comparados con los máximos alcanzados por los materiales que contienen CaCl_2 o PEG: material 12-PA^c (*Figura 5.5b*) con 0.59 g_{agua}/g_{material} y el 7-PA (*Figura 5.6*), con 1.07 g_{agua}/g_{material}. Esto confirma que la combinación de CaCl_2 y PEG con la matriz de poliacrilato resulta en un comportamiento sinérgico que mejora significativamente la capacidad del sistema para capturar y liberar agua.

Para resumir lo discutido en esta sección, se toman como referencia los 2-PA, 7-PA^d, 10-PA^e y 12-PA^f presentados en la *Figura 5.8*. Se seleccionaron estos materiales por presentar distintas composiciones: PEG- CaCl_2 (2-PA), sólo PEG (7-PA), sin componentes higroscópicos (10-PA), y sólo CaCl_2 (12-PA). A continuación, se resumen sus comportamientos.

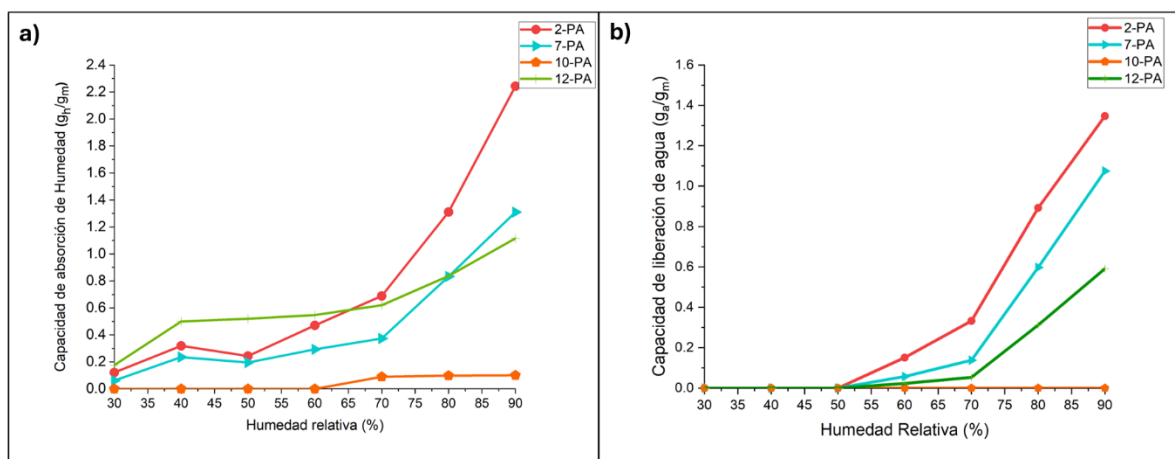


Figura 5.8 a) Capacidad de absorción de humedad y b) Capacidad de liberación de agua de los materiales 2-PA, 7-PA y 10-PA

1. Los materiales que solo contienen poliacrilato como 10-PA, no son capaces de absorber humedad en el intervalo de 30% a 60% HR (*Figura 5.8a*). Es únicamente a partir del 70% HR que comienza a absorber humedad, con una capacidad por debajo del 0.2 g_{humedad}/g_{material}. Además, en ningún valor de HR evaluado exhibe capacidad de liberación de agua (*Figura 5.8b*), lo que confirma

^a **1-PA**(10%N0.5%In0.5%Cx100%PEG100%CaCl₂)

^b **2-PA**(50%N0.5%In0%Cx100%PEG100%CaCl₂)

^c **12-PA**(50%N1.5%In0.5%Cx0%PEG100%CaCl₂)

^d **7-PA**(50%N0.5%In0%Cx100%PEG0%CaCl₂)

^e **10-PA**(10%N1.5%In0%Cx0%PEG0%CaCl₂)

^f **12-PA**(50%N1.5%In0.5%Cx0%PEG100%CaCl₂)

que el poliacrilato por sí solo no es eficaz para la captura ni la liberación de agua bajo estas condiciones.

2. Los materiales 2-PA, 7-PA y 12-PA son capaces de absorber a lo largo de todo el intervalo de HR (*Figura 5.8a*). La incorporación de PEG y CaCl_2 mejora significativamente la capacidad de absorción, y el poliacrilato, como matriz base, contribuye adicionalmente al incremento de esta capacidad. Según los datos presentados en la *Tabla 3.1* del Marco Teórico, los valores máximos de absorción a 90% HR son $0.06 \text{ g}_{\text{humedad}}/\text{g}_{\text{material}}$ para el PEG y $0.90 \text{ g}_{\text{humedad}}/\text{g}_{\text{material}}$ para el CaCl_2 . No obstante, los materiales compuestos 7-PA y 12-PA alcanzan 1.31 y $1.12 \text{ g}_{\text{humedad}}/\text{g}_{\text{material}}$, respectivamente, superando los valores registrados para los componentes individuales. Es evidente el efecto sinérgico entre los componentes: la red polimérica que permite absorber mayor volumen de agua y los materiales higroscópicos encargados de atraer la humedad del medio ambiente. Esto sin considerar, la cantidad de agua liberada por estos materiales.

En la *Figura 5.8b* las capacidades de liberación de agua de los materiales analizados son a partir del 60% HR. El material 2-PA^a es el que presentó la mayor capacidad de liberación en el intervalo de 60% a 90% HR, alcanzando un valor de $1.35 \text{ g}_{\text{agua}}/\text{g}_{\text{material}}$ a 90%. Le siguen 7-PA^b con $1.07 \text{ g}_{\text{agua}}/\text{g}_{\text{material}}$ y 12-PA^c con $0.59 \text{ g}_{\text{agua}}/\text{g}_{\text{material}}$. Esto confirma que la combinación PEG- CaCl_2 , como en el caso de 2-PA, no sólo potencia la capacidad de retención de humedad, permitiendo una mayor saturación del sistema, sino que también incrementa la cantidad de agua libre disponible para ser liberada.

5.1.1.1. Ciclos de uso

El siguiente análisis consistió en evaluar las capacidades del material para conservar su desempeño a lo largo de varios ciclos sucesivos de absorción de agua, después de pasar por un proceso de secado. Para ello, las muestras se expusieron a condiciones controladas de 90% HR durante 12 horas. Transcurrido ese tiempo, se realizaron mediciones con el propósito de cuantificar la cantidad de agua retenida por el material y el agua liberada por este. Posteriormente, las muestras se sometieron a un proceso de secado a 100 °C durante 12 horas y, una vez completado, se volvieron a someter a condiciones de absorción, repitiendo el proceso hasta obtener 10 ciclos de funcionamiento.

^a **2-PA**(50%N0.5%In0%Cx100%PEG100%CaCl₂)

^b **7-PA**(50%N0.5%In0%Cx100%PEG0%CaCl₂)

^c **12-PA**(50%N1.5%In0.5%Cx0%PEG100%CaCl₂)

En la *Figura 5.9* se presentan los resultados correspondientes a los materiales 2-PA, 4-PA^a, 10-PA^b y 12-PA^c, seleccionados como representativos. Los gráficos completos de los ciclos de absorción y secado para cada material se incluyen en la sección de B. Gráficos de ciclos de uso La primera observación de los resultados obtenidos (*Figura 5.9*) es que los materiales mantienen su capacidad de absorción de humedad a lo largo de los diferentes ciclos, a diferencia de la liberación de agua, la cual disminuye de forma notoria conforme avanza el número de ciclos.

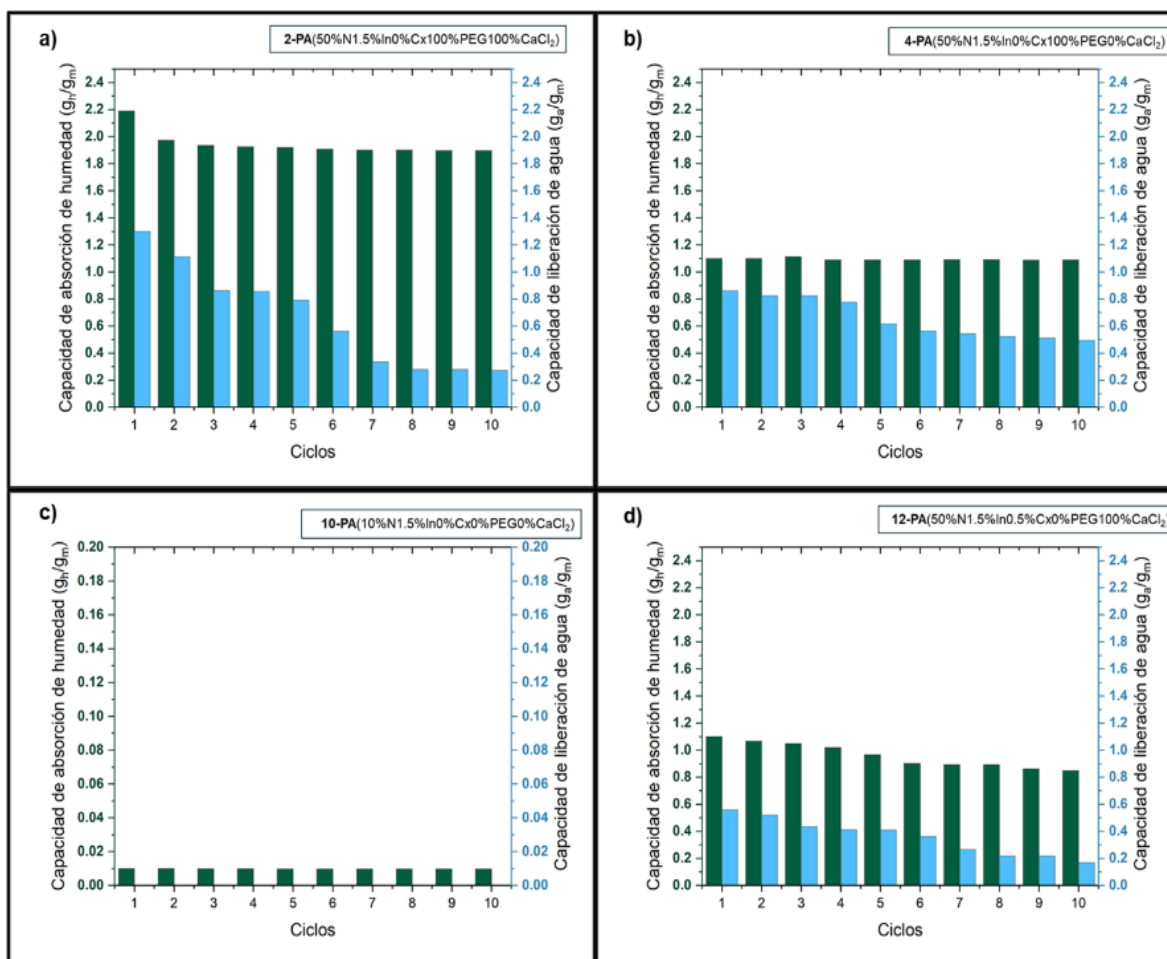


Figura 5.9 Ciclos de absorción de humedad y liberación de agua de los materiales a) 2-PA, b) 4-PA, c) 10-PA y d) 12-PA

La disminución en los ciclos de absorción puede relacionarse con la pérdida de los materiales higroscópicos de manera progresiva, los cuales pueden filtrarse o lixivarse durante el proceso de uso. Otros trabajos han presentado este problema

^a 4-PA(50%N1.5%In0%Cx100%PEG0%CaCl₂)

^b 10-PA(10%N1.5%In0%Cx0%PEG0%CaCl₂)

^c 12-PA(50%N1.5%In0.5%Cx0%PEG100%CaCl₂)

y reto para los materiales que contienen sales higroscópicas. La literatura atribuye la degradación de estabilidad cíclica a la lixiviación de sales higroscópicas del material base, lo que reduce la capacidad de obtener agua a lo largo de los ciclos [33], [34]. Donde se motiva el usar estrategias de confinamiento o soporte de las sales [33].

Trabajos como el de *Liu et al. 2024* señalan que al no encapsular correctamente las sales higroscópicas dentro del composito pueden provocar que después del primer ciclo la eficiencia del material se reduzca hasta un 30% de su valor inicial después del primer ciclo de operación [35]. Este fenómeno se analiza con mayor detalle en el apartado dedicado al contenido de agua, donde se discute a mayor profundidad lo que puede estar limitando el desempeño del material. Sin embargo, puede afirmarse que existe una disminución en la eficiencia de liberación de agua con cada ciclo de uso.

Al mismo tiempo, el hecho de que los materiales conserven una capacidad de absorción de humedad relativamente constante sugiere que una fracción del compuesto higroscópico aún permanece en el composito. Este fenómeno se observa en la *Figura 5.9* y en las gráficas *B. Gráficos de ciclos de uso*,

En el caso particular del material 10-PA^a (*Figura 5.9c*), solo poliacrilato, se observa un comportamiento particular. A pesar de no presentar liberación de agua a lo largo de los ciclos, sí mantiene de forma constante la capacidad de absorción de humedad cercana a 0.01 g_{humedad}/g_{material}. Este fenómeno se puede relacionar con la presencia de grupos carboxílicos e hidroxilos en la estructura del poliacrilato, los cuales son intrínsecamente hidrofílicos y capaces de interactuar mediante enlaces de hidrógeno con las moléculas de agua presentes en el ambiente. Sin embargo, al no existir materiales higroscópicos adicionales que faciliten la retención de la humedad, la matriz se limita únicamente a absorber pequeñas cantidades de humedad sin que estas se acumulen en forma de agua libre.

Con relación a los demás materiales de la *Figura 5.9*, se tiene que el material 2-PA (*Figura 5.9a*), que contiene ambos compuestos higroscópicos durante el primer ciclo, logró liberar agua, 1.30 g_{agua}/g_{material}, para el segundo ciclo liberó 1.11 g_{agua}/g_{material}. Posteriormente, en el décimo ciclo la capacidad se redujo hasta 0.27 g_{agua}/g_{material}, siendo una disminución del 79% respecto a su desempeño inicial. No obstante, en los últimos tres ciclos la liberación de agua se mantuvo similar: 0.28, 0.28 y 0.27 g_{agua}/g_{material}. Esto quiere decir que, a partir de cierto punto, la pérdida

^a 10-PA(10%N1.5%In0%Cx0%PEG0%CaCl₂)

de desempeño del material se vuelve más lenta, alcanzando un estado casi constante en su capacidad de liberación de agua.

En el caso de la capacidad de absorción de humedad del material 2-PA^a (*Figura 5.9a*) esta se conserva a lo largo de los ciclos de uso. Siendo tal, que 2-PA logró absorber 2.19 g_{agua}/g_{material} en el primer ciclo y 1.90 g_{agua}/g_{material} en el décimo ciclo, esto es una variación del 13% con respecto al primer ciclo. Lo anterior indica que la capacidad de absorción de humedad es la propiedad menos afectada a lo largo de los ciclos; sin embargo, esta disminución evita que el material alcance su punto de saturación necesario para liberar agua.

Por otro lado, los materiales 4-PA^b y 12-PA^c, que únicamente tienen uno de los dos compuestos higroscópicos, muestran comportamientos diferentes. El material 4-PA (*Figura 5.9b*), con PEG, en el décimo ciclo perdió 42% de su capacidad de liberación de agua, pasando de 0.86 g_{agua}/g_{material} en el primer ciclo a 0.50 g_{agua}/g_{material} en el último. Caso contrario, con el material 12-PA (*Figura 5.9c*), con CaCl₂, el cual para el décimo ciclo perdió el 70% de su capacidad, al pasar de 0.56 a 0.17 g_{agua}/g_{material}. Esta diferencia en el comportamiento de ambos materiales puede relacionarse a una mayor tendencia de filtración del CaCl₂ fuera de la red polimérica en comparación con el PEG, lo que explicaría la pérdida más acelerada de desempeño por parte del material 12-PA la compararse con 4-PA. Esto se respalda con la *Figura 5.30* de STD, donde existe una mayor presencia de sólidos disueltos en materiales con CaCl₂, que en materiales con PEG. Indicando que la sal es la que se pierde con mayor facilidad.

Finalmente, resulta importante comparar con el material 13-PA^d (*Figura 5.10*), el cual no tiene ningún agente entrecruzante en su estructura, y también una cantidad menor de iniciador al compararse con 12-PA^e. Las diferentes condiciones de síntesis del material también tuvieron un efecto en el desempeño de los materiales.

^a **2-PA**(50%N0.5%In0%Cx100%PEG100%CaCl₂)

^b **4-PA**(50%N1.5%In0%Cx100%PEG0%CaCl₂)

^c **12-PA**(50%N1.5%In0.5%Cx0%PEG100%CaCl₂)

^d **13-PA**(10%N0.5%In0%Cx0%PEG100%CaCl₂)

^e **12-PA**(50%N1.5%In0.5%Cx0%PEG100%CaCl₂)

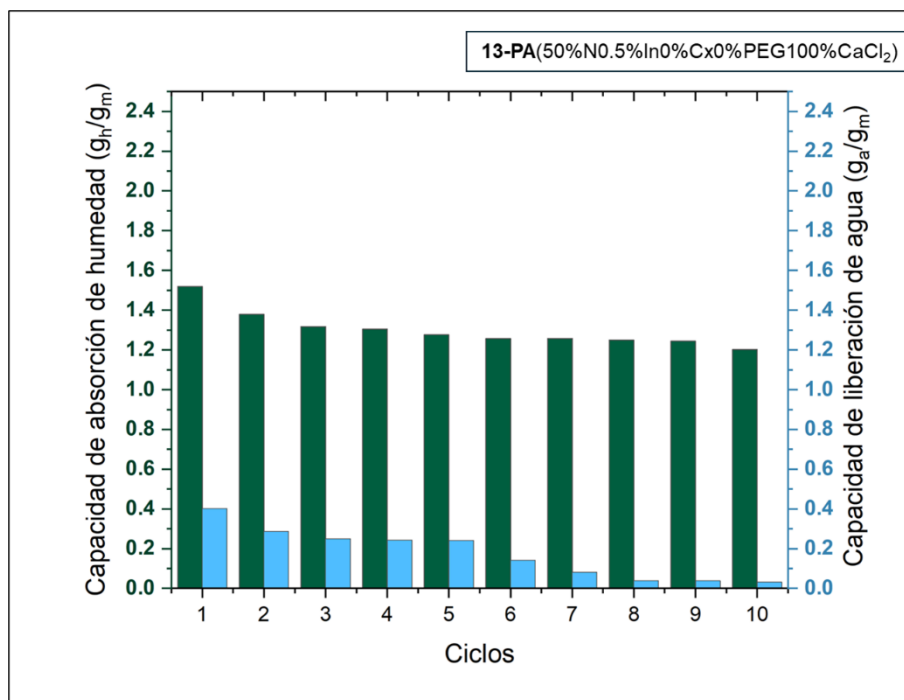


Figura 5.10 Ciclos de absorción de humedad y liberación de agua de 13-PA

En el caso del material 13-PA, la cantidad de agua liberada descendió de un valor inicial de 0.40 a 0.03 g_{agua}/g_{material} en su último ciclo, lo que corresponde a una disminución del 92% de su capacidad. Al compararse con el material 12-PA que para el décimo ciclo había perdido el 70%, este resultado refuerza la idea de que las variables de síntesis influyen de manera significativa en el desempeño de estos materiales. En particular, la falta de agente entrecruzante en 13-PA probablemente favorece la difusión del CaCl₂ hacia la superficie del material, permitiendo que sea arrastrado junto con el agua liberada, en un proceso similar a la lixiviación.

5.1.2. Condiciones Ambientales

Los experimentos realizados en condiciones ambientales son una de las evaluaciones más relevantes, ya que tuvieron como finalidad comprobar el desempeño de los materiales al aire libre, que corresponde a su propósito de aplicación final. Para ello simplemente se probaron a lo largo de varios días consecutivos en la ciudad de San Luis Potosí.

En la *Figura 5.11*, se muestran las capacidades de absorción humedad ambiental y liberación de agua libre del material 2-PA^a, éste como ejemplo representativo en condiciones ambientales. Es importante indicar, que el material funcionó a lo largo de los diferentes días de medición. Este comportamiento ya se había discutido en el anterior apartado, donde se observó cómo estos materiales podían trabajar en ciclos sucesivos de absorción y secado. En este caso, las mediciones se realizaron a lo largo de los días sin aplicar un proceso de secado intermedio, lo que simula su aplicación en condiciones reales.

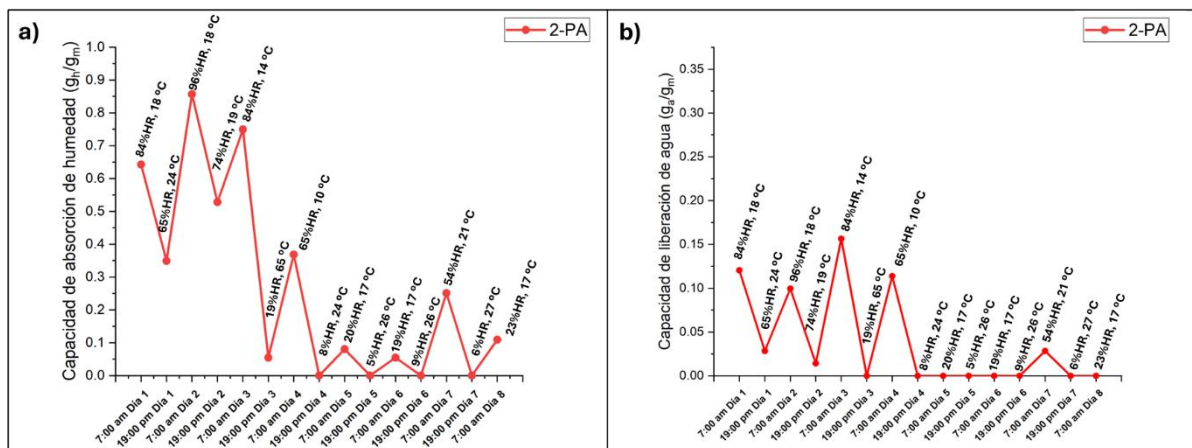


Figura 5.11 Capacidad de a) absorción de humedad y b) liberación de agua del material 2-PA en condiciones Ambientales

La diferencia entre la capacidad de absorción de humedad (*Figura 5.11a*) y liberación de agua (*Figura 5.11b*) está en el mínimo de humedad relativa que necesitan para poder funcionar. Por ejemplo, en los días 5 y 6, se observa que 2-PA logró absorber humedad, pero no liberó agua. Siendo esto, un indicativo que existe un límite mínimo de humedad relativa para que ocurra la liberación de agua.

Este fenómeno se aprecia en condiciones controladas de 2-PA (*Figura 5.3*). Donde la capacidad de absorción de humedad se logró en todo el intervalo evaluado de HR; sin embargo, la liberación de agua sólo se registró al alcanzar el 50% de humedad relativa.

Además, existe una similitud con los resultados de los demás materiales (*Figura 5.12*), excluyendo a los materiales que sólo son la matriz polimérica (8-PA^b, 10-PA^c y 14-PA^d), todos los materiales lograron absorber humedad en los diferentes días de prueba, lo que confirma que la absorción es menos restrictiva que la liberación.

^a 2-PA(50%N0.5%In0%Cx100%PEG100%CaCl₂)

^b 8-PA(50%N0.5%In0.5%Cx0%PEG0%CaCl₂)

^c 10-PA(10%N1.5%In0%Cx0%PEG0%CaCl₂)

^d 14-PA(10%N0.5%In0%Cx0%PEG0%CaCl₂)

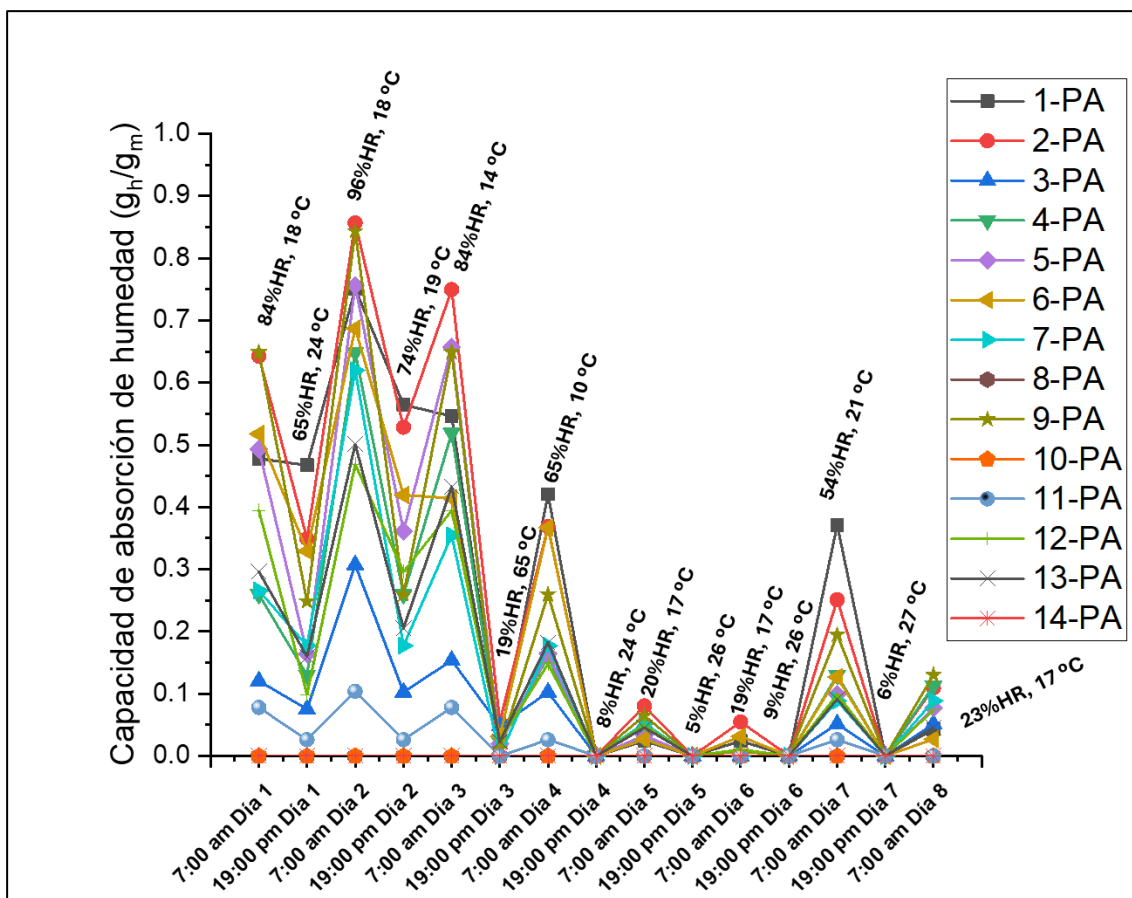


Figura 5.12 Capacidad de absorción de humedad en condiciones ambientales

Para que los materiales absorbieran humedad ambiental necesitaron alcanzar un valor mínimo de humedad relativa. De acuerdo con la *Figura 5.12*, la absorción solo se registró a partir de 19% HR; en los días en los que la humedad relativa fue menor a este valor (como ocurrió el día: 4, 5, 6 y 7 a las 19:00 h), los materiales no mostraron capacidad de absorción.

La capacidad de la liberación de agua (*Figura 5.13*), también tuvo una dependencia en a la humedad relativa. En sí, cada uno de los puntos donde se registró liberación de agua corresponde a valores superiores a 54% HR, siendo este el valor mínimo en el que los materiales lograron liberar agua. Por debajo de este valor, no se detectó liberación.

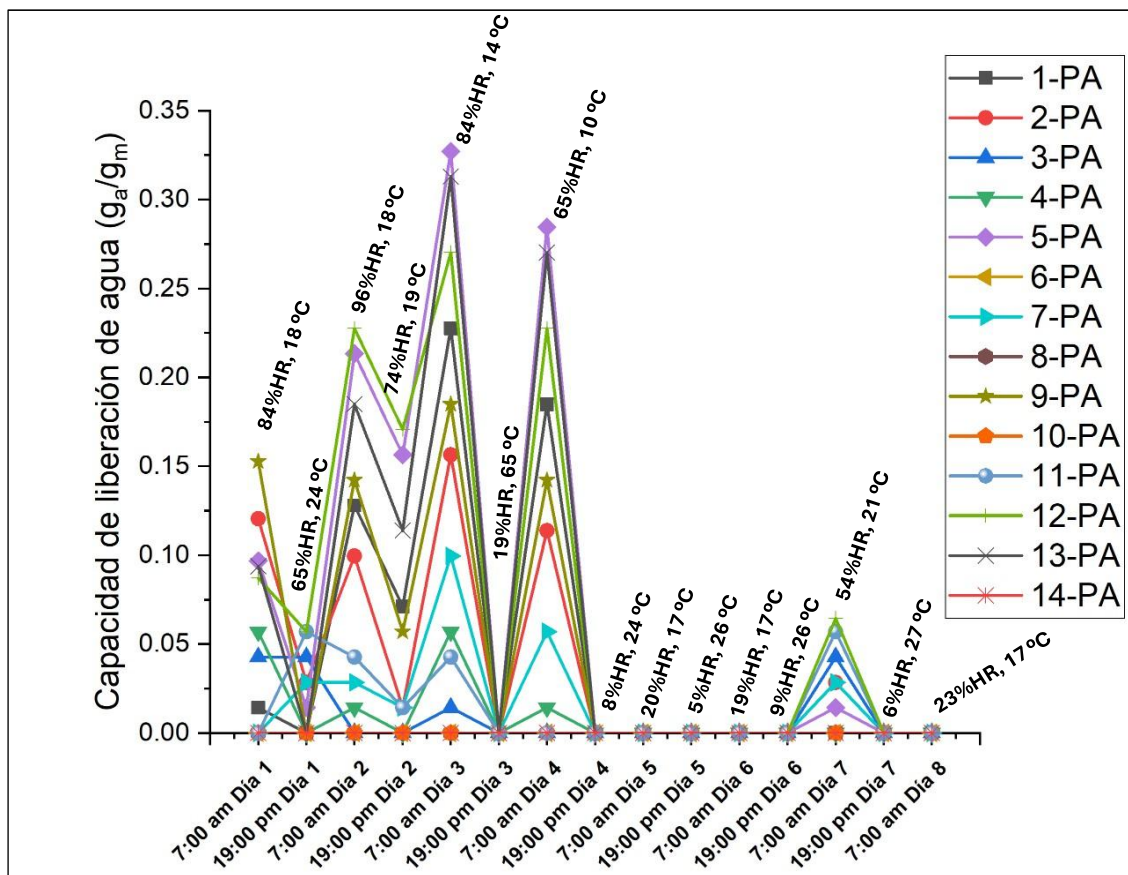


Figura 5.13 Capacidad de liberación de agua en condiciones ambientales

Estos resultados tienen concordancia con el análisis de las condiciones controladas de la *Figura 5.5* a la *Figura 5.7*, donde la HR mínima para empezar a liberar agua es al 50% HR. Por lo tanto, se puede concluir que estas son las condiciones necesarias para alcanzar la saturación del material y que este pueda formar agua libre a partir de la humedad absorbida.

De acuerdo con la *Figura 5.3*, en condiciones controladas el material tuvo un máximo de liberación de agua de $1.35 g_{agua}/g_{material}$, mientras que en condiciones ambientales (*Figura 5.13*) el valor máximo registrado fue de $0.33 g_{agua}/g_{material}$. Esta diferencia se debe, principalmente a que, en ambiente real, la humedad relativa no permanece constante. Por ejemplo, en la *Figura 5.14* se muestra la variación de la humedad relativa durante un periodo de 24 horas en San Luis Potosí, donde se registró un valor máximo del 86% de HR y un descenso por debajo del 45% en ese mismo intervalo de tiempo.

La variación de la humedad relativa desempeña un papel fundamental. Aunque las mediciones de absorción y liberación de agua se realizaron junto con el registro de la humedad relativa, el desempeño general de los materiales se vio afectado por las

fluctuaciones climáticas ocurridas durante las 12 horas entre cada medición. Además, factores ambientales como la radiación solar, el viento, la temperatura y la presencia de polvo también pudieron influir en los resultados.

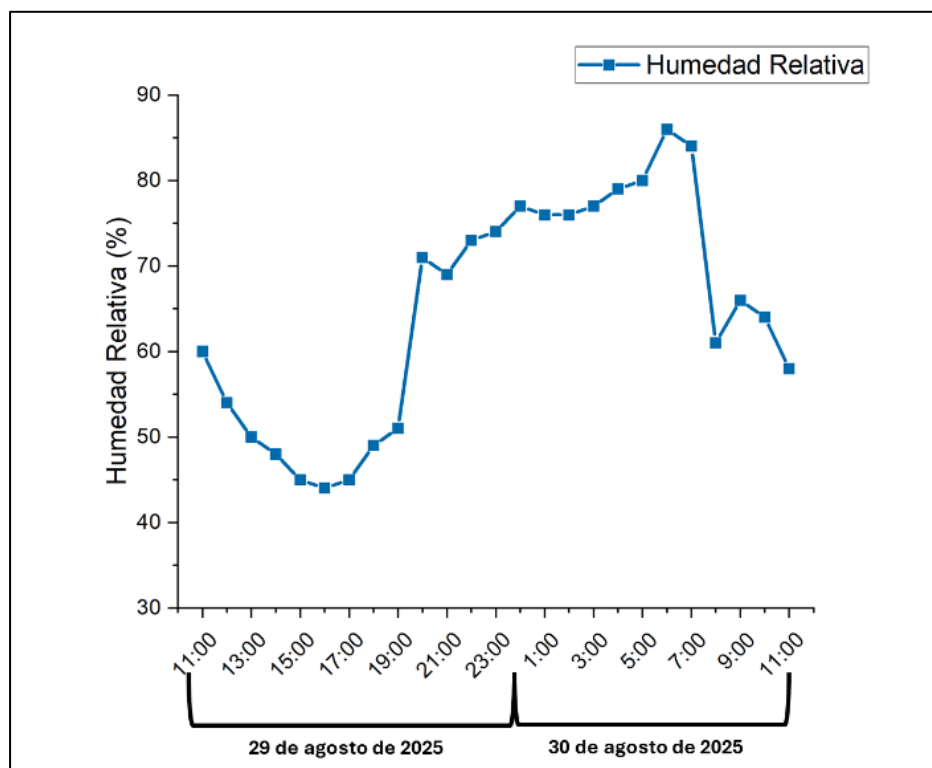


Figura 5.14 Registro de humedad relativa por hora en San Luis Potosí de las 11:00 hrs del 29 agosto a las 11:00 hrs del 30 de agosto del 2025 (Datos tomados de:[49])

Es importante resaltar que a pesar de los cambios de la humedad relativa y cualquier otra variable no registrada, los materiales demostraron ser funcionales en condiciones ambientales reales. Si bien, su desempeño fue inferior respecto al mostrado en las condiciones controladas, si funcionan como medios de absorción de humedad ambiental y su liberación como agua, al aire libre.

5.1.3.Análisis del Diseño de Experimentos

5.1.3.1.Diagrama de Pareto

A partir de los resultados obtenidos en la parte experimental, tanto en condiciones controladas como no controladas, se procede al análisis de las variables de síntesis: entrecruzamiento, grado de neutralización, cantidad de iniciador, cantidad de PEG y cantidad de CaCl_2 , con el objetivo de comprender cómo cada una de ellas influye en el desempeño de los materiales desarrollados.

Para este análisis se utilizó la herramienta de diseño de experimentos (DOE) mediante el software Minitab, utilizando como respuesta el promedio de las capacidades de absorción y liberación a lo largo del intervalo evaluado de 30% a

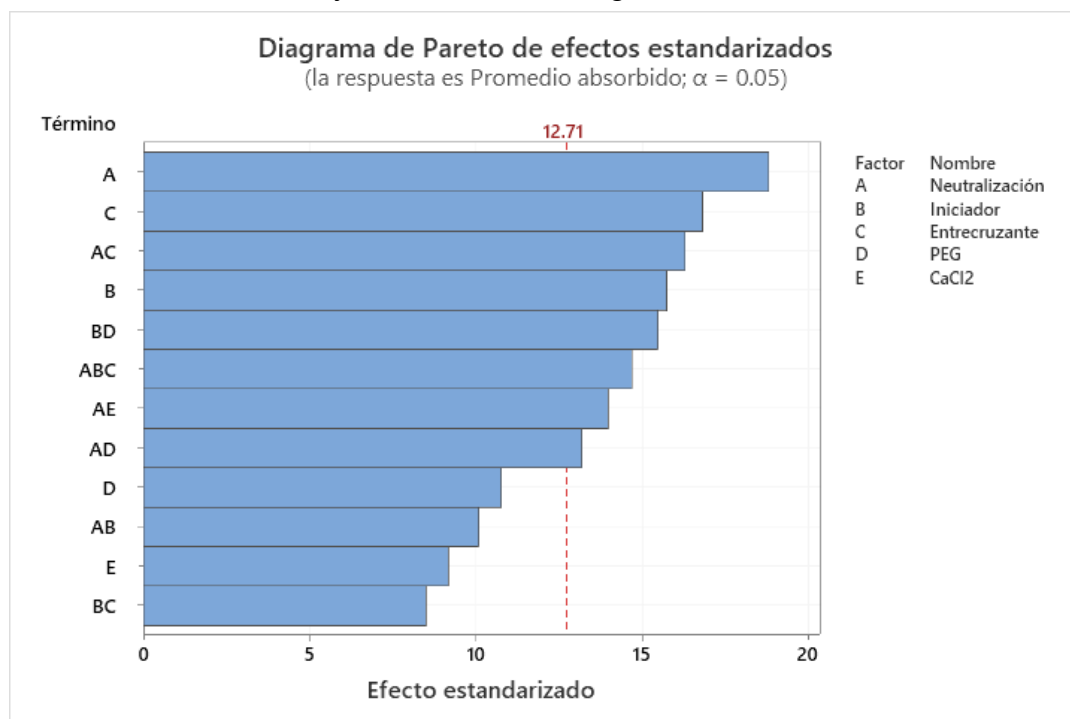


Figura 5.15 Diagrama de Paretos del promedio de la capacidad de absorción de humedad de materiales

90% HR . En la *Figura 5.15*, se presenta el diagrama de Pareto para la capacidad de absorción de humedad, y se observa que las variables de cantidad de PEG y CaCl₂ (denotadas como “D” y “E”, respectivamente) aparecen por debajo del umbral de significancia estadística (línea punteada roja).

No obstante, este resultado no implica que dichas variables no sean relevantes, como se ha demostrado en la *Figura 5.4a*, donde la matriz del poliacrilato es incapaz de liberar agua. La incorporación de PEG y CaCl₂ es esencial para dotar al material de propiedades higroscópicas. Lo que el diagrama de Pareto refleja es que las otras variables de síntesis: neutralización (A), iniciador y entrecruzante (C); ejercen un mayor impacto estadístico en el desempeño de los materiales; es decir, que las variaciones en estos parámetros influyen de manera más significativa en su comportamiento.

Lo anterior se confirma en los resultados obtenidos en las condiciones controladas donde materiales con la misma composición de base presentan comportamientos diferentes debido a variaciones en sus parámetros de síntesis.

Así mismo, la interacción entre variables también desempeña un papel importante en la capacidad de absorción. En particular, las combinaciones Iniciador-PEG (BD), Neutralización-CaCl₂ y Neutralización-PEG (AD); mostraron efectos significativos

sobre la respuesta, indicando que no solo las variables individuales, sino también sus interacciones, modifican el desempeño del sistema.

En el caso de la capacidad de liberación de agua, presentada en el diagrama de Pareto de la *Figura 5.16*, se observa una reducción en el número de variables estadísticamente significativas en comparación con la absorción de humedad. En esta etapa, las únicas variables que destacan por encima del umbral de significancia son la presencia de PEG (D) y CaCl_2 (E) como variables únicas, lo que sugiere que estos dos componentes son los principales en inducir la formación del agua libre dentro del material y lo que permite que este la libere sin necesidad de desorción inducida.

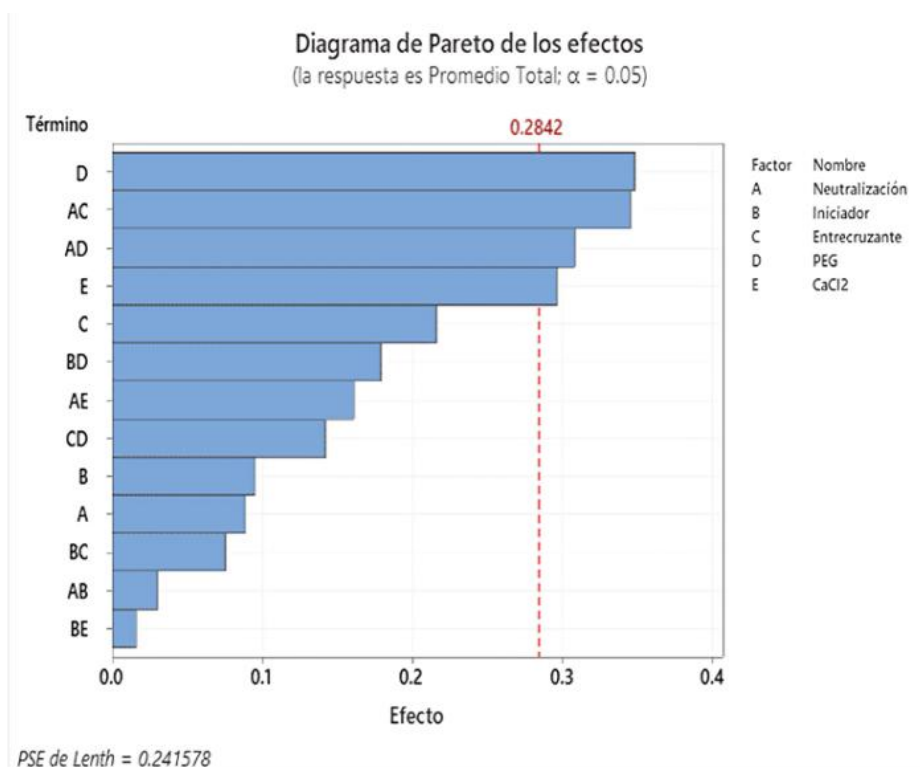


Figura 5.16 Pareto de efectos de la capacidad liberación de agua de los materiales

Además, se identifican efectos significativos en ciertas interacciones, como Neutralización–Entrecruzante (AC) y Neutralización–PEG (AD), las cuales también contribuyen de manera importante en la eficiencia del material para liberar agua en condiciones de alta humedad relativa.

5.1.3.2. Gráficas de Efectos Principales

A partir del diseño de experimentos, con el software Minitab se generaron las gráficas de efectos principales que permiten visualizar el efecto de cada una de las variables de síntesis sobre las respuestas estudiadas. Más adelante se hará más énfasis en las variables de neutralización, iniciador y entrecruzante. En las gráficas de efectos principales presentadas en la *Figura 5.17* y la *Figura 5.18*, se observa que tanto el polietilenglicol como el cloruro de calcio tienen un efecto positivo, debido a las pendientes positivas de sus rectas, sobre la absorción de humedad y la liberación de agua. Este comportamiento sugiere que ambos componentes son fundamentales en la formulación del hidrogel, ya que contribuyen directamente al desempeño higroscópico del material.

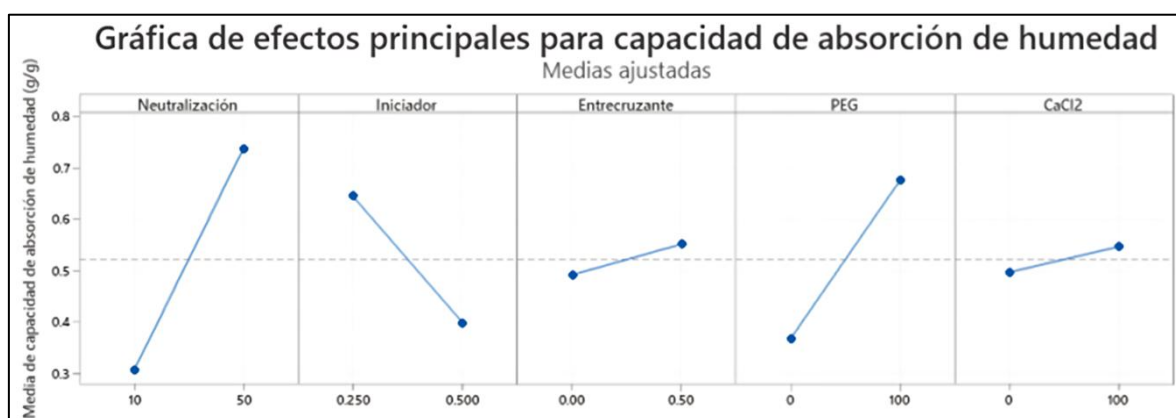


Figura 5.17 Gráficas de efectos principales para la capacidad de absorción de humedad

En la *Figura 5.17* se puede observar que las variables de síntesis: cantidad de neutralización, grado de entrecruzamiento, contenido de PEG y CaCl_2 , presentan un efecto positivo sobre la capacidad de absorción de humedad de los materiales, ya que al aumentar su valor se incrementa dicha capacidad. Siendo la cantidad de neutralizante y el contenido de PEG las variables con efectos más significativos, lo cual se observa gracias a las pendientes más pronunciadas de sus rectas. Por contrario, la cantidad de iniciador tiene un efecto negativo, reflejado con una pendiente negativa en su recta. Esto quiere decir que, a medida que se incrementa la cantidad de iniciador, la capacidad de absorción de humedad de los materiales disminuye; lo cual se debe a la variación del peso molecular resultante del polímero.

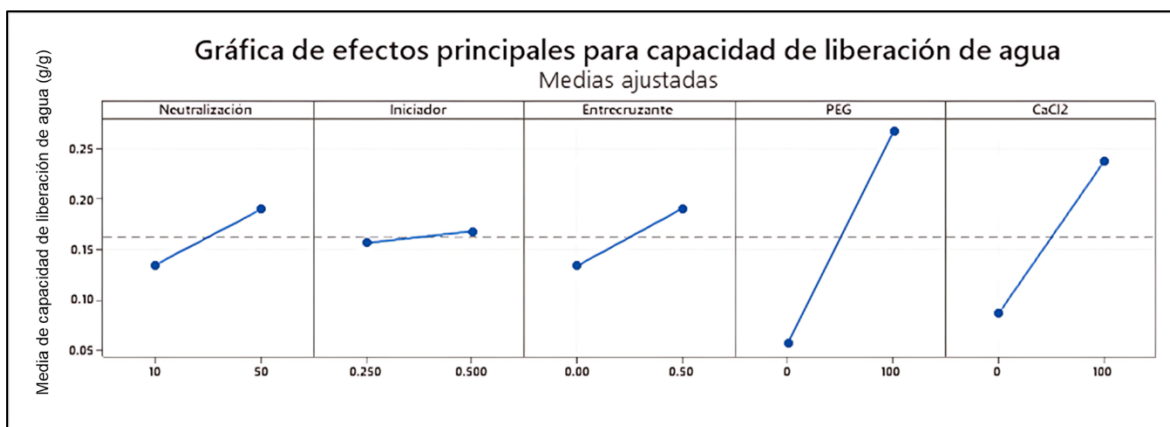


Figura 5.18 Gráfica de efectos principales para capacidad de liberación de agua

A partir del análisis de la *Figura 5.18*, se puede concluir que tanto el porcentaje de neutralización como el grado de entrecruzamiento presentan un efecto directamente proporcional sobre la capacidad de liberación de agua del material. Esta relación se refleja en las pendientes positivas observadas en sus respectivas rectas. Por otro lado, la concentración de iniciador también muestra una tendencia positiva conforme aumenta, aunque con una pendiente menos pronunciada en comparación con las otras dos variables de síntesis. Esto indica que la neutralización y el entrecruzamiento tienen un impacto mayor al modificarse, que el impacto que tienen al modificarse el valor de la cantidad de iniciador.

5.1.3.3.Efectos de las Variables de Polimerización

En este apartado se analizan los efectos de la neutralización, entrecruzante e iniciador de forma individual. Confirmando los resultados de las gráficas de efectos principales y, a su vez, dando una explicación de cómo afectan estas variables a las capacidades higroscópicas de los materiales desarrollados.

5.1.3.3.1.Neutralización

En la *Figura 5.19* están graficadas la capacidad de absorción de humedad y de liberación de agua de los materiales 9-PA^a y 12-PA^b. Estos materiales sólo cambian en su grado de neutralización, lo cual se presenta en la *Tabla 5.1*, donde 9-PA tiene un 10% de neutralización y 12-PA un 50%. Al graficar la capacidad de absorción de ambos materiales, en la *Figura 5.19a* se observa que la muestra 12-PA es capaz

^a **9-PA**(10%N1.5%In0.5%Cx0%PEG100%CaCl₂)

^b **12-PA**(50%N1.5%In0.5%Cx0%PEG100%CaCl₂)

de absorber más humedad al compararse con la muestra 9-PA^a a lo largo del intervalo de 30%-90% HR.

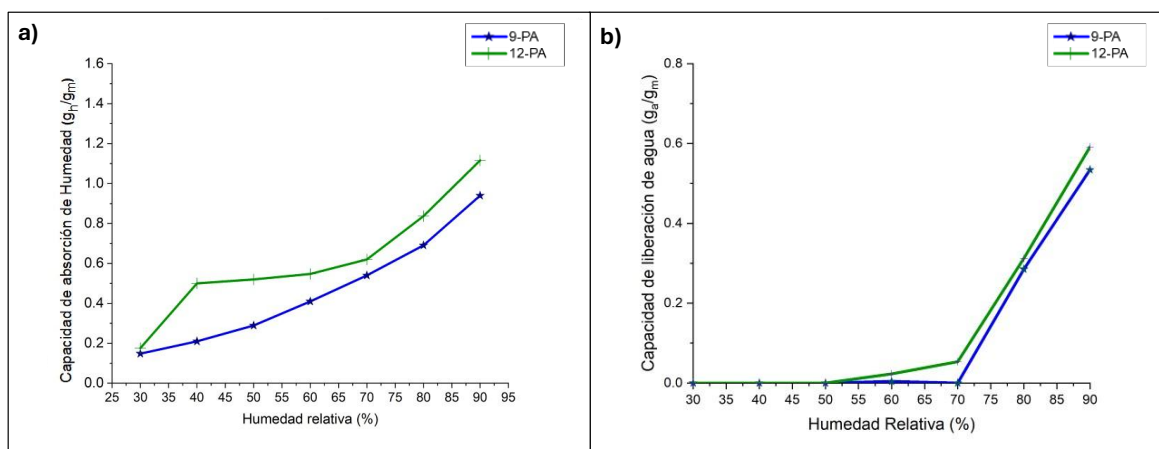


Figura 5.19 Efecto de grado de neutralización en la a) capacidad de absorción de humedad y b) capacidad de liberación de agua

A partir de los valores registrados en la *Tabla 5.1* se puede hacer un análisis detallado a 90% HR. Donde 9-PA absorbió 0.94 g_{humedad}/g_{material} mientras que el material 12-PA^b absorbió 1.12 g_{humedad}/g_{material}, es decir 0.18 g_{humedad}/g_{material} más que la muestra 9-PA. Esto quiere decir que al aumentar el grado de neutralización hay un efecto positivo en la capacidad de absorción. Además, se registra que a 90% HR, la muestra 9-PA liberó 0.53 g_{agua}/g_{material} y la muestra 12-PA liberó 0.59 g_{agua}/g_{material} siendo una diferencia de 0.06 g_{agua}/g_{material}. Sigue siendo un aumento directo al aumentar la neutralización, pero 3 veces menor al compararse con la capacidad de absorción.

Tabla 5.1 Efecto del grado de neutralización a 90% HR de la capacidad de absorción de humedad y liberación de agua

Material	Grado de Neutralización (%w/w)	Iniciador (%w/w)	Entrecruzante (%w/w)	PEG (%w/w)	CaCl ₂ (%w/w)	Capacidad de absorción de humedad a 90% HR (g _h /g _m)	Capacidad de liberación de agua a 90% HR (g _a /g _m)
9-PA	10	0,5	0,5	0	100	0,94	0,53
12-PA	50	0,5	0,5	0	100	1,12	0,59

^a 9-PA(10%N1.5%In0.5%Cx0%PEG100%CaCl₂)

^b 2-PA(50%N0.5%In0%Cx100%PEG100%CaCl₂)

Lo anterior se puede explicar de la siguiente forma: al neutralizar al poli(ácido acrílico) con los grupos carboxilatos ($-\text{COOH}$), quedan en su forma básica ($-\text{COO}^-$) en conjunto con el ion sodio (Na^+) proveniente del hidróxido de sodio que se utiliza como agente neutralizante. Esto se representa en la *Figura 5.20*.



Figura 5.20 Neutralización del poliacrilato

El grupo carboxilato, en conjunto con el ion sodio ($-\text{COONa}$), se disocia en presencia del agua absorbida. Cuando los cationes de sodio se difunden hacia el medio acuoso, los grupos carboxilato se repelen entre sí, lo que provoca el estiramiento o la apertura de la matriz polimérica. [36]. Esto provoca que el material se hinche y de esta manera le permite retener mayor cantidad de agua. Siendo ejemplificado con el material 9-PA^a y 12-PA^b de la *Figura 5.19*, al pasar de 10% de neutralización a 50%, el material tiene mayor capacidad de absorber humedad.

Relacionado esto último con su capacidad de liberar agua, ya que a mayor capacidad de absorción permite que el agua retenida tenga la posibilidad de aglomerarse y de esa manera por tensión superficial empezar a juntarse dentro del material, por lo que, a mayor cantidad de humedad absorbida, mayor probabilidad de que se libere en su forma líquida, como agua.

5.1.3.3.2. Iniciador

Para el análisis del efecto del iniciador, en el diseño de experimentos no se contaba con un material de comparación. Por lo tanto, se decidió realizar el material 2-PA^{*c}, del cual se cambió el porcentaje de cantidad de iniciador utilizado. En vez de usar 0.5% se usó 1.5% w/w de iniciador. Esto para poder hacer el análisis pertinente del efecto del iniciador. Los resultados de las capacidades de absorción de humedad y de liberación de agua de estos dos materiales se muestran en la *Figura 5.21*.

^a 9-PA(10%N1.5%In0.5%Cx0%PEG100%CaCl₂)

^b 12-PA(50%N1.5%In0.5%Cx0%PEG100%CaCl₂)

^c 2-PA*(50%N1.5%In0.5%Cx0%PEG100%CaCl₂)

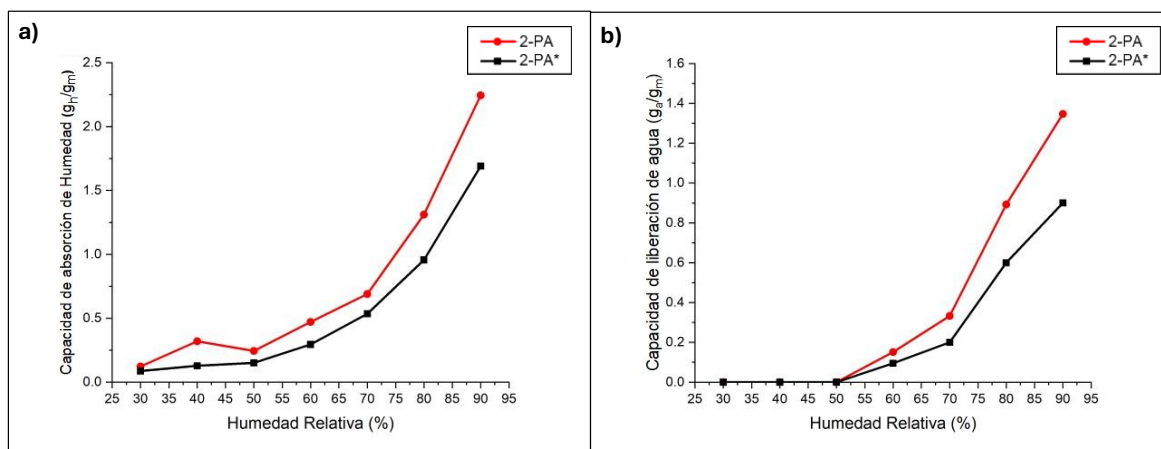


Figura 5.21 Efecto del iniciador en la a) capacidad de absorción de humedad y b) capacidad de liberación de agua

En ambas gráficas de la *Figura 5.21*, se observa que, al incrementar la cantidad de iniciador desde 0.5% hasta 1.5% w/w, la capacidad del material para absorber y liberar agua disminuye dentro del intervalo de 30% a 90% de HR. De acuerdo con la *Figura 5.17* y *Figura 5.18*, que corresponden a las gráficas de efectos principales, la capacidad de absorción de humedad es la variable más afectada por el aumento en la cantidad de iniciador. No obstante, al analizar la *Figura 5.21b*, la cantidad de agua liberada también presenta una disminución considerable.

Tabla 5.2 Efecto de la cantidad de iniciador a 90% HR de la capacidad de absorción de humedad y liberación de agua

Material	Grado de Neutralización (%w/w)	Iniciador (%w/w)	Entrecruzante (%w/w)	PEG (%w/w)	CaCl ₂ (%w/w)	Capacidad de absorción de humedad a 90% HR (g_h/g_m)	Capacidad de liberación de agua a 90% HR (g_a/g_m)
2-PA	50	0,5	0	100	100	2,24	1,35
2-PA*	50	1,5	0	100	100	1,69	0,94

Apoyándose en la *Tabla 5.2*, donde se resumen las variables de síntesis y la comparación a 90% de humedad relativa. La capacidad de absorción entre 2-PA es de 2.24 $g_{humedad}/g_{material}$ y para 2-PA*^a, con mayor iniciador, es de 1.69 $g_{humedad}/g_{material}$. Una diferencia 0.55 $g_{humedad}/g_{material}$. Haciendo la diferencia para la capacidad de liberación de agua de estos dos materiales es de 0.41 $g_{agua}/g_{material}$, siendo muy similares. Esta diferencia con la gráfica de efectos principales de la

^a **2-PA***(50%N1.5%In0.5%Cx0%PEG100%CaCl₂)

Figura 5.17 se puede atribuir a que, al momento de absorber menos humedad, también provoca que pueda liberar menos cantidad de agua.

Al realizar una polimerización, al aumentar la cantidad de iniciador se generan más radicales libres y, por lo tanto, incrementa el número de cadenas poliméricas, pero de menor longitud. Usar una concentración excesiva de iniciador contribuye a redes más densas que evitan que el polímero se hinche y a su vez a cadenas más pequeñas del polímero, lo cual permite que el material se solubilice con mayor facilidad [37]. Esto puede dar pie a explicar cómo el material polimérico se podría perder con cada ciclo de uso y a su vez que el agua liberada contenga un porcentaje de sólidos provenientes del material.

5.1.3.3.3. Entrecruzante

En la *Figura 5.22* se muestran los materiales 1-PA^a y 5-PA^b, los cuales difieren únicamente en el porcentaje de entrecruzante utilizado durante su síntesis a partir de la definición del diseño de experimentos. Al graficar la capacidad de absorción de ambos materiales, en la *Figura 5.22a*, se observa que el material 5-PA presenta una mayor capacidad de absorción de humedad que el 1-PA a lo largo del intervalo de 30%HR a 90% HR. Al contrario, de cuando se libera agua, es decir, al aumentar la cantidad de entrecruzante la capacidad de absorción es mayor. Este fenómeno se representa en la *Figura 5.22b*, donde los valores 5-PA tienen un menor desempeño al compararse con el del material 1-PA.

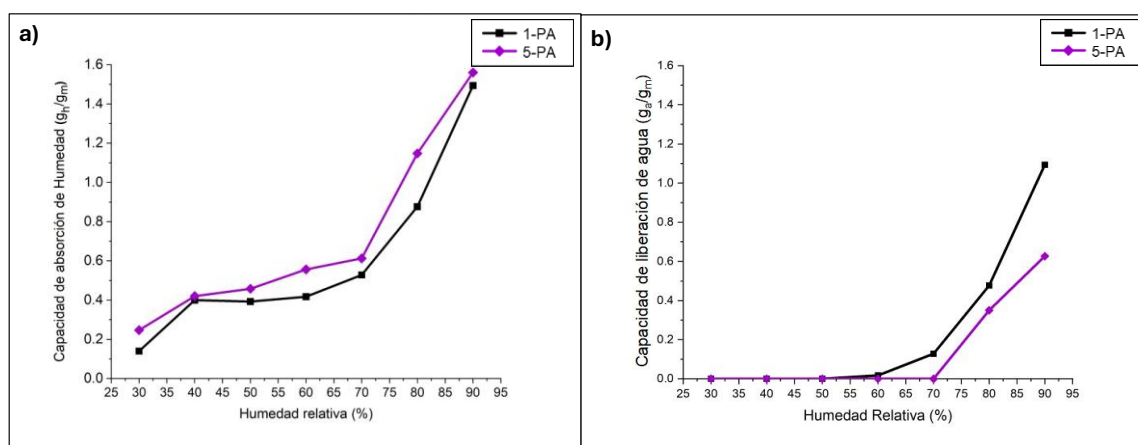


Figura 5.22 Efecto del entrecruzante en la a) capacidad de absorción de humedad y b) capacidad de liberación de agua

^a **1-PA**(10%N0.5%In0.5%Cx100%PEG100%CaCl₂)

^b **5-PA**(50%N0.5%In0%Cx100%PEG100%CaCl₂)

En la *Tabla 5.3* se resumen las variables de síntesis de ambos materiales, y permite hacer un análisis a 90% HR. Donde 1-PA^a logra absorber 1.49 g_{humedad}/g_{material}, mientras que el material 5-PA absorbe 1.56 g_{humedad}/g_{material}, siendo una diferencia 0.07 g_{humedad}/g_{material} entre ambos materiales. Estos resultados indican que un aumento en el porcentaje de entrecruzante tiene un efecto negativo sobre la capacidad de absorción.

Tabla 5.3 Efecto de la cantidad de entrecruzante a 90% HR de la capacidad de absorción de humedad y liberación de agua

Material	Grado de Neutralización (%w/w)	Iniciador (%w/w)	Entrecruzante (%w/w)	PEG (%w/w)	CaCl ₂ (%w/w)	Capacidad de absorción de humedad a 90% HR (g _h /g _m)	Capacidad de liberación de agua a 90% HR (g _a /g _m)
1-PA	10	0,25	0,5	100	100	1,49	1,09
5-PA	10	0,25	0	100	100	1,56	0,63

En el caso de la capacidad de liberación de agua, el efecto es más drástico, siendo una diferencia de 0.46 g_{agua}/g_{material} entre ambos materiales. Esta diferencia es casi 8 veces más que la presentada en la capacidad de absorción de humedad. Teniendo un mayor impacto en la capacidad de liberación de agua que en su capacidad de absorción.

El entrecruzamiento afecta el volumen libre, la capacidad de absorción y la difusión de estos materiales [38]. La relación entre la capacidad de absorción y el volumen libre es estrecha. A medida que aumenta el porcentaje de entrecruzamiento, el glicerol, compuesto responsable de este proceso, comienza a ocupar los grupos funcionales de la cadena polimérica, lo que reduce la disponibilidad para la formación de grupos carboxilato neutralizados (-COONa), como se muestra en la *Figura 5.23*.

Estos grupos carboxilato son los responsables del hinchamiento del material, debido a la repulsión entre las cadenas poliméricas una vez que el sodio se disocia en presencia de agua. Sin embargo, conforme incrementa el nivel de entrecruzamiento, los grupos carboxilo reaccionan con el glicerol, impidiendo que participen en el proceso de expansión del material.

^a 1-PA(10%N0.5%In0.5%Cx100%PEG100%CaCl₂)

A su vez, al entrecruzar se reduce la movilidad de las cadenas poliméricas, esto afecta al volumen libre en la matriz polimérica y a su vez a la capacidad que tiene el material para hincharse [38]. Esto se debe a que el material es retenido por el entrecruzante y ya no se puede hinchar con tanta facilidad.

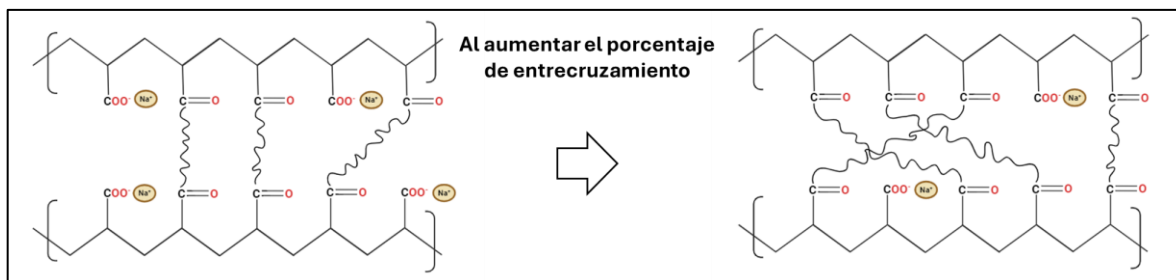


Figura 5.23 Efecto de aumentar el porcentaje de entrecruzamiento en el poli(ácido acrílico)

Estos dos fenómenos explican por qué hay una menor capacidad de absorción de humedad, sin embargo, en el caso de la absorción. De acuerdo con la literatura, la velocidad de desorción, como la velocidad de difusión en el material, disminuye a medida que aumenta la tasa de entrecruzamiento [38].

Entonces, ¿a qué se atribuye la capacidad de desorción de agua líquida en estos materiales? Este comportamiento puede explicarse principalmente por la velocidad de difusión. Al incrementarse dicha velocidad, la humedad tiende a concentrarse inicialmente en la superficie del material, avanzando gradualmente hacia su interior. Durante el tiempo en que el agua permanece retenida en la superficie, el material continúa absorbiendo humedad, lo que favorece la formación de pequeñas gotas en su exterior.

Estas gotas corresponden a agua libre, la cual puede desplazarse a lo largo del material hasta desprenderse de él. Asimismo, una posible explicación adicional es que, al disminuir la capacidad de hinchamiento del material, este alcanza su punto de saturación más rápidamente, lo que provoca que el exceso de agua absorbida se movilice sobre la superficie y finalmente sea liberada.

Hasta este punto, esto es una especulación del fenómeno que está ocurriendo a lo largo del material. Por lo tanto, esto se debe reafirmar con las técnicas de caracterización usadas en los siguientes apartados.

5.2. Caracterización de los Materiales Absorbentes

5.2.1. Espectroscopia de Infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR)

El propósito de realizar la caracterización por FTIR fue entender la estructura química de los materiales sintetizados, identificar los tipos de interacciones presentes en la red polimérica y verificar la incorporación de componentes como el polietilenglicol y cloruro de calcio (CaCl_2).

En la *Tabla 5.4* se recopilan los intervalos de absorción más relevantes y su asignación a las vibraciones de los grupos funcionales característicos, relacionados con los principales compuestos empleados en la síntesis: poliacrilato, glicerol, PEG y CaCl_2 . En el anexo C. *Espectros FTIR de los materiales* se incluyen los espectros FTIR de todos los materiales, desde 1-PA hasta 14-PA, con las bandas destacadas y su asignación correspondiente.

Tabla 5.4 Recopilación de las bandas características de los FTIR de los materiales para la recolección de agua

Intervalo de la banda (cm^{-1})	Asignación	Componente relacionado	Referencias
3500–3300	Estiramiento O–H	Glicerol, PA y PEG	[39] [40][41][42]
2950–2870	Estiramiento C–H	Glicerol y PA	[39] [40] [41]
1720–1700	Estiramiento C=O	PA	[39] [40]
1700–1600	Estiramiento asimétrico COO^-	PA	[39] [40]
1450–1400	Estiramiento simétrico COO^- o deformación CH_2	PAA, PEG	[39] [40]
~1340	Deformación C–H ó O–H doblez en el plano	Glicerol y PEG	[40] [42]
1240–1100	Estiramiento C–O–C	Glicerol, PA y PEG	[39] [40][41][42]
1050–950	Vibración C–O	Glicerol, PA y PEG	[39] [40][41][42]
850–750	Deformaciones fuera del plano de O–H o C–H	PAA, glicerol	[39] [41]
700–600	Vibración del Na–O y Ca–O	Enlaces iónicos con el carboxilato neutralizado (COO^-)	[40][42]

En la *Figura 5.24* se presenta el espectro del material 8-PA^a, constituido únicamente por poliacrilato, parcialmente neutralizado y entrecruzado. Debido a su composición simple, este material se emplea como referencia para identificar las señales fundamentales del poliacrilato y sus vibraciones básicas.

Las principales bandas observadas en esta matriz polimérica son:

- **3459 cm⁻¹**: estiramiento de los grupos hidroxilo (–OH), provenientes tanto del glicerol no entrecruzado como de grupos carboxílicos (–COOH) sin neutralizar.
- **2905 cm⁻¹**: estiramiento de los enlaces carbono-hidrógeno de los grupos metileno (–CH₂–) de la cadena polimérica.
- **1716 cm⁻¹**: estiramiento del carbonilo (C=O).
- **1652 cm⁻¹**: vibración asimétrica del carboxilato (–COO⁻), resultado de la neutralización parcial del ácido acrílico.
- **1458 cm⁻¹**: deformación de grupos metileno y carboxilato.
- **1219 cm⁻¹**: vibraciones C–O–C, grupo éter, confirman la reacción de entrecruzamiento con el glicerol.
- **647 cm⁻¹**: interacción Na–O, originada por la neutralización con NaOH y formación de especies COO⁻Na⁺, responsables de la disociación iónica y del hinchamiento del hidrogel.

En el caso del cloruro de calcio, las únicas bandas que se pueden relacionar directamente con esta sal son las presentes en el intervalo de 700-600 cm⁻¹, las cuales corresponden a la interacción del ion calcio (Ca⁺²) con los átomos de oxígeno presentes en los grupos carboxilato (COO⁻). Es necesario señalar que este intervalo también se puede relacionar con interacciones similares con el ion sodio (Na⁺), debido a su presencia en el medio de reacción ya que se utilizó hidróxido de sodio (NaOH) para la neutralización del ácido acrílico.

^a **8-PA**(50%N0.5%In0.5%Cx100%PEG100%CaCl₂)

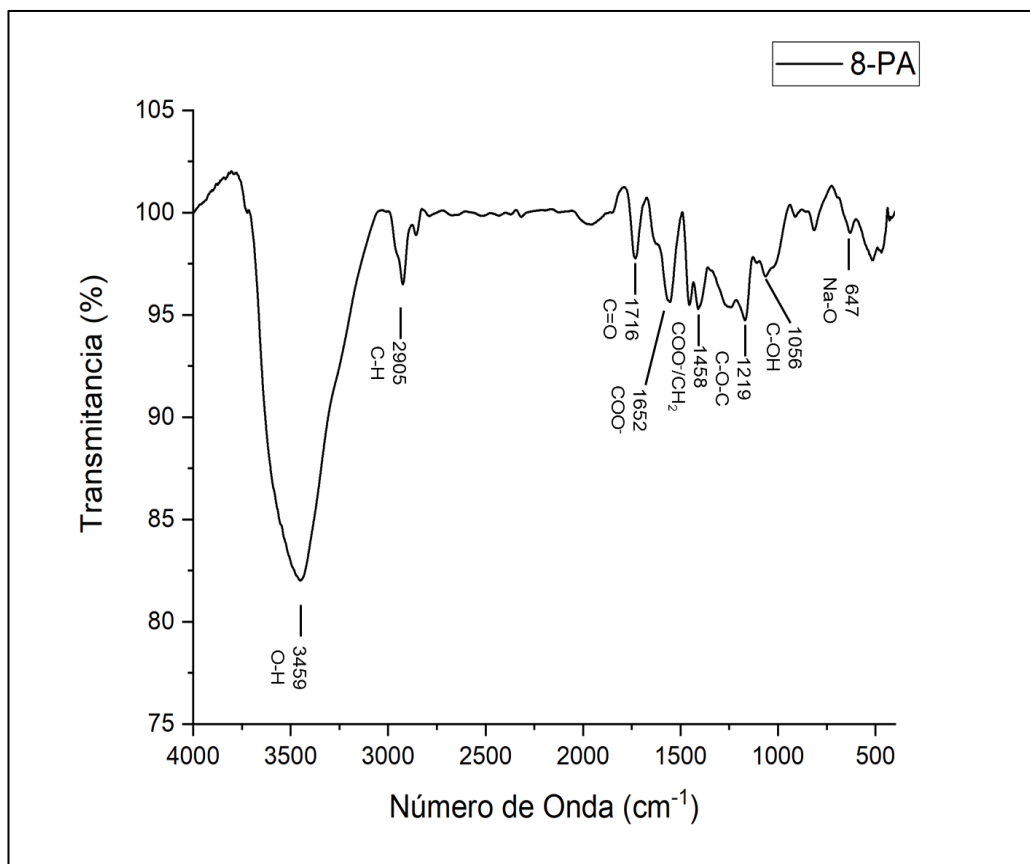


Figura 5.24 FTIR del material 8-PA

En la *Figura 5.25* se comparan los espectros de los materiales 8-PA^a y 1-PA^b. En 1-PA se observa un incremento en la región 1100-1300 cm⁻¹, que corresponde a los enlaces éter (C-O-C); esto se debe a la presencia del PEG, ya que la cantidad de entrecruzante es la misma para los dos materiales. La banda del carbonilo se desplaza de 1716 cm⁻¹ (8-PA) a 1723 cm⁻¹ (1-PA), con disminución de intensidad. Este fenómeno se puede atribuir a que el material 1-PA fue neutralizado al 10% w/w, mientras que la muestra 8-PA al 50% w/w, lo que implica una menor cantidad de grupos carboxilato formados. Esta diferencia también se refleja en la banda cercana a 1450 cm⁻¹, con menor intensidad en 1-PA, la cual también se asocia con el carboxilato. La señal en 647 cm⁻¹ se mantiene, lo que indica que la interacción Na-O persiste y que el Ca²⁺ no ha sustituido significativamente al Na⁺ en este material.

^a **8-PA**(50%N0.5%In0.5%Cx100%PEG100%CaCl₂)

^b **1-PA**(10%N0.5%In0.5%Cx100%PEG100%CaCl₂)

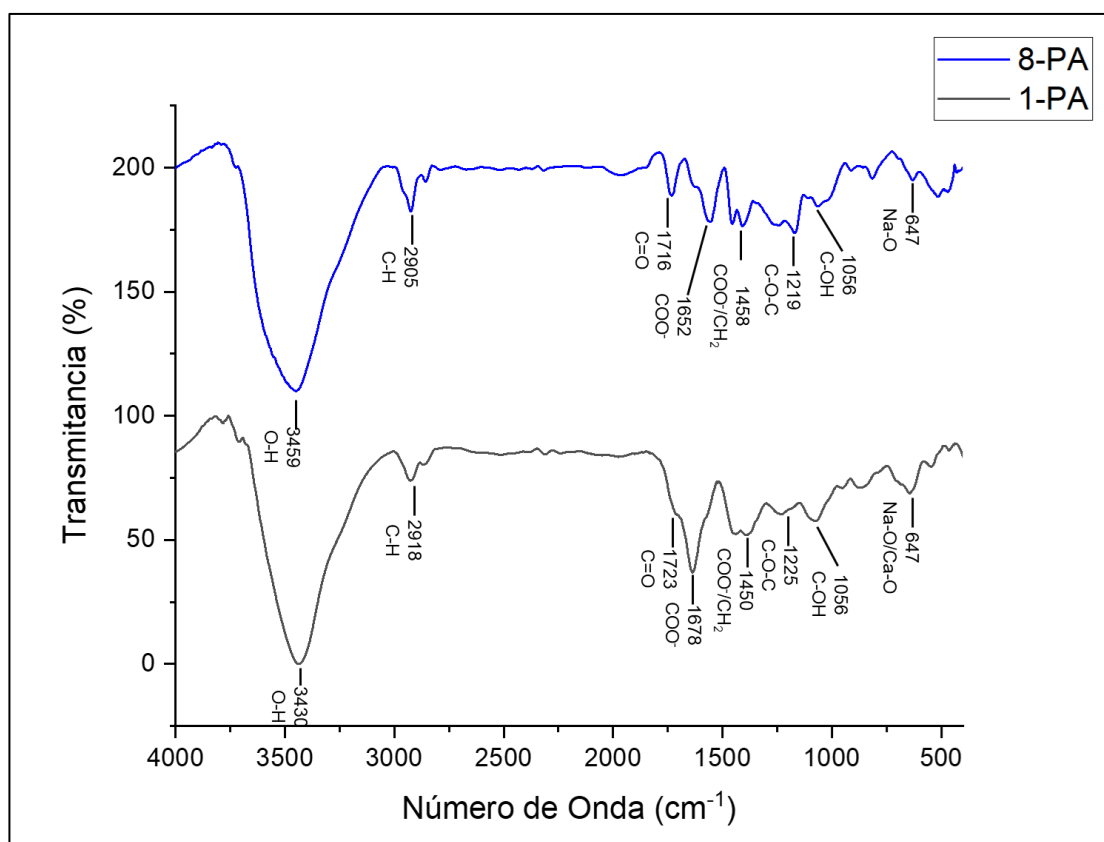


Figura 5.25 Espectros del FTIR de material 1-PA y 8-PA

En la Figura 5.26 se muestran los espectros de los materiales 4-PA (con PEG, sin CaCl_2) y 12-PA (sin PEG, con CaCl_2), además de 1-PA y 8-PA. En todos los materiales aparece la banda de $-\text{OH}$ ($\sim 3400 \text{ cm}^{-1}$) y los estiramientos $-\text{CH}_2-$ ($2950\text{--}2850 \text{ cm}^{-1}$). El 4-PA presenta mayor intensidad en esta última región, atribuida a la ausencia de CaCl_2 que permite mayor libertad vibracional del PEG.

La región $1250\text{--}1000 \text{ cm}^{-1}$ (C-O-C , C-O) muestra señales más intensas en los materiales con PEG (1-PA, 4-PA); en cambio, en los sistemas sin PEG, 8-PA y 12-PA, las bandas son más débiles, lo cual refuerza la presencia de este compuesto higroscópico.

La influencia del CaCl_2 se observa en la región $700\text{--}600\text{ cm}^{-1}$. En 1-PA la señal aparece en 647 cm^{-1} , mientras que en 12-PA se desplaza a 615 cm^{-1} , lo cual indica sustitución parcial del ion de sodio (Na^+) por el ion de calcio (Ca^{2+}). Este desplazamiento y el cambio de forma de la banda constituyen evidencia indirecta de entrecruzamiento iónico, ya que el ion de calcio, al tener valencia +2, puede enlazarse simultáneamente con dos grupos carboxilato, lo cual refuerza a la red polimérica [39].

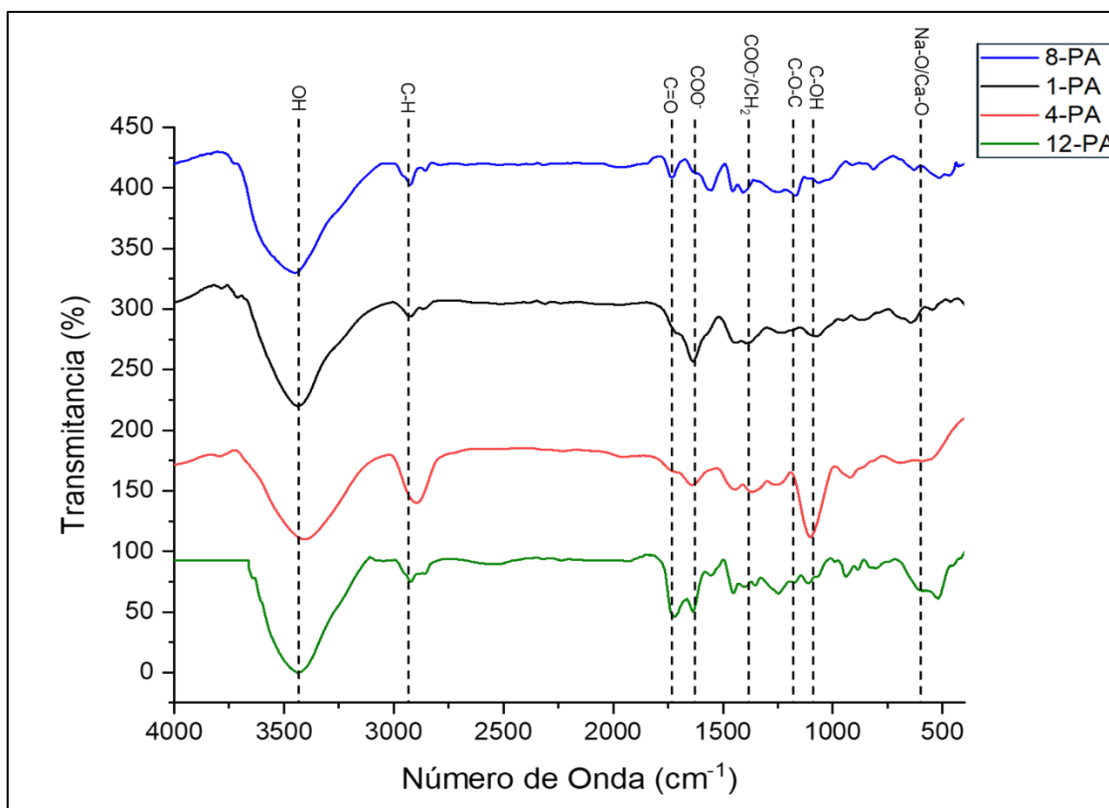


Figura 5.26 Espectros de FTIR de los materiales 1-PA, 4-PA, 8-PA y 12-PA

El análisis por FTIR confirma la presencia de los grupos funcionales esperados en los materiales sintetizados, así como la incorporación de PEG y la interacción del CaCl_2 con el poliacrilato.

Los enlaces que forman parte de darle estructura al polímero son los enlaces covalentes C-C y C-H de la cadena polimérica, junto con las interacciones iónicas ($-\text{COO}^-\text{Na}^+$ y $-\text{COO}^-\text{Ca}^{2+}$), siendo la base de la red tridimensional que otorga estabilidad mecánica a los hidrogeles. Por otro lado, los grupos hidroxilo ($-\text{OH}$) y carbonilo ($\text{C}=\text{O}$), así como los enlaces éter ($\text{C}-\text{O}-\text{C}$) del PEG, asimismo la presencia del CaCl_2 , son responsables de la parte hidrofílica del material, lo que permite la absorción de humedad por parte del material.

5.2.2. Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)

El análisis de calorimetría diferencial de barrido (DSC) tuvo como propósito: evaluar los efectos derivados de la incorporación de compuestos higroscópicos en la matriz polimérica, y evaluar si el calentamiento durante la prueba de ciclos y en condiciones ambientales no provoca procesos de oxidación o degradación adicionales.

Para este análisis se buscó identificar la temperatura de transición vítrea (T_g) y la temperatura de fusión (T_m) de los materiales. Por ejemplo, en la Figura 5.27, se observa el termograma obtenido del material 1-PA^a con una transición vítrea, T_g , a 113.2°C y de fusión, T_m , a 254.4 °C. Para corroborar el intervalo de dichas transiciones se utilizó la segunda derivada del flujo de calor, lo que permitió confirmar con mayor precisión dichos fenómenos.

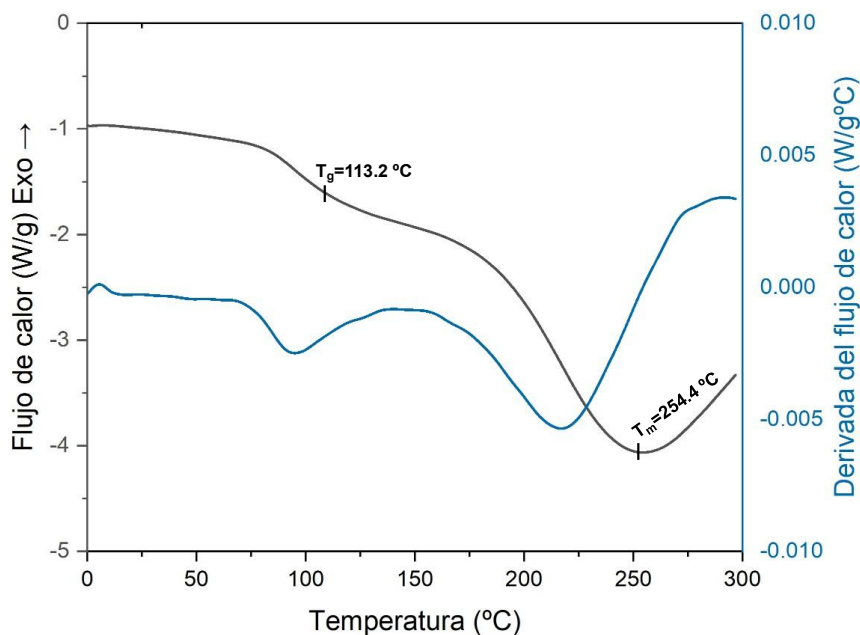


Figura 5.27 Termograma del material 1-PA

De acuerdo con lo anterior, se utilizan a continuación los materiales 2-PA^b, 4-PA^c, 10-PA^d y 12-PA^e, cuyos termogramas completos de los demás materiales se incluyen en los Anexos D. *Termogramas* En la Figura 5.28, existen varios

^a **1-PA**(10%N0.5%In0.5%Cx100%PEG100%CaCl₂)

^b **2-PA**(50%N1.5%In0%Cx100%PEG100%CaCl₂)

^c **4-PA**(50%N1.5%In0%Cx100%PEG0%CaCl₂)

^d **10-PA**(10%N1.5%In0%Cx0%PEG0%CaCl₂)

^e **12-PA**(50%N1.5%In0.5%Cx0%PEG100%CaCl₂)

fenómenos asociados a la interacción entre los compuestos higroscópicos y la base polimérica. Entre los diferentes compuestos utilizados en la síntesis de los materiales, tres componentes muestran un impacto significativo en la T_g y T_m : glicerol, polietilenglicol y cloruro de calcio.

Como referencia se consideró al material 10-PA^a (Figura 5.28), el cual corresponde únicamente a la matriz de poliacrilato sin entrecruzamiento, y exhibe valores de $T_g = 80.2^\circ\text{C}$ y $T_m = 235.1^\circ\text{C}$. Esto permitió comparar las modificaciones provocadas por el entrecruzamiento y los compuestos higroscópicos dentro de la matriz polimérica.

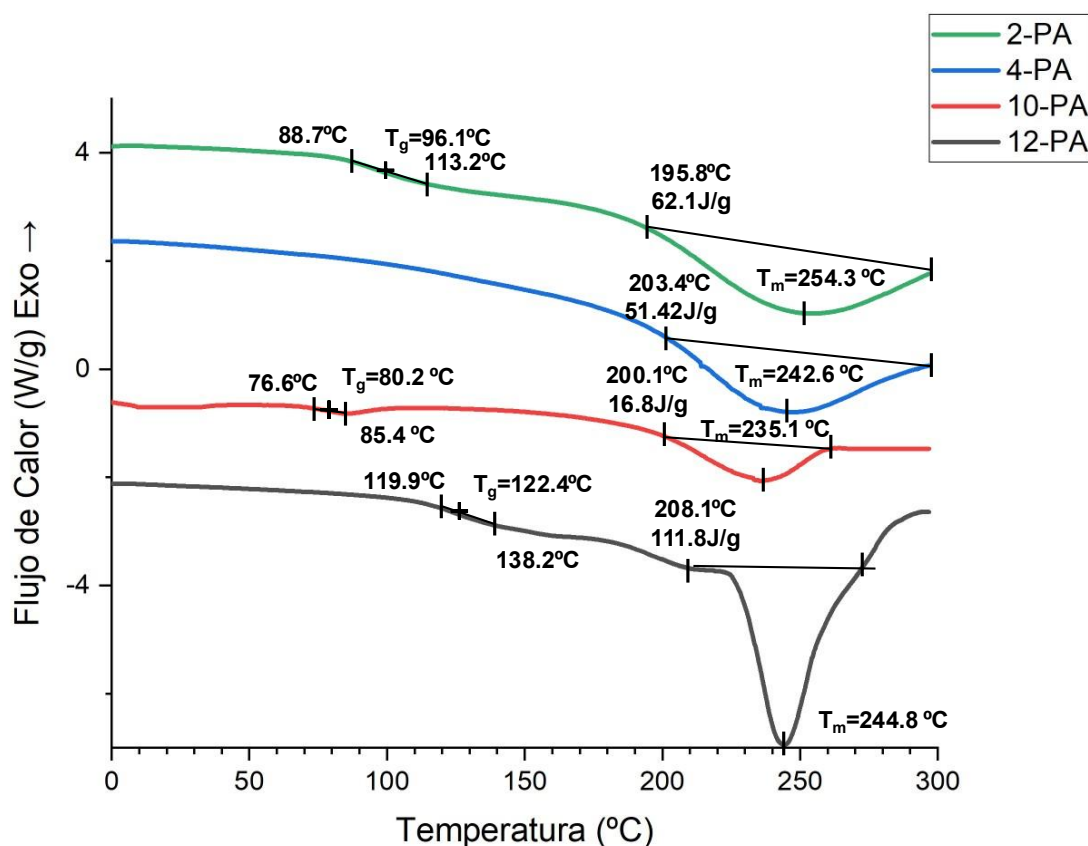


Figura 5.28 Termogramas de los materiales 2-PA, 4-PA, 10-PA y 12-PA

El glicerol actúa como agente de entrecruzamiento, lo que produce un aumento de la T_g debido a la reducción en la movilidad en las cadenas poliméricas, desplazando la T_g hacia valores más altos. [43] En cuanto a la T_m , el entrecruzamiento reduce la cristalinidad de la matriz, ya que no permite el libre acomodo y apilamiento de las cadenas poliméricas lo que disminuye la entalpia de fusión (ΔH_m) lo cual desplaza

^a **10-PA**(10%N1.5%In0%Cx0%PEG0%CaCl₂)

la temperatura de fusión, e incluso, en sistemas con alto grado de entrecruzamiento, la T_m puede atenuarse de manera significativa o desaparecer [43].

El PEG actúa como un agente plastificante, lo que incrementa la flexibilidad y facilidad de procesamiento de los polímeros [44]. Siendo tal, que a nivel molecular del material permite un mayor movimiento entre las cadenas poliméricas; el movimiento de las cadenas puede dar una disminución de la T_g y la T_m del sistema, lo cual es evidente en la muestra 4-PA^a [44],[45]. En el caso de la sal de CaCl_2 , funciona como un agente nucleante; promoviendo la formación de un mayor número de núcleos cristalinos y, por lo tanto, un incremento en la fracción cristalina. En los termogramas de DSC, eso se manifiesta como un aumento en la entalpía de fusión. [45] y es evidente para las muestras 2-PA^b, 4-PA y 12-PA^c, en las que tanto el calor como la temperatura de fusión fueron mayores respecto a la muestra 10-PA^d.

Para analizar de manera comparativa se tienen los materiales con un único compuesto higroscópico: 4-PA (PEG) y 12-PA (CaCl_2) de la *Figura 5.28*. En el caso de 4-PA se observa la desaparición de la T_g , así como un desplazamiento y un mayor requerimiento energético para llevar a cabo la fusión, pasando de una ΔH_m de 16.8 J/g (10-PA) a 51.42 J/g (4-PA). Asimismo, la T_m se desplaza de 235.1 a 242.6 °C, lo que indica que, el PEG está funcionando como plastificante aumentando la energía requerida para la fusión.

Por su parte, en 12-PA se observa un claro desplazamiento de la T_g , lo cual puede atribuirse tanto al grado de entrecruzamiento como al efecto nucleante del CaCl_2 . Sin embargo, el efecto nucleante es mayor que el del PEG, dando como resultado que la entalpía de fusión sea mayor, al igual que el valor de la T_g que se desplazó a mayores valores respecto a la muestra considerada como referencia, 10-PA.

En los materiales con ambos componentes higroscópicos y entrecruzamiento, como 2-PA, se observa un desplazamiento de la T_g como de la T_m . En este caso, el efecto plastificante del PEG predomina sobre el efecto nucleante del CaCl_2 , ya que el pico de fusión no se presenta tan definido como en 12-PA. Sin embargo, el sistema demanda un mayor aporte energético para fundirse $\Delta H_m=254.3$ J/g, pudiendo existir una interacción conjunta de la plastificación, entrecruzamiento y nucleación.

Como se mencionó al principio, uno de los propósitos de este análisis fue evaluar la estabilidad térmica. En los termogramas de la *Figura 5.29*, se presenta el

^a **4-PA**(50%N1.5%In0%Cx100%PEG0%CaCl₂)

^b **2-PA**(50%N0.5%In0%Cx100%PEG100%CaCl₂)

^c **12-PA**(50%N1.5%In0.5%Cx0%PEG100%CaCl₂)

^d **10-PA**(10%N1.5%In0%Cx0%PEG0%CaCl₂)

intervalo de 0-100°C de la *Figura 5.28*. No se detectaron signos de degradación, oxidación o reacciones secundarias. Esto se fundamenta en la ausencia de picos exotérmicos o endotérmicos asociados a dichos procesos.

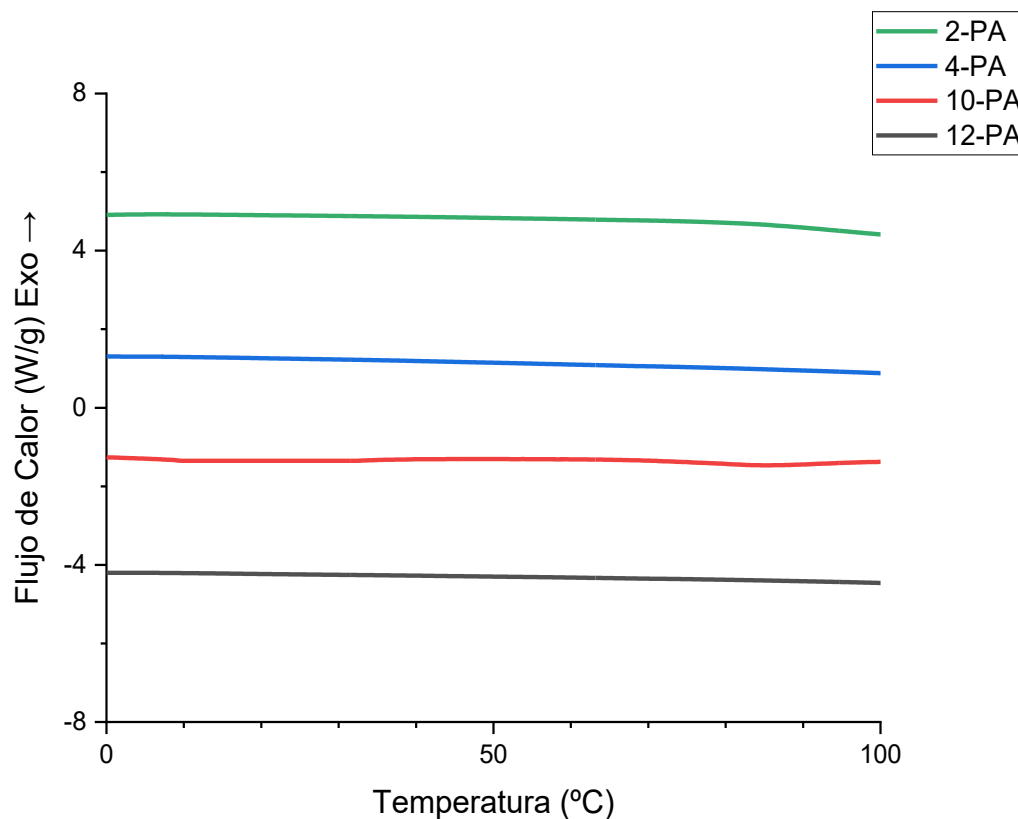


Figura 5.29 Termograma de 0-100°C de los materiales 2-PA, 4-PA, 10-PA y 12-PA

Los resultados de la *Figura 5.29* ayudan a comprender los ciclos de usos de ellos materiales, ya que es claro que el secado a 100°C, entre cada prueba, no es la causa de la disminución del desempeño de los materiales. Además, también se puede decir que, al exponer la sección de condiciones ambientales, tampoco ocurren procesos de degradación térmica.

5.3. Caracterización del agua

5.3.1. Sólidos Disueltos Totales (SDT)

La balanza termogravimétrica se utilizó para determinar la cantidad de sólidos disueltos totales presentes en el agua recuperada por los materiales. De acuerdo con la *Figura 5.30*, las muestras del agua estuvieron por encima del límite máximo de sólidos disueltos para consumo humano (1000 mg/L, Tabla 3.2); ninguno de los materiales logró cumplir con este parámetro. También sobrepasaron el límite establecido para uso industrial (1500 mg/L). Sin embargo, para el caso de uso agrícola en riego (2000 mg/L), algunos materiales sí estuvieron por debajo de este

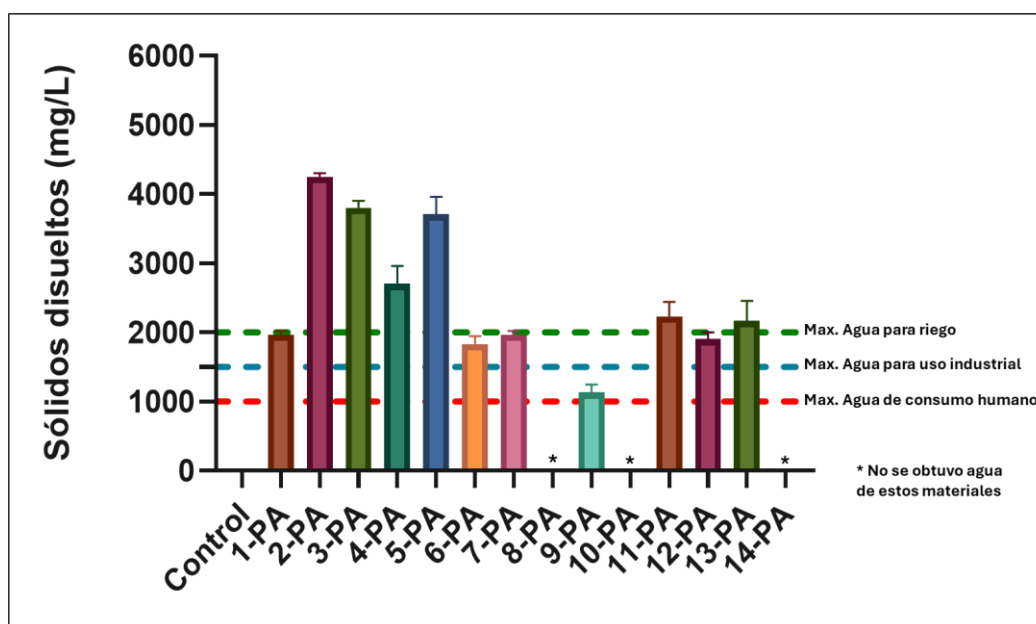


Figura 5.30 Sólidos disueltos totales en el agua recuperada por los materiales

umbral, específicamente: 1-PA^a, 6-PA^b, 7-PA^c, 9-PA^d y 12-PA^e. Estos resultados indican que, si bien el agua obtenida no es apta para utilizarse directamente para consumo humano ni uso industrial, sí existe la posibilidad de emplearla en la agricultura como agua de riego. No obstante, el agua recuperada se puede tratar mediante metodologías convencionales como la filtración.

La presencia de sólidos disueltos en el agua recuperada sugiere que existe una pérdida de componentes de los propios materiales, los cuales son arrastrados junto con el agua liberada. Esto podría explicar la disminución en la capacidad de

^a 1-PA(10%N0.5%In0.5%Cx100%PEG100%CaCl₂)

^b 6-PA(10%N1.5%In0.5%Cx100%PEG0%CaCl₂)

^c 7-PA(50%N0.5%In0.5%Cx100%PEG0%CaCl₂)

^d 9-PA(10%N1.5%In0.5%Cx0%PEG100%CaCl₂)

^e 12-PA(50%N1.5%In0.5%Cx0%PEG100%CaCl₂)

absorción observada en los ciclos de reutilización, ya que parte de los compuestos higroscópicos se desprenden en cada proceso. Esta afirmación se confirma con los resultados posteriores de FTIR y de conductividad, que evidencian la presencia de residuos provenientes de los materiales en el agua.

La diferencia en la cantidad de sólidos liberados depende directamente de la formulación de síntesis y de los componentes higroscópicos presentes. Por ejemplo, los materiales con mayor concentración de sólidos disueltos corresponden, en su mayoría, a aquellos que contienen cloruro de calcio (2-PA^a, 3-PA^b, 5-PA^c, 11-PA^d y 12-PA), compuesto que muestra una facilidad de ser arrastrado por el agua.

En el caso de las muestras que se conforman de PEG, se observa que aún con altos porcentajes sólidos disueltos, como 4-PA^e, existen diferencias significativas con otros materiales que se encuentran por debajo del umbral, como 6-PA^f. Esta variación se debe al grado de entrecruzamiento mientras 4-PA no presenta entrecruzamiento (0 %), 6-PA tiene un 1.5 %. Este entrecruzamiento adicional contribuye a retener con mayor eficacia las cadenas de PEG dentro de la red polimérica, reduciendo así la liberación de sólidos, como se aprecia en la *Figura 5.30*. De igual manera, la diferencia entre 6-PA y 7-PA^g está en el grado de neutralización de 10% y 50% respectivamente, pero un menor grado de entrecruzamiento permite que existan más grupos carboxilo con los que pueda interactuar la molécula de PEG y así ser retenida por más tiempo con el material.

Un comportamiento similar se presenta en los materiales con CaCl₂, como el material 9-PA y 12-PA, que se diferencian en el grado de neutralización (10 % y 50 %, respectivamente). En este caso, el mayor grado de neutralización en 12-PA implica una mayor proporción de grupos carboxilato ionizados (-COO⁻). Esto provoca la exclusión electrostática de los aniones cloruro (Cl⁻), mientras que los cationes calcio (Ca⁺²) permanecen fuertemente retenidos. Como consecuencia, la red polimérica no retiene al CaCl₂ en su forma completa, sino únicamente a los cationes, lo que disminuye la capacidad de fijación de la sal en comparación con el material sin neutralizar.

^a **2-PA**(50%N0.5%In0%Cx100%PEG100%CaCl₂)

^b **3-PA**(30%N1%In0.25%Cx50%PEG50%CaCl₂)

^c **5-PA**(10%N0.5%In0%Cx100%PEG100%CaCl₂)

^d **11-PA**(30%N0.5%In0.5%Cx50%PEG50%CaCl₂)

^e **4-PA**(50%N1.5%In0%Cx100%PEG0%CaCl₂)

^f **7-PA**(50%N0.5%In0.5%Cx100%PEG0%CaCl₂)

^g **6-PA**(10%N1.5%In0.5%Cx100%PEG0%CaCl₂)

5.3.2. Potenciometría

En el análisis realizado mediante potenciometría se determinaron los valores de pH de cada muestra de agua obtenida a partir de los materiales, comparándolos con los límites permisibles establecidos para agua de consumo humano, uso industrial y riego (*Tabla 3.2*). La norma para consumo humano establece los criterios más estrictos (con un pH adecuado de 6.5 a 8.5) y, en este caso, ninguna de las muestras cumple con dichos parámetros (*Figura 5.31*).

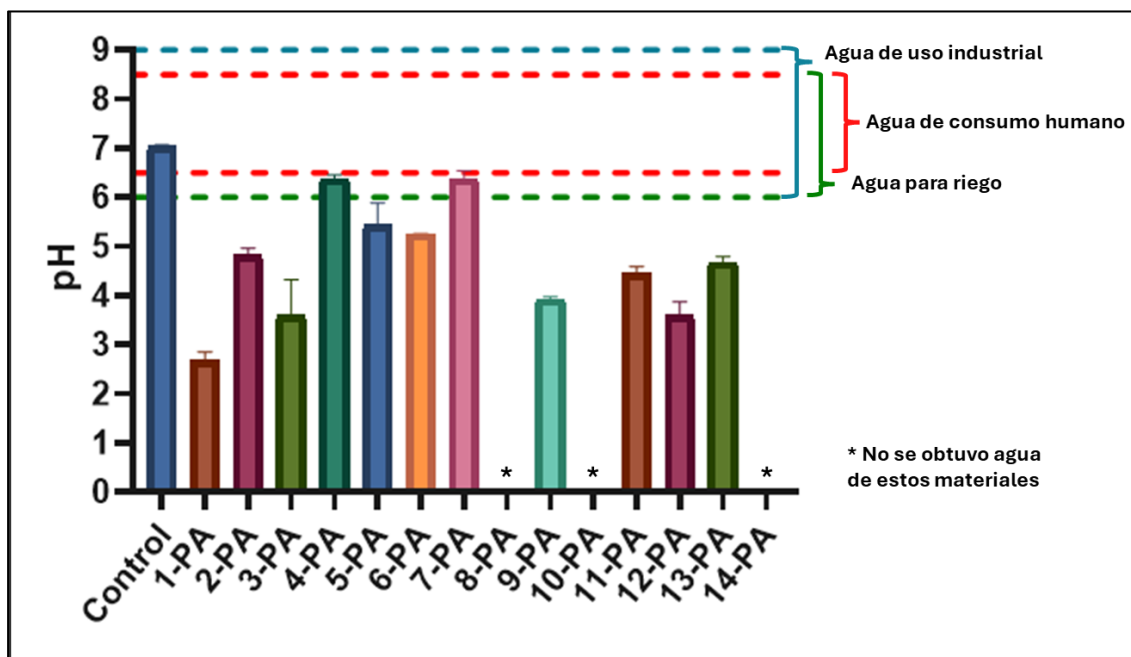


Figura 5.31 pH del agua obtenida de los materiales

Bajo normas menos restrictivas, como las correspondientes al uso agrícola (riego) y al uso industrial, que permiten un pH mínimo de 6.5, se observó que el agua recuperada a partir de los materiales 4-PA^a y 7-PA^b sí se encuentra dentro del rango aceptable, si se usara directamente. Nuevamente, existen metodologías convencionales de tratamiento de agua para ajustar el pH de esta y hacerla viable para el consumo humano.

La mayoría de las demás muestras presentaron valores de pH muy por debajo del límite permisible, es decir, resultados ácidos. Esta acidez puede atribuirse a la presencia de monómero residual de ácido acrílico que, a pesar del proceso de lavado después de la polimerización, permanece en cantidades significativas. Dicho

^a 4-PA(50%N1.5%In0%Cx100%PEG0%CaCl₂)

^b 7-PA(50%N0.5%In0.5%Cx100%PEG0%CaCl₂)

monómero es arrastrado con el agua liberada por los materiales, aumentando la acidez del agua obtenida.

La diferencia observada en el valor de pH entre los materiales se relaciona con su composición, esto debido que aquellos materiales que únicamente contienen PEG (4-PA y 7-PA) presentaron valores de pH más cercanos a los permitidos, mientras que los materiales que contienen CaCl_2 , por ejemplo, 2-PA^a y 12-PA^b exhiben valores de pH de 4.8 y 3.6 respectivamente, por debajo de los límites permisibles.

Este comportamiento en el efecto que tiene la sal de cloruro de calcio en el medio de reacción ha sido reportado por diversos estudios, en los que se menciona que el aumento de la concentración de sales puede reducir la conversión de monómero a polímero, ya que la sal actúa como agente nucleante y favorece la nucleación temprana. En consecuencia, en lugar de formarse numerosos núcleos pequeños que crecen en paralelo, se generan unas pocas partículas grandes de polímero que absorben el monómero restante de manera lenta, provocando así una conversión deficiente. [46], [47]

Por esta razón, en los materiales con CaCl_2 se presume la existencia de mayor cantidad de monómero no reaccionado, lo que se refleja con los valores de pH más ácidos del agua recuperada.

5.3.3. Conductividad

La conductividad del agua (*Figura 5.32*) mostró que los materiales que contienen CaCl_2 , ya sea de forma individual o en combinación con PEG, presentan valores muy por encima de los límites establecidos en la *Tabla 3.2* para los tres sectores evaluados: consumo humano ($1000 \mu\text{S/cm}$), riego agrícola ($3000 \mu\text{S/cm}$) e industria minera ($3000 \mu\text{S/cm}$). Esto implica que el agua recuperada de dichos materiales no cumple con los requisitos normativos y podría representar un riesgo en caso de consumo directo sin tratamiento.

Los resultados de conductividad confirman que el CaCl_2 sufre un proceso de lixiviación, siendo arrastrado junto con el agua liberada por los materiales. Las diferencias observadas en el valor de conductividad pueden atribuirse al grado de neutralización, como se discutió en el apartado de sólidos disueltos.

En materiales con un mayor grado de neutralización, la presencia de grupos carboxilato ($-\text{COO}^-$) genera repulsión electrostática, lo que facilita su expulsión fuera

^a **2-PA**(50%N0.5%In0%Cx100%PEG100% CaCl_2)

^b **12-PA**(50%N1.5%In0.5%Cx0%PEG100% CaCl_2)

de la matriz polimérica y, en consecuencia, eleva la conductividad del agua recuperada. Esto se confirma con materiales como 9-PA^a (10% de neutralización) y 12-PA^b (50%), teniendo conductividades de 2000 $\mu\text{S}/\text{cm}$ y 6350 $\mu\text{S}/\text{cm}$ respectivamente; aunque también podría estar presente el sodio, proveniente del hidróxido de sodio utilizado para llevar a cabo la neutralización del monómero. En sí, 9-PA es el único material con CaCl_2 que puede utilizarse directamente en riego o en la industria por estar por debajo de su valor máximo permisible.

En contraste, los únicos materiales que mostraron conductividad por debajo de los límites máximos permitidos fueron 4-PA^c, 6-PA^d y 7-PA^e, los cuales contienen únicamente PEG como componente higroscópico. Si bien en estos casos también se observó la presencia de sólidos disueltos (Figura 5.30), estos no contribuyen significativamente a la conductividad eléctrica del agua.

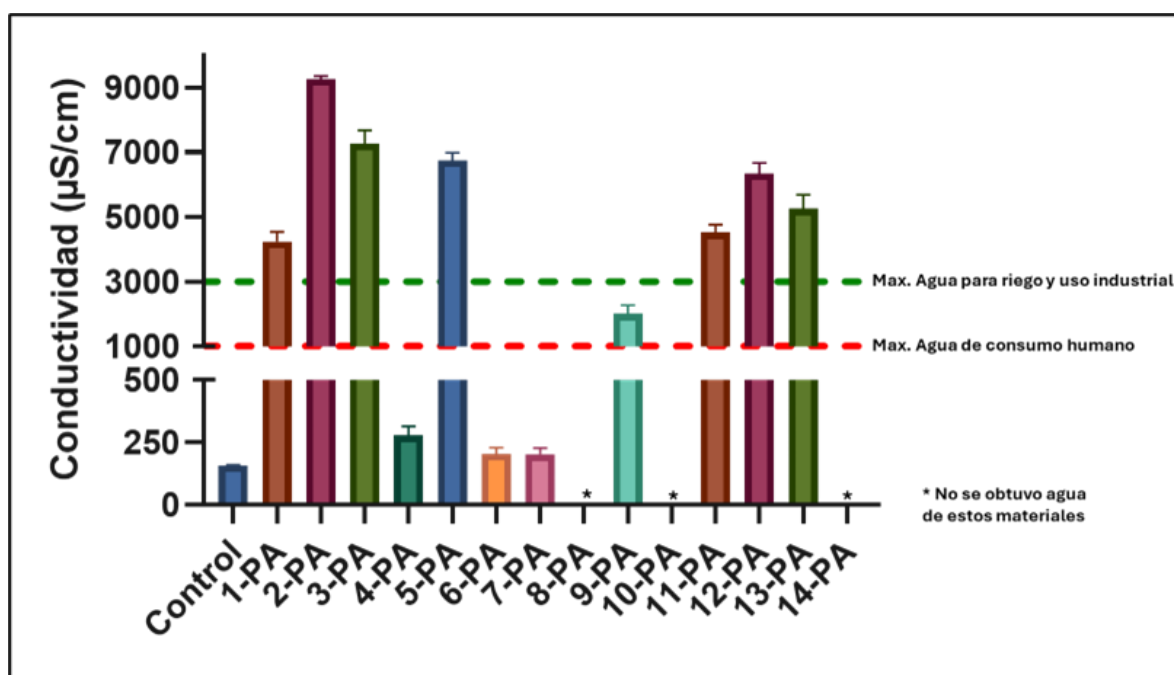


Figura 5.32 Conductividad del agua recuperada a partir de los materiales

En cuanto al control con agua desionizada, el ligero registro de conductividad detectado puede atribuirse a la sensibilidad del equipo de medición, más que a la presencia real de iones en la muestra. Esto puede implicar que la conductividad obtenida para los materiales con PEG sea menor que la registrada en la Figura 5.32.

^a 9-PA(10%N1.5%In0.5%Cx0%PEG100%CaCl₂)

^b 12-PA(50%N1.5%In0.5%Cx0%PEG100%CaCl₂)

^c 4-PA(50%N1.5%In0.5%Cx100%PEG0%CaCl₂)

^d 6-PA(10%N1.5%In0.5%Cx100%PEG0%CaCl₂)

^e 7-PA(50%N0.5%In0.5%Cx100%PEG0%CaCl₂)

5.3.4.FTIR del agua recuperada

En la sección de sólidos totales disueltos (SDT) se observó la presencia de materiales arrastrados por lixiviación desde los materiales. Los resultados de pH y conductividad permitieron inferir la naturaleza de dichos compuestos; por un lado, el pH ácido de las soluciones sugiere la presencia de ácido acrílico; por otro, los valores de conductividad confirman la existencia de sales disueltas. Para complementar estos resultados, se utilizó espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) para identificar los grupos funcionales presentes en las muestras de agua liberada por los materiales.

En la *Figura 5.33* se recopilan los espectros de los materiales: 2-PA^a, 4-PA^b y 12-PA^c, con el propósito de comparar los sólidos disueltos obtenidos en cada caso. Los espectros correspondientes al agua liberada por el resto de los materiales se incluyen en los anexos *E. Espectros FTIR del agua recuperada por los materiales*. De igual manera, se usó la *Tabla 5.4* de la sección de FTIR de los materiales, como referencia en la identificación de bandas características.

En el caso del material 4-PA, el cual contiene únicamente PEG (*Figura 5.33b*), se observaron las señales correspondientes a las vibraciones típicas de este polímero: estiramiento del enlace éter (C-O-C) a 1125 cm^{-1} [24] y las diferentes deformaciones del grupo metileno (-CH₂-), con bandas en 1449 cm^{-1} (flexión) y 1359 cm^{-1} (tijereo) [24]. A su vez, también se detectaron vibraciones asociadas al ácido acrílico, específicamente la señal del grupo carboxílico en 1634 cm^{-1} [24].

Esto confirma que el PEG es uno de los sólidos que es arrastrado por el agua liberada y que se encuentra presente en los SDT, pero también evidencia la existencia de ácido acrílico residual, no reaccionado durante la polimerización, Aunque el material 4-PA presentó un pH de 6.4, lo cual es inferior al valor neutro de la muestra control con pH de 7.0 (*Figura 5.31*) esta diferencia puede atribuirse a la presencia de pequeñas cantidades de ácido acrílico detectadas mediante FTIR.

^a **2-PA**(50%N0.5%In0%Cx100%PEG100%CaCl₂)

^b **4-PA**(50%N1.5%In0%Cx100%PEG0%CaCl₂)

^c **12-PA**(50%N1.5%In0.5%Cx0%PEG100%CaCl₂)

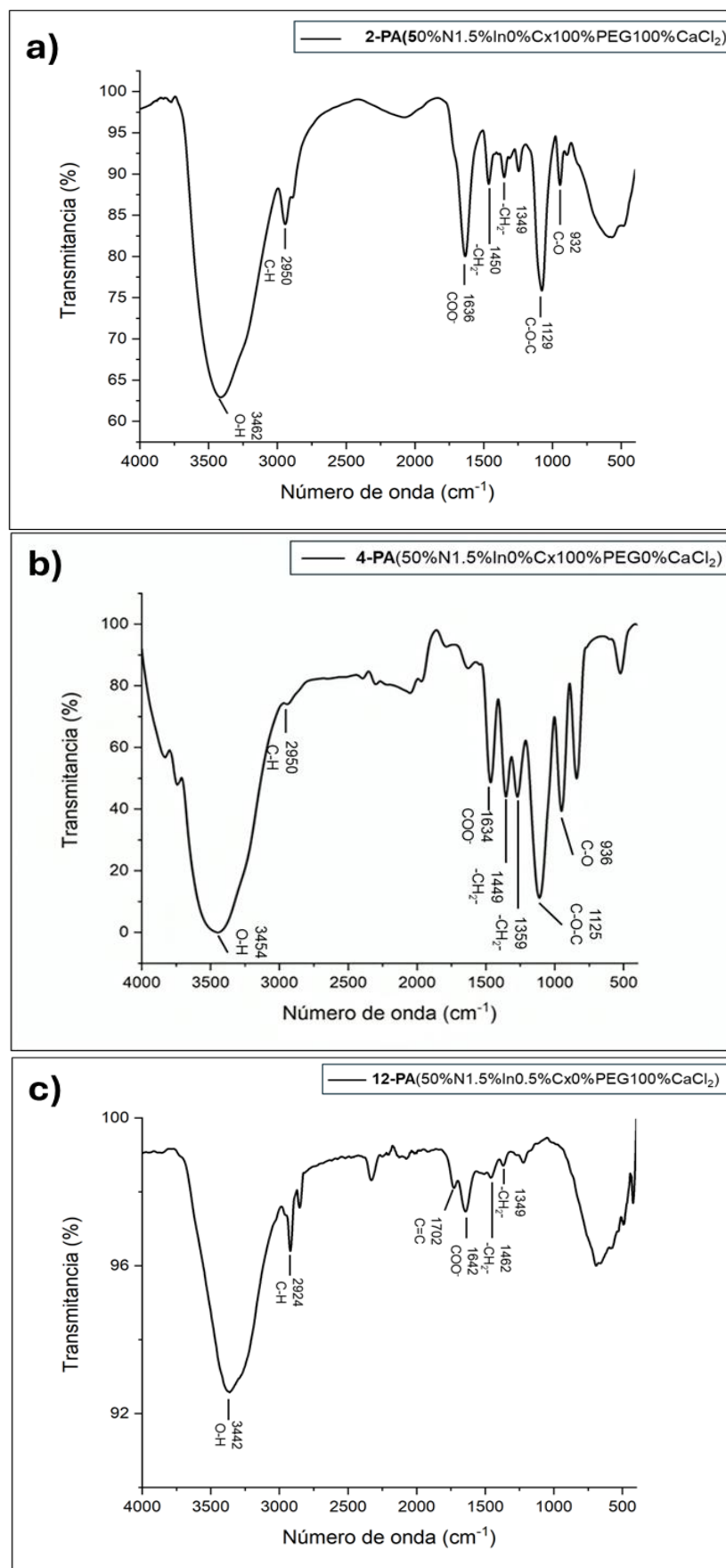


Figura 5.33 FTIR del agua obtenida por los materiales: a) 2-PA, b) 4-PA y c) 12-PA

En el caso de 12-PA^a (*Figura 5.33c*), con únicamente CaCl₂ como agente higroscópico, no es posible detectar directamente dicha sal por FTIR, ya que las sales inorgánicas carecen de modos de vibración en el mediano infrarrojo. Sin embargo, el espectro reveló bandas características del ácido acrílico, entre ellas el estiramiento del doble enlace del alqueno (C=C) a 1702 cm⁻¹ y la vibración del grupo carboxilo en 1642 cm⁻¹ [24]. Estos resultados concuerdan con los datos de SDT. Cabe mencionar que en ocasiones la presencia de CaCl₂ se asocia con la banda a 3442 cm⁻¹, ya que se conjuga muy bien con las moléculas de agua, que son las que aparecen en dicha banda. Además, durante el ensayo, al calentar la muestra hasta 100 °C, parte del ácido acrílico (punto de ebullición: 141 °C) permanece como remanente, contribuyendo a las señales observadas en el espectro. Adicionalmente, la elevada conductividad registrada de 3034 μS/cm (*Figura 5.32*) confirma la presencia de iones de CaCl₂ disueltos, aunque no puedan ser detectados en FTIR.

Por último, el material 2-PA^b (*Figura 5.33a*), que contiene tanto PEG como CaCl₂, mostró un espectro muy similar al de 4-PA^c, ya que se identificaron vibraciones correspondientes tanto al PEG como al ácido acrílico. Destacan la señal del éter (C–O–C) en 1129 cm⁻¹, propia del PEG, y la del grupo carboxilo en 1636 cm⁻¹, asociada al ácido acrílico [24]. Este comportamiento concuerda con los resultados de pH (*Figura 5.31*), donde se registró un valor de 4.8 para el material 2-PA, reflejando la acidificación asociada a la presencia de ácido acrílico. Asimismo, la alta conductividad registrada de 9260 μS/cm (*Figura 5.32*) evidencia la contribución significativa de CaCl₂ disuelto, aunque no pueda observarse en el FTIR. Gracias al conjunto de estos datos de FTIR, pH y conductividad, se puede concluir que las muestras de agua obtenidas del material 2-PA contienen ácido acrílico, CaCl₂ y PEG, confirmando el arrastre de estos compuestos por el agua que liberan.

Tendencias similares se observaron en los espectros FTIR de los demás materiales analizados, los cuales se incluyen en la sección de anexos.

^a **2-PA**(50%N0.5%In0%Cx100%PEG100%CaCl₂)

^b **12-PA**(50%N1.5%In0.5%Cx0%PEG100%CaCl₂)

^c **4-PA**(50%N1.5%In0%Cx100%PEG0%CaCl₂)

5.3.5. Análisis microbiológico

El análisis microbiológico forma parte de las caracterizaciones de potenciometría, sólidos disueltos totales (SDT) y conductividad, con el objetivo de evaluar la calidad del agua obtenida y determinar en qué usos puede ser utilizada directamente el agua obtenida por los materiales. Este análisis permite identificar la presencia y cantidad de microorganismos potencialmente dañinos para la salud humana. Para este estudio se emplearon los medios LB, para el crecimiento de bacterias mesófilas aerobias, y YPD, para mohos y levaduras.

Los materiales evaluados fueron 1-PA^a, 2-PA^b, 4-PA^c y 12-PA^d, lo que permitió obtener un acercamiento a la cantidad de microorganismos y su cumplimiento con los límites máximos recopilados en la *Tabla 3.2*.

En la *Figura 5.34* se encuentran los diferentes valores que se obtuvieron de las UFC en el medio LB para mesófilos aerobios con conteos a las 24 h (*Figura 5.34a*) y 48h (*Figura 5.34b*). De acuerdo con ambos conteos, son los materiales 2-PA y 4-PA, con una mayor presencia de mesófilos a lo largo de las diluciones. En las primeras diluciones, están tan saturadas de microorganismos, provocando que las colonias resultaran incontables; por ello, a partir de la dilución (10^{-2}) se pudieron realizar conteos adecuados para 2-PA y 4-PA.

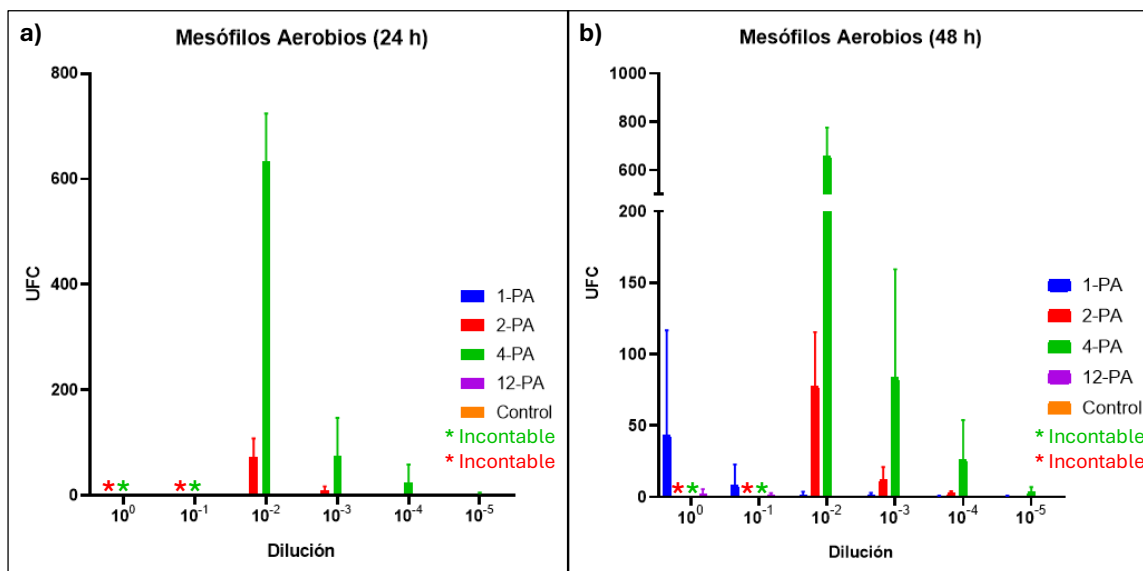


Figura 5.34 UFC de mesófilos aerobios a las: a) 24 h y b) 48 h de los materiales 1-PA, 2-PA, 4-PA y 12-PA

^a **1-PA**(10%N0.5%In0.5%Cx100%PEG100%CaCl₂)

^b **2-PA**(50%N0.5%In0%Cx100%PEG100%CaCl₂)

^c **4-PA**(50%N1.5%In0%Cx100%PEG0%CaCl₂)

^d **12-PA**(50%N1.5%In0.5%Cx0%PEG100%CaCl₂)

Esto mismo ocurre en los resultados de mohos y levaduras, *Figura 5.35*. En contraste, los materiales 1-PA^a y 12-PA^b presentaron crecimiento de UFC únicamente después de 48 h de incubación. Para lograr hacer una comparación con los límites permisibles de acuerdo con la *Tabla 3.2*; en la *Tabla 5.5* se recopilaron los valores correspondientes a las primeras diluciones de cada material que entraron en el intervalo contable, para bacterias, de 25-250 UFC a las 48 H. Cabe destacar que, aunque el valor de 6 UFC del material 12-PA se encuentra fuera de dicho rango, se utilizó como referencia para hacer una discusión adecuada en este apartado.

Tabla 5.5 Cantidad de mesófilos aeróbicos (UFC/100mL) en los materiales 1-PA, 2-PA, 4-PA y 12-PA

Material	Dilución	UFC	UFC/100mL
1-PA	10 ⁰	43	4300
2-PA	10 ⁻²	77	770000
4-PA	10 ⁻³	83	8300000
12-PA	10 ⁰	6	600

De acuerdo con la *Tabla 3.2* el límite máximo permisible de mesófilos aerobios es de 0 UFC/100 mL para consumo humano, 1000 UFC/100 mL para uso agrícola y no existe un valor establecido para uso industrial. A partir de estos valores, los resultados de la *Tabla 5.5*, indican que ninguno de los materiales genera agua apta para su consumo humano directamente, ya que todos presentan presencia de microorganismos. Sin embargo, el agua recuperada podría ser tratada para poder utilizarse para el consumo humano.

El material 12-PA fue el único que cumplió con la norma en el sector agrícola para su uso en el riego, con 600 UFC/100 mL; sin embargo, sus valores de pH 3.6 (*Figura 5.31*) y conductividad 6350 μ S/cm (*Figura 5.32*) lo descartan para este uso, ya que se encuentran fuera de los intervalos establecidos. Por otro lado, en el sector industrial, en minería, el agua obtenida de estos materiales podría emplearse desde el punto de vista microbiológico, ya que este sector no tiene un límite establecido para el agua que necesita.

^a **1-PA**(10%N0.5%In0.5%Cx100%PEG100%CaCl₂)

^b **12-PA**(50%N1.5%In0.5%Cx0%PEG100%CaCl₂)

Los resultados de mohos y levaduras se presentan en la *Figura 5.35*. La tendencia observada fue similar a la de los mesófilos: los materiales 2-PA^a y 4-PA^b mostraron crecimiento desde las 24 h (*Figura 5.35a*), mientras que 1-PA^c y 12-PA^d solo registraron desarrollo a partir de las 48 h (*Figura 5.35b*).

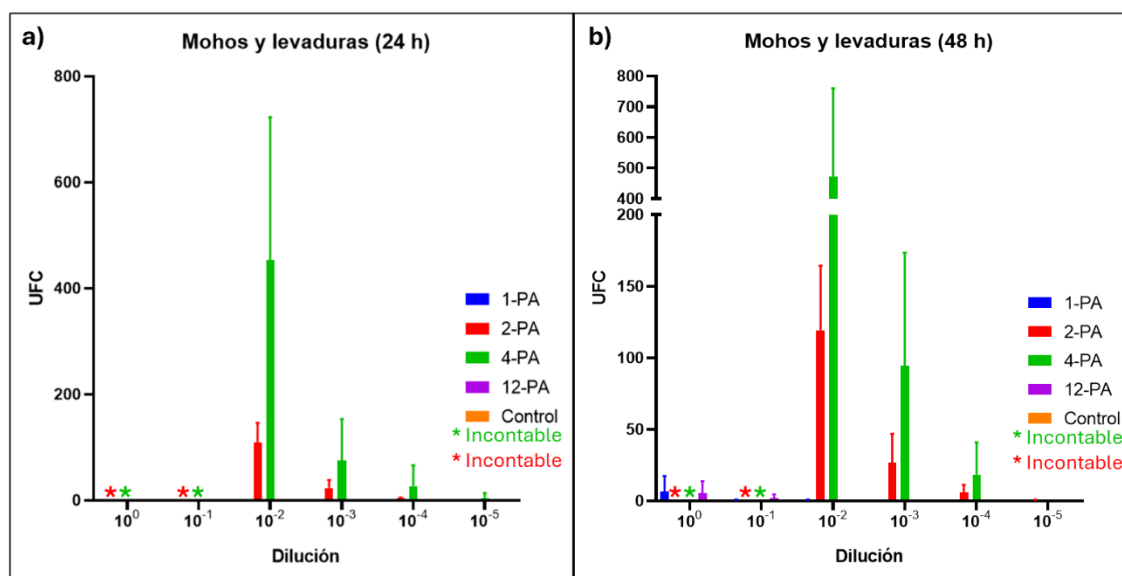


Figura 5.35 UFC de mohos y levaduras a las: a) 24 h y b) 48 h de los materiales 1-PA, 2-PA, 4-PA y 12-PA

En la *Tabla 5.6* se recopilan los resultados de la cantidad de UFC por 100 mL, donde se observa que ninguno de los materiales puede usarse directamente para el consumo humano porque excede el límite de 100 UFC/100mL. Por otro lado, para los usos agrícolas e industriales, al no existir regulación específica, se consideran adecuados.

Tabla 5.6 Cantidad de mohos y levaduras (UFC/100mL) en los materiales 1-PA, 2-PA, 4-PA y 12-PA

Material	Dilución	UFC	UFC/100mL
1-PA	10^0	7	700
2-PA	10^{-2}	119	1190000
4-PA	10^{-3}	94	9400000
12-PA	10^0	6	600

- ^a **2-PA**(50%N0.5%In0%Cx100%PEG100%CaCl₂)
^b **4-PA**(50%N1.5%In0%Cx100%PEG0%CaCl₂)
^c **1-PA**(10%N0.5%In0.5%Cx100%PEG100%CaCl₂)
^d **12-PA**(50%N1.5%In0.5%Cx0%PEG100%CaCl₂)

Al considerar en conjunto los resultados de las caracterizaciones hechas en el agua obtenida en este trabajo, el material 4-PA^a es el único que cumple con la mayoría de los requisitos para ser utilizado directamente en el uso de la industria y la agricultura. Este material presenta un pH de 6.3 (*Figura 5.31*) dentro del intervalo 6.0–8.5, conductividad de 279 $\mu\text{S}/\text{cm}$ (*Figura 5.32*), inferior al límite de 3000 μS y parámetros microbiológicos que no están regulados en el ámbito industrial. Sin embargo, el único parámetro que no cumple es con el límite de SDT con 2700 mg/L (*Figura 5.30*), superior al máximo de 2000 mg/L.

Por último, es importante señalar que el agua utilizada fue recolectada dentro de una cámara de humedad en el laboratorio, aunque no bajo condiciones estériles, lo que explica la presencia de microorganismos en las muestras. En sí, los materiales que presentaron un mayor crecimiento de microorganismos son aquellos que tienen un pH más neutro de los resultados de potenciometría, 2-PA^b con un pH de 4.8 y 4-PA con 6.3; estos valores favorecieron un mayor crecimiento microbiano. En particular, el material 4-PA alcanzó un valor de 8.3×10^6 UFC/100 mL de mesófilos aerobios por parte de 4-PA. Siendo una diferencia considerable con 12-PA^c con un pH de 3.6, que registró únicamente 600 UFC/100mL.

Esto concuerda con el rango óptimo de pH para las bacterias de 6 hasta 8.5 y en el caso de los hongos pueden crecer en medios con pH hasta 8.5, pero la mayoría de ellos prefieren un pH ácido[48]. Así, puede señalarse que el pH de cada muestra tuvo una influencia en el desarrollo microbiano, lo que explica las diferencias observadas entre los materiales.

^a **4-PA**(50%N1.5%In0%Cx100%PEG0%CaCl₂)

^b **2-PA**(50%N0.5%In0%Cx100%PEG100%CaCl₂)

^c **12-PA**(50%N1.5%In0.5%Cx0%PEG100%CaCl₂)

6.CONCLUSIONES

6.1.Conclusiones

1. Se corroboró la hipótesis de que la combinación de PEG y CaCl_2 genera un efecto sinérgico dentro de la matriz de poliacrilato, confiriendo propiedades higroscópicas a la matriz polimérica y superando el desempeño de los componentes por separado. Otorgando al material una capacidad de absorción de humedad hasta $2.24 \text{ g}_{\text{humedad}}/\text{g}_{\text{material}}$ a 90% HR y una liberación de agua de hasta $1.35 \text{ g}_{\text{agua}}/\text{g}_{\text{material}}$,
2. En condiciones ambientales reales, aunque la eficiencia disminuyó debido a la variación climática, los composites conservaron su capacidad de absorción a partir de 19% HR y de liberación a partir de 54% HR, lo que confirma su aplicación práctica pese a la variabilidad climática.
3. Se observó que los materiales mantuvieron su capacidad de absorción a lo largo de diez ciclos de operación, lo que evidencia su estabilidad estructural y funcional bajo condiciones repetidas de uso. Sin embargo, la liberación de agua presentó una disminución progresiva, atribuida a la pérdida gradual de los compuestos higroscópicos responsables de la retención y liberación del agua. Este comportamiento sugiere que, aunque los materiales son duraderos en términos de absorción, su eficiencia en la liberación podría mejorarse mediante la optimización de la formulación o la incorporación de aditivos que reduzcan la pérdida de los componentes higroscópicos durante ciclos prolongados.
4. El análisis mediante diseño de experimentos (DOE) permitió identificar que el grado de neutralización y el entrecruzamiento tienen un efecto significativo sobre el desempeño de los materiales, siendo variables que deben ser estudiadas con más detalle para mejorar estos materiales.
5. La caracterización del agua recuperada mostró sólidos disueltos, pH ácido y conductividad elevada en ciertas formulaciones, limitando su uso directo para consumo humano. No obstante, en materiales como 4-PA^a y 7-PA^b, el agua cumple con parámetros adecuados para aplicaciones agrícolas e industriales, de acuerdo a normativas mexicanas e internacionales.
6. El análisis microbiológico indicó que la presencia de unidades formadoras de colonias (UFC) representa un desafío para consumo humano; sin embargo, estos resultados sugieren que el agua podría ser segura tras la aplicación de tratamientos adicionales de desinfección.

^a 4-PA(50%N1.5%In0%Cx100%PEG0%CaCl₂)

^b 7-PA(50%N0.5%In0.5%Cx100%PEG0%CaCl₂)

En conjunto, aunque el agua obtenida no cumple con los estándares establecidos en las normas de consumo de agua, este trabajo demuestra la viabilidad de los compositos desarrollados como materiales funcionales para la captación de humedad ambiental. Los resultados representan un avance hacia el diseño de un material capaz de obtener agua para consumo humano, agrícola o industrial, y sientan las bases para futuros trabajos orientados a optimizar: la eficiencia, durabilidad y calidad del agua generada.

6.2.Perspectivas

Como se menciona en las conclusiones los compositos desarrollados representan una base para la obtención de agua a partir la humedad atmosférica. El principal reto consiste en mejorar su estabilidad a largo plazo, reteniendo los compuestos higroscópicos en la matriz y asegurando que el agua liberada cumpla con las normas para su consumo. A partir de esto se establecen las siguientes perspectivas orientadas a optimizar el desempeño y ampliar el alcance de este trabajo:

- Mejorar la estabilidad cíclica mediante estrategias de encapsulación o confinamiento de los compuestos higroscópicos. Se observó que materiales con valores adecuados de entrecruzamiento y neutralización presentan un mejor desempeño y valores cercanos para su consumo, por lo que estas condiciones pueden optimizarse desde la síntesis del material.
- Estudiar la superficie activa y los mecanismos de absorción-difusión dentro del material, el cual todavía se desconoce, ya sea mediante caracterización con técnicas como BET o a través del análisis cinético de la absorción y liberación de humedad.
- Ampliar la caracterización del agua recolectada, incorporando técnicas complementarias como análisis microbiológicos avanzados e ICP, con el fin de validar su cumplimiento con la NOM-127-SSA1-2021 y otros estándares nacionales. Así mismo, realizar estas caracterizaciones con muestras obtenidas en condiciones ambientales, debido a que los resultados obtenidos fueron en muestras que se obtuvieron en el laboratorio.

Explorar el uso de estos materiales en conjunto con dispositivos externos (como compresores o ventiladores), que incrementen el contacto de los materiales con el aire y permitan mejorar la cantidad de agua obtenida.

6.3.Productos Científicos

Este trabajo de tesis generó los siguientes productos científicos:

1. Presentación Oral en Congreso Internacional: Martínez-Castillo C. A.; Escobar-Barrios, V. A.; Díaz-Castañón, S. Hygroscopic polymeric composites for atmospheric water harvesting. 33rd International Materials Research Congress, 17-22 Agosto 2025, México.
2. Artículo científico: Martínez-Castillo C. A.; Escobar-Barrios, V. A.; Díaz-Castañón, S. Hygroscopic Polymeric Composites Based on Polyacrylate with Calcium Chloride and Polyethylene Glycol for Atmospheric Water Harvesting. (Enviado a revisión a “Journal Chemical Technology & Biotechnology”)

REFERENCIAS

- [1] V. Gentile, M. Bozlar, F. Meggers, and M. Simonetti, "Liter-scale atmospheric water harvesting for dry climates driven by low temperature solar heat," *Energy*, vol. 254, p. 124295, Sep. 2022, doi: 10.1016/J.ENERGY.2022.124295.
- [2] "Agua y saneamiento - Desarrollo Sostenible." Accessed: Nov. 18, 2024. [Online]. Available: <https://www.un.org/sustainabledevelopment/es/water-and-sanitation/>
- [3] "La NASA reveló la cantidad de agua que circula cada año por todos los ríos del mundo | Ambiente Radio." Accessed: Nov. 18, 2024. [Online]. Available: <https://ambienteradio.com.ar/nasa-cantidad-agua-circula-ano-rios-mundo/>
- [4] F. García-García and V. Zarraluqui, "A fog climatology for Mexico," *Erde*, vol. 139, no. 1, pp. 45–60, Jan. 2008, Accessed: May 10, 2025. [Online]. Available: <https://www.scopus.com/record/display.uri?eid=2-s2.0-52649103889&origin=scopusAI>
- [5] R. L. Farnum, "Fog Harvesting," in *Unconventional Water Resources*, Springer International Publishing, 2022, pp. 51–71. doi: 10.1007/978-3-030-90146-2_3.
- [6] J. K. Domen, W. T. Stringfellow, M. K. Camarillo, and S. Gulati, "Fog water as an alternative and sustainable water resource," *Clean Technol Environ Policy*, vol. 16, no. 2, pp. 235–249, Feb. 2014, doi: 10.1007/s10098-013-0645-z.
- [7] S. Nishad, H. M. Elmoughni, and I. Krupa, "Advancements in radiative cooling structures for atmospheric water harvesting: A comprehensive review," *Appl Energy*, vol. 377, p. 124576, Jan. 2025, doi: 10.1016/J.APENERGY.2024.124576.
- [8] "AWG-16L generador agua compra directo en nuestra pagina web." Accessed: May 10, 2025. [Online]. Available: <https://airwater.mx/product/awg-16l-air-water-generator/>
- [9] I. I. El-Sharkawy *et al.*, "Material characteristics and selection criteria for adsorption-based atmospheric water harvesting: An overview," *Solar Energy*, vol. 283, p. 112996, Nov. 2024, doi: 10.1016/J.SOLENER.2024.112996.
- [10] G. Graeber *et al.*, "Extreme Water Uptake of Hygroscopic Hydrogels through Maximized Swelling-Induced Salt Loading," 2023, doi: 10.1002/adma.202211783.

- [11] S. H. Nah *et al.*, "Moisture Absorbing and Water Self-Releasing from Hybrid Hydrogel Desiccants," *Adv Funct Mater*, vol. 34, no. 19, p. 2313881, May 2024, doi: 10.1002/ADFM.202313881;JOURNAL:JOURNAL:10990712;PAGE:STRING:ARTICLE/CHAPTER.
- [12] M. Al-Jabari and M. Husein, "Physical and chemical interactions of water with surfaces and particles," *Integral Waterproofing of Concrete Structures: Advanced Protection Technologies of Concrete by Pore Blocking and Lining*, pp. 135–163, Jan. 2022, doi: 10.1016/B978-0-12-824354-1.00005-2.
- [13] P. X. Qi, J. J. Xu, H. Y. Li, J. P. Luo, and Q. Shi, "Sorption mechanism, hygroscopic agents, and application of passive water evaporative cooling technology—A review," *Chemical Thermodynamics and Thermal Analysis*, vol. 18, p. 100166, Jun. 2025, doi: 10.1016/J.CTTA.2025.100166.
- [14] J. A. Baird, R. Olayo-Valles, C. Rinaldi, and L. S. Taylor, "Effect of molecular weight, temperature, and additives on the moisture sorption properties of polyethylene glycol," *J Pharm Sci*, vol. 99, no. 1, pp. 154–168, Jan. 2010, doi: 10.1002/jps.21808.
- [15] P. P. Lewicki, "Water sorption isotherms and their estimation in food model mechanical mixtures," *J Food Eng*, vol. 32, no. 1, pp. 47–68, Apr. 1997, doi: 10.1016/S0260-8774(97)00002-2.
- [16] M. ASROFI, D. DWILAKSANA, H. ABRAL, and R. FAJRUL, "Tensile, Thermal and Moisture Absorption Properties of Polyvinyl Alcohol (PVA) / Bengkuang (*Pachyrhizus erosus*) Starch Blend Films," *Material Science Research India*, vol. 16, no. 1, pp. 70–75, Apr. 2019, doi: 10.13005/MSRI/160110.
- [17] K. M. Kim, H. T. Oh, S. J. Lim, K. Ho, Y. Park, and C. H. Lee, "Adsorption Equilibria of Water Vapor on Zeolite 3A, Zeolite 13X, and Dealuminated y Zeolite," *J Chem Eng Data*, vol. 61, no. 4, pp. 1547–1554, Apr. 2016, doi: 10.1021/ACS.JCED.5B00927/ASSET/IMAGES/LARGE/JE-2015-00927U_0005.JPEG.
- [18] B. Kaczmarek, K. Nadolna, and A. Owczarek, "The physical and chemical properties of hydrogels based on natural polymers," *Hydrogels Based on Natural Polymers*, pp. 151–172, Jan. 2020, doi: 10.1016/B978-0-12-816421-1.00006-9.
- [19] H. Ismail, M. Irani, and Z. Ahmad, "Starch-based hydrogels: Present status and applications," *International Journal of Polymeric Materials and Polymeric*

Biomaterials, vol. 62, no. 7, pp. 411–420, Mar. 2013, doi: 10.1080/00914037.2012.719141.

- [20] M. Sangermano, G. Malucelli, R. Bongiovanni, A. Priola, U. Annby, and N. Rehnberg, “Influence of the COOH and COONa groups and crosslink density of poly(acrylic acid)/montmorillonite superabsorbent composite on water absorbency,” *Polym Int*, vol. 50, no. 9, pp. 1050–1053, Sep. 2001, doi: 10.1002/PI.728.
- [21] B. Rojas de Gáscue *et al.*, “Hidrogeles de acrilamida/ácido acrílico y de acrilamida/poli(ácido acrílico): Estudio de su capacidad de remediación en efluentes industriales,” *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*, vol. 30, no. 1, pp. 28–39, 2010, Accessed: Nov. 18, 2024. [Online]. Available: http://ve.scielo.org/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0255-69522010000100003&lng=es&nrm=iso&tlng=es
- [22] K. E. N'Tsoukpoe *et al.*, “A review on the use of calcium chloride in applied thermal engineering,” *Appl Therm Eng*, vol. 75, pp. 513–531, Jan. 2015, doi: 10.1016/J.APPLTHERMALENG.2014.09.047.
- [23] “DOF - Diario Oficial de la Federación.” Accessed: Jun. 18, 2025. [Online]. Available: https://www.dof.gob.mx/nota_detalle_popup.php?codigo=5650705
- [24] “DOF - Diario Oficial de la Federación.” Accessed: Sep. 02, 2025. [Online]. Available: https://www.dof.gob.mx/nota_detalle_popup.php?codigo=5650705
- [25] “DOF - Diario Oficial de la Federación.” Accessed: Sep. 02, 2025. [Online]. Available: https://diariooficial.gob.mx/nota_detalle.php?codigo=4893449&fecha=21/09/1998#gsc.tab=0
- [26] “Industrial Wastewater | US EPA.” Accessed: Sep. 02, 2025. [Online]. Available: <https://www.epa.gov/npdes/industrial-wastewater>
- [27] “¿Qué diseños estándar puede crear Minitab? - Minitab.” Accessed: Jun. 11, 2025. [Online]. Available: <https://support.minitab.com/es-mx/minitab/help-and-how-to/statistical-modeling/doe/supporting-topics/basics/which-standard-designs-can-minitab-create/#factorial-designs>
- [28] “Diagrama de Pareto de efectos estandarizados - Minitab.” Accessed: Jun. 12, 2025. [Online]. Available: <https://support.minitab.com/es-mx/minitab/help-and-how-to/statistical-modeling/regression/how-to/fit-regression-model/interpret-the-results/all-statistics-and-graphs/pareto-chart/>

- [29] “¿Qué es una gráfica de efectos principales? - Minitab.” Accessed: Jun. 12, 2025. [Online]. Available: <https://support.minitab.com/es-mx/minitab/help-and-how-to/statistical-modeling/anova/supporting-topics/basics/what-is-a-main-effects-plot/>
- [30] U. Hwang, H. Y. Moon, J. Park, and H. W. Jung, “Crosslinking and Swelling Properties of pH-Responsive Poly(Ethylene Glycol)/Poly(Acrylic Acid) Interpenetrating Polymer Network Hydrogels,” *Polymers (Basel)*, vol. 16, no. 15, p. 2149, Aug. 2024, doi: 10.3390/polym16152149.
- [31] “DOF - Diario Oficial de la Federación.” Accessed: Sep. 04, 2025. [Online]. Available: https://dof.gob.mx/nota_detalle.php?codigo=4886029&fecha=12/12/1995#gs.c.tab=0
- [32] “DOF - Diario Oficial de la Federación.” Accessed: Sep. 04, 2025. [Online]. Available: https://dof.gob.mx/nota_detalle.php?codigo=4881226&fecha=13/09/1995#gs.c.tab=0
- [33] X. Yang, Z. Chen, C. Xiang, H. Shan, and R. Wang, “Enhanced continuous atmospheric water harvesting with scalable hygroscopic gel driven by natural sunlight and wind,” *Nature Communications*, vol. 15, no. 1, Dec. 2024, doi: 10.1038/S41467-024-52137-4.
- [34] C. Li *et al.*, “Atmospheric water harvesting with scale-up potentials using natural sunlight and passive cooling,” *Natural Sciences*, vol. 3, no. 1, Jan. 2023, doi: 10.1002/NTLS.20220038.
- [35] Y. Liu, Z. Liu, Z. Qie, Z. Wang, and W. Sun, “Optimizing Salt Leakage Mitigation and Comparing Sorption–Desorption Characteristics of Polyacrylamide-Based Hydrogels,” *Polymers (Basel)*, vol. 16, no. 4, Feb. 2024, doi: 10.3390/POLYM16040525.
- [36] M.-T. Celis, J. Calderón, L. Manchego, R. Mercado, J. Avendaño, and J.-L. Salager, “Inversión de emulsiones incluyendo acrilatos en la formulación,” *Ciencia e Ingeniería*, vol. 30, no. 3, pp. 201–209, 2009, Accessed: Jun. 12, 2025. [Online]. Available: <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=507550786004>
- [37] M. Ma, J. F. Mukerabigwi, R. Huang, S. Lei, X. Huang, and Y. Cao, “Eco-Friendly Superabsorbent Synthesis Based on Polysaccharides,” *J Polym*

Environ, vol. 28, no. 11, pp. 2801–2809, Nov. 2020, doi: 10.1007/S10924-020-01802-Y.

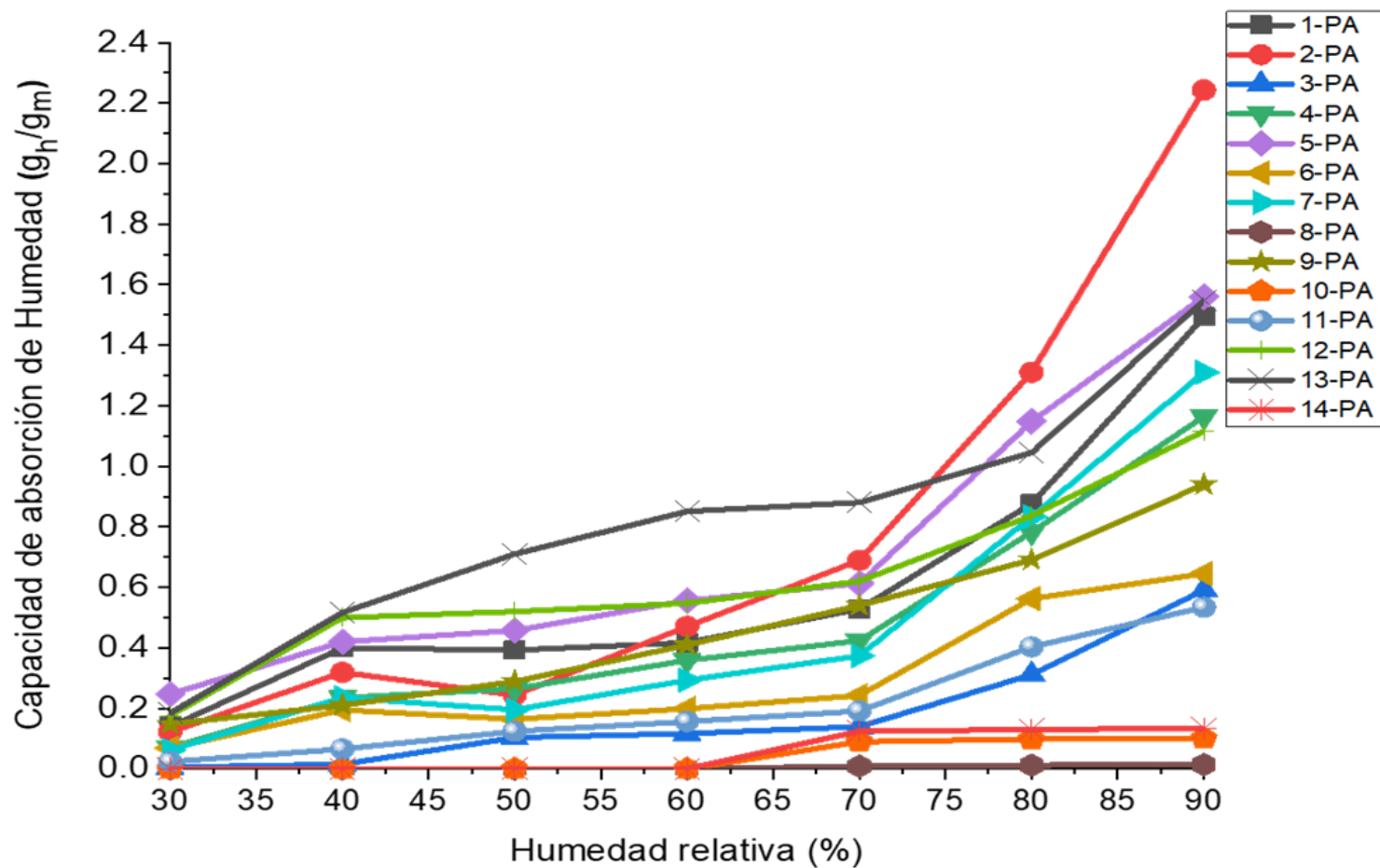
- [38] V. V. Krongauz, “Diffusion in polymers dependence on crosslink density: Eyring approach to mechanism,” *J Therm Anal Calorim*, vol. 102, no. 2, pp. 435–445, Nov. 2010, doi: 10.1007/S10973-010-0922-6.
- [39] B. Grabowska and M. Holtzer, “Structural examination of the cross-linking reaction mechanism of polyacrylate binding agents,” *Archives of Metallurgy and Materials*, 2009.
- [40] N. B. . Colthup, L. H. . Daly, and S. E. . Wiberley, *Introduction to infrared and Raman spectroscopy*. Academic Press, 1975. Accessed: Nov. 18, 2024. [Online]. Available: <http://www.sciencedirect.com:5070/book/9780121825522/introduction-to-infrared-and-raman-spectroscopy>
- [41] S. Seeyangnok, I. Somjaikul, and A. Katratanaborvorn, “Synthesis of Poly (Acrylic Acid) Based Polymers as Quantitative Determined Scale Inhibitor”, Accessed: Jun. 25, 2025. [Online]. Available: www.iafor.org
- [42] R. P. Witte, A. J. Blake, C. Palmer, and W. J. Kao, “Analysis of poly(ethylene glycol)-diacrylate macromer polymerization within a multicomponent semi-interpenetrating polymer network system,” *J Biomed Mater Res A*, vol. 71, no. 3, pp. 508–518, Dec. 2004, doi: 10.1002/JBM.A.30179;JOURNAL:JOURNAL:15524965;PAGE:STRING:ARTICLE/CHAPTER.
- [43] A. R. Greenberg and R. P. Kusy, “Influence of crosslinking on the glass transition of poly(acrylic acid),” *J Appl Polym Sci*, vol. 25, no. 8, pp. 1785–1788, Aug. 1980, doi: 10.1002/APP.1980.070250825;WGROU:STRING:PUBLICATION.
- [44] F. J. Li, S. D. Zhang, J. Z. Liang, and J. Z. Wang, “Effect of polyethylene glycol on the crystallization and impact properties of polylactide-based blends,” *Polym Adv Technol*, vol. 26, no. 5, pp. 465–475, May 2015, doi: 10.1002/PAT.3475.
- [45] M. Colaers, W. Thielemans, and B. Goderis, “Quantitative DSC Assessment of the Polymorph-Specific Crystallinity of Poly(Lactic Acid) and the Impact of a Self-Assembling Nucleating Agent and PEG Plasticizer,” *Polymers (Basel)*, vol. 17, no. 9, p. 1267, May 2025, doi: 10.3390/POLYM17091267.

- [46] A. Lotierzo, S. P. Meaney, and S. A. F. Bon, "Effect of the addition of salt to Pickering emulsion polymerizations using polymeric nanogels as stabilizers," *Polym Chem*, vol. 10, no. 48, pp. 6600–6608, Dec. 2019, doi: 10.1039/C9PY01240K.
- [47] "Polymeric Dispersions: Principles and Applications," *Polymeric Dispersions: Principles and Applications*, 1997, doi: 10.1007/978-94-011-5512-0.
- [48] C. J.P., "Pulpa y papel," *Química Y Tecnología Química*, vol. 1, no. 29, p. 120, 1990.
- [49] "Pronóstico del tiempo por hora para San Luis Potosí, San Luis Potosí: The Weather Channel | Weather.com." Accessed: Aug. 28, 2025. [Online]. Available: <https://weather.com/es-MX/tiempo/horario/l/San+Luis+Potos%C3%AD+San+Luis+Potos%C3%AD?canonicalCityId=f8f292d09d30086c92a86fc9e99ee0e9>

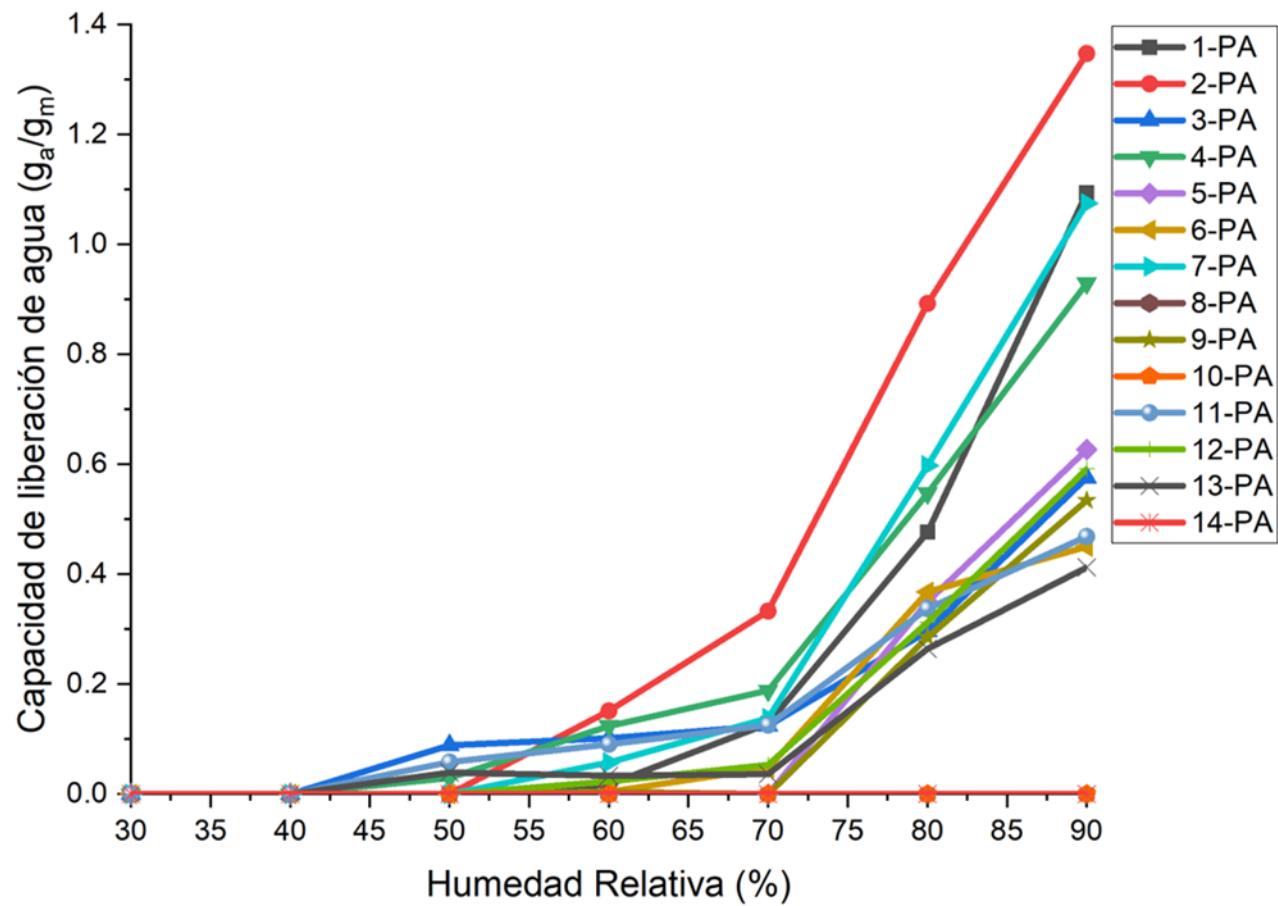
ANEXOS

A Gráficas de condiciones Controladas

A.1 Gráfica Capacidad de absorción de humedad de los materiales 1-PA al 14-PA

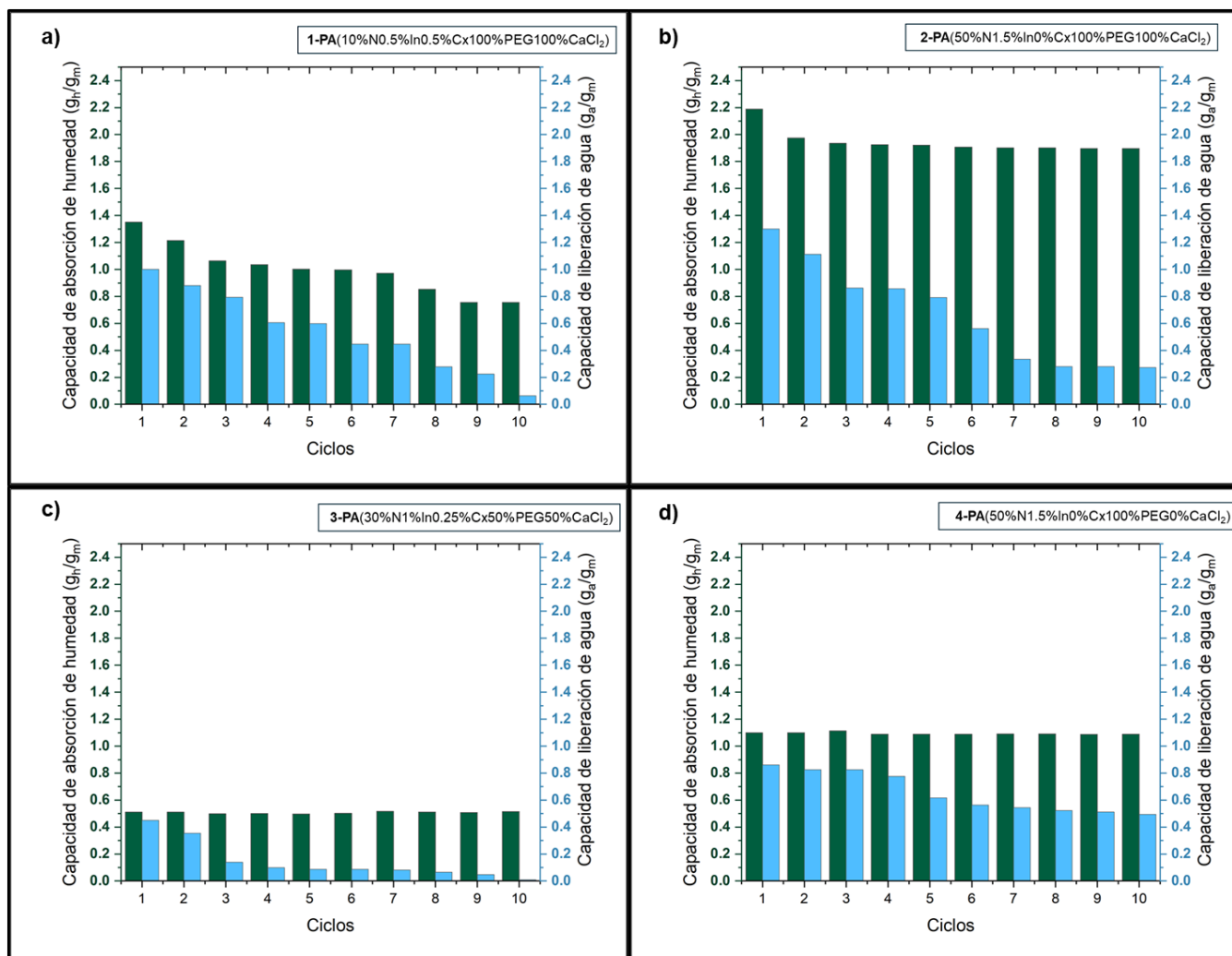


A.2 Gráfica Capacidad de liberación de agua de los materiales 1-PA a 14-PA

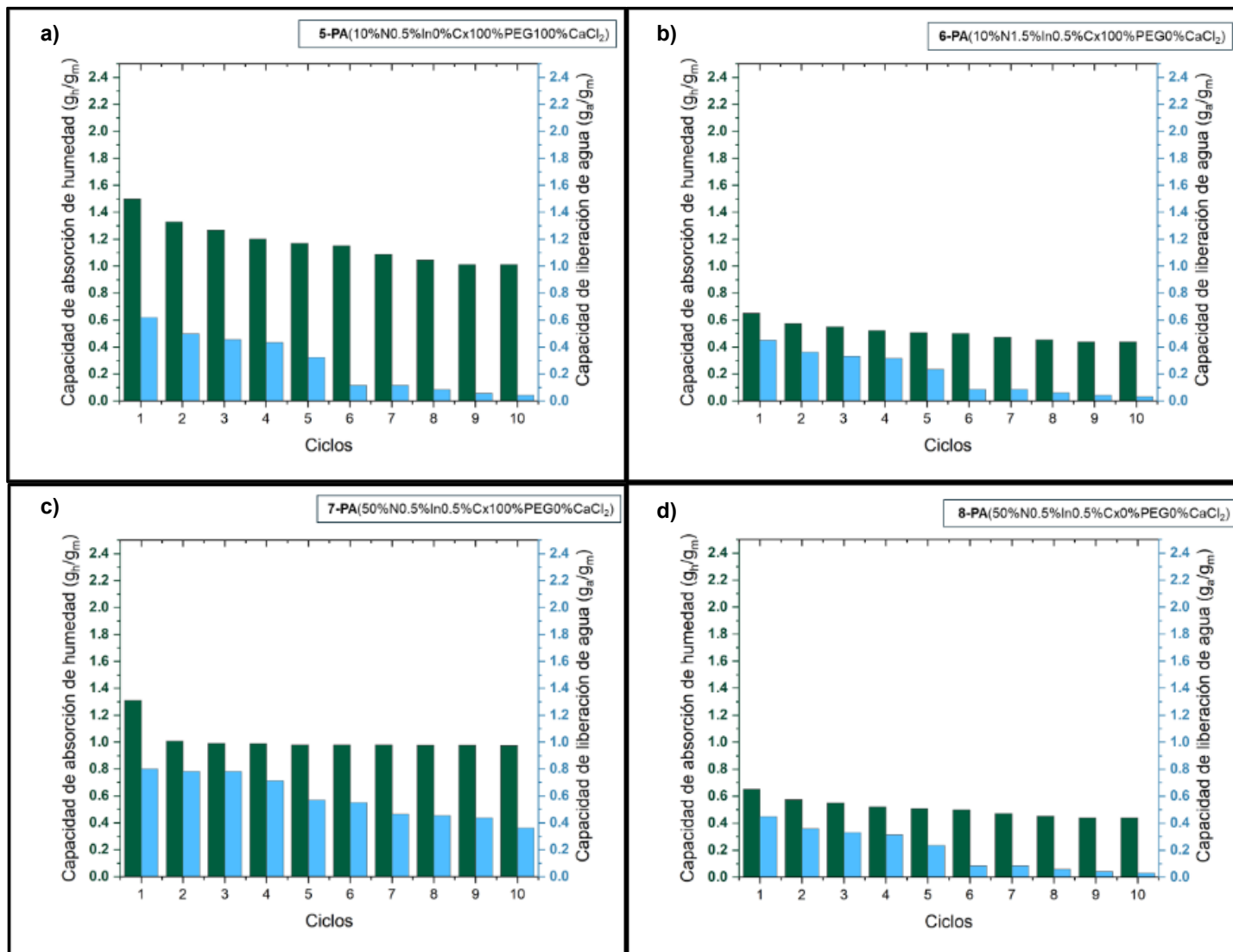


B Gráficos de ciclos de uso

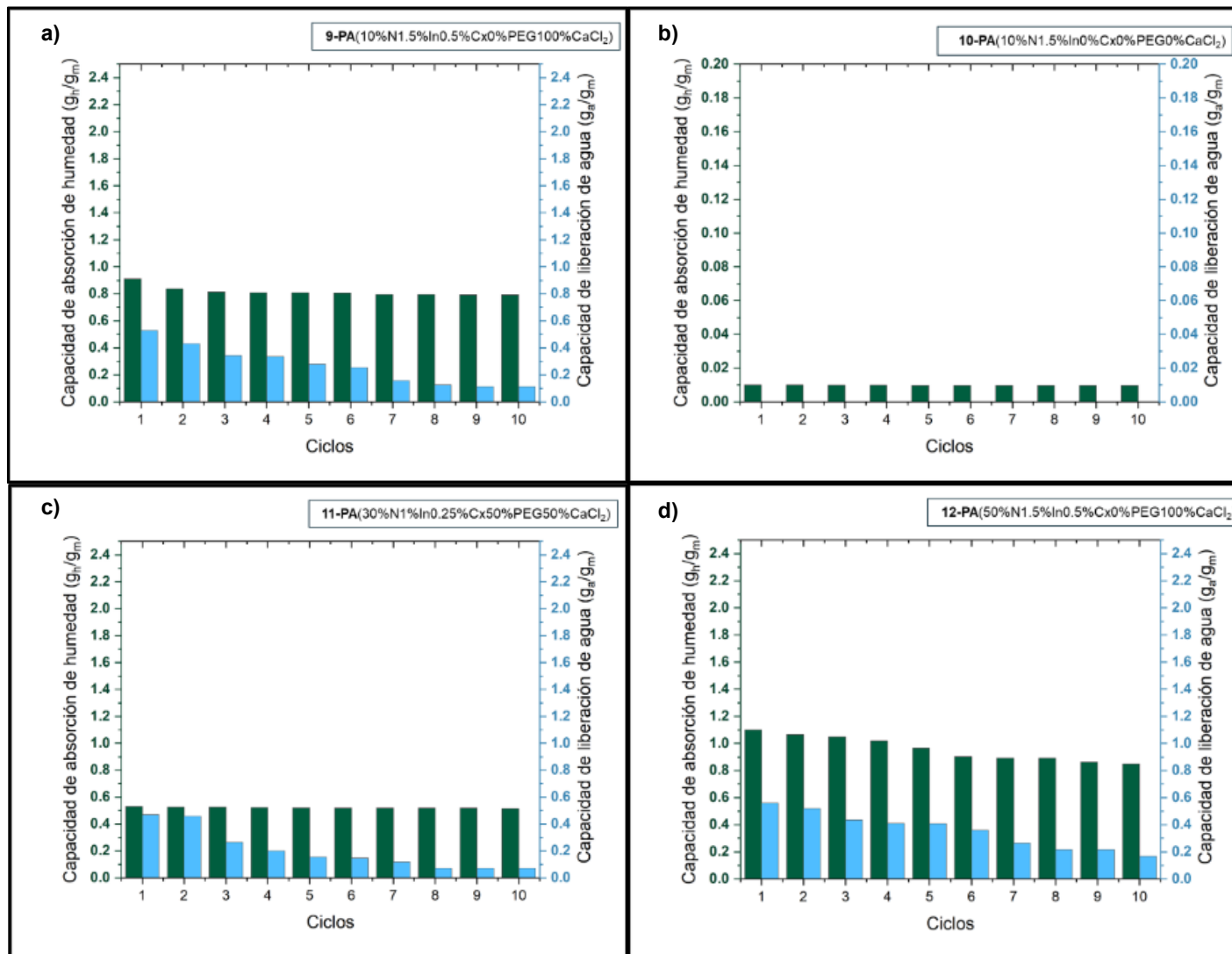
B.1 Gráfica de ciclos de uso a) 1-PA, b) 2-PA, c) 3-PA y d) 4-PA



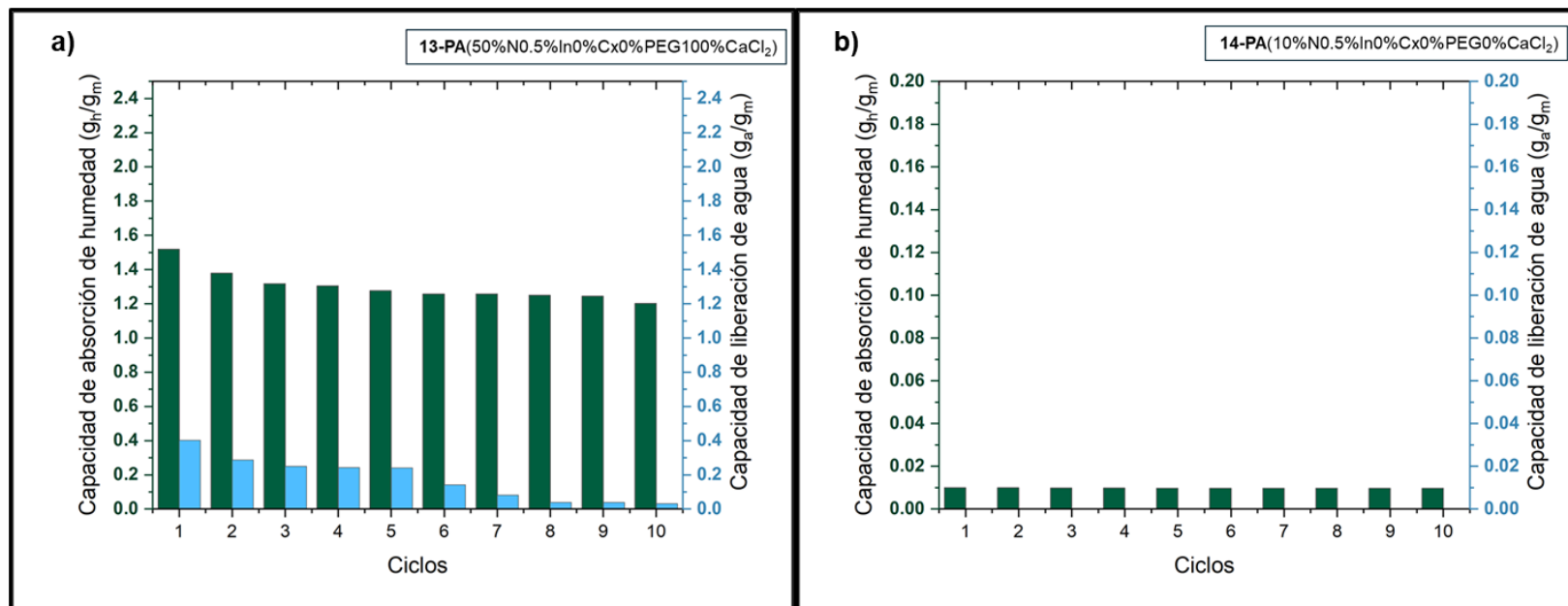
B.2 Gráfica de ciclos de uso a) 5-PA, b) 6-PA, c) 7-PA y d) 8-PA



B.3 Gráfica de ciclos de uso a) 9-PA, b) 10-PA, c) 11-PA y d) 12-PA

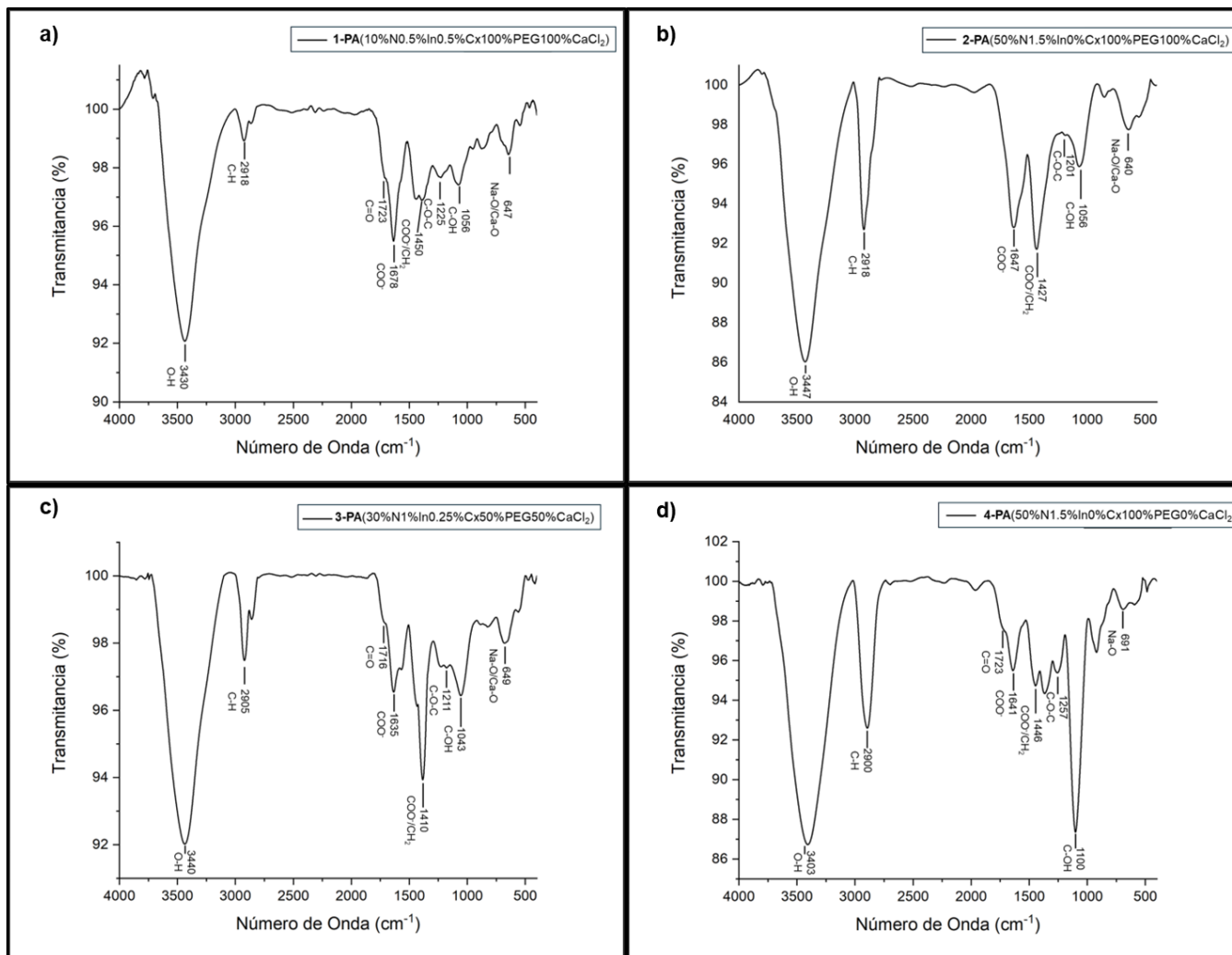


B.4 Gráfica de ciclos de uso a) 13-PA y b) 14-PA

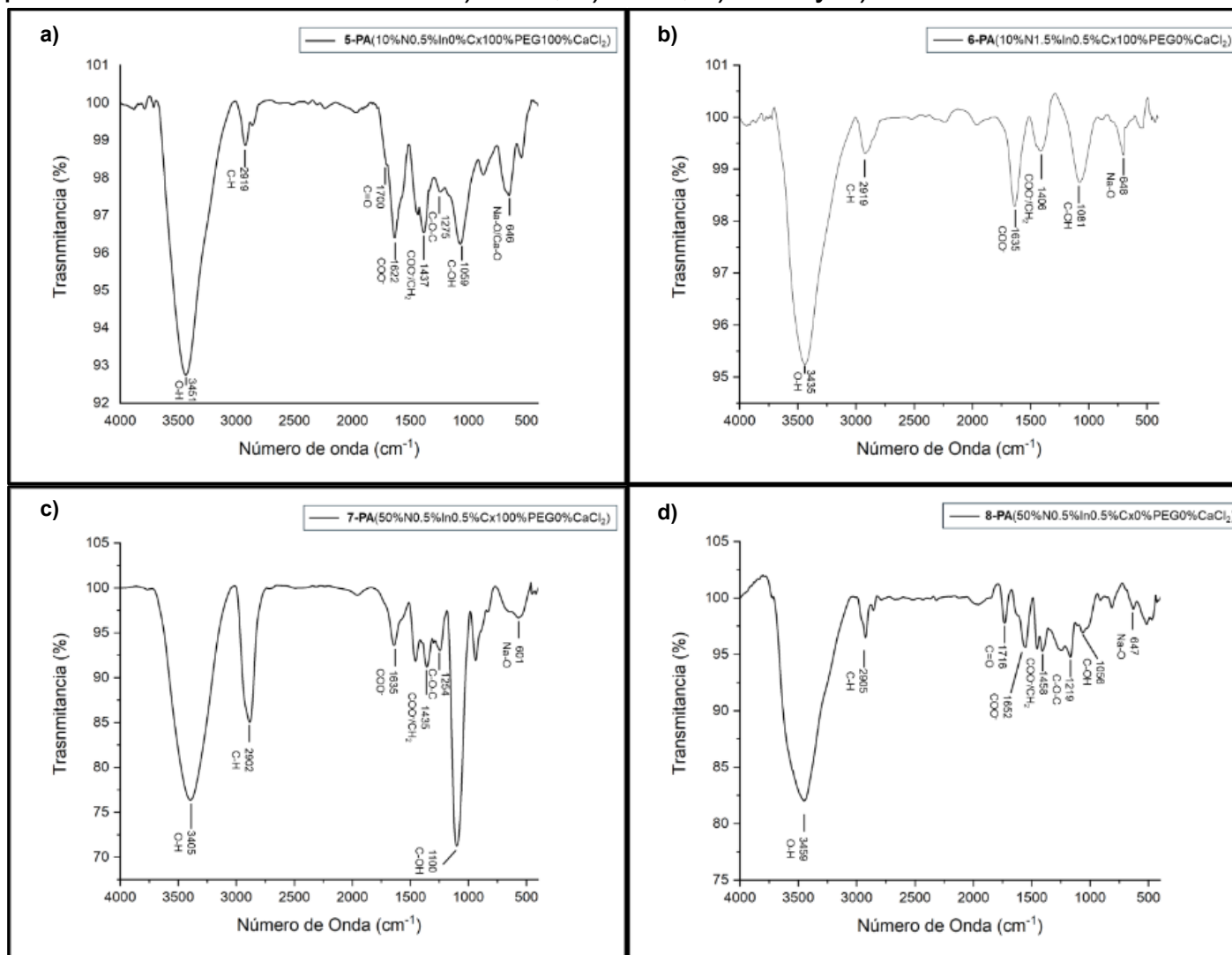


C Espectros FTIR de los materiales

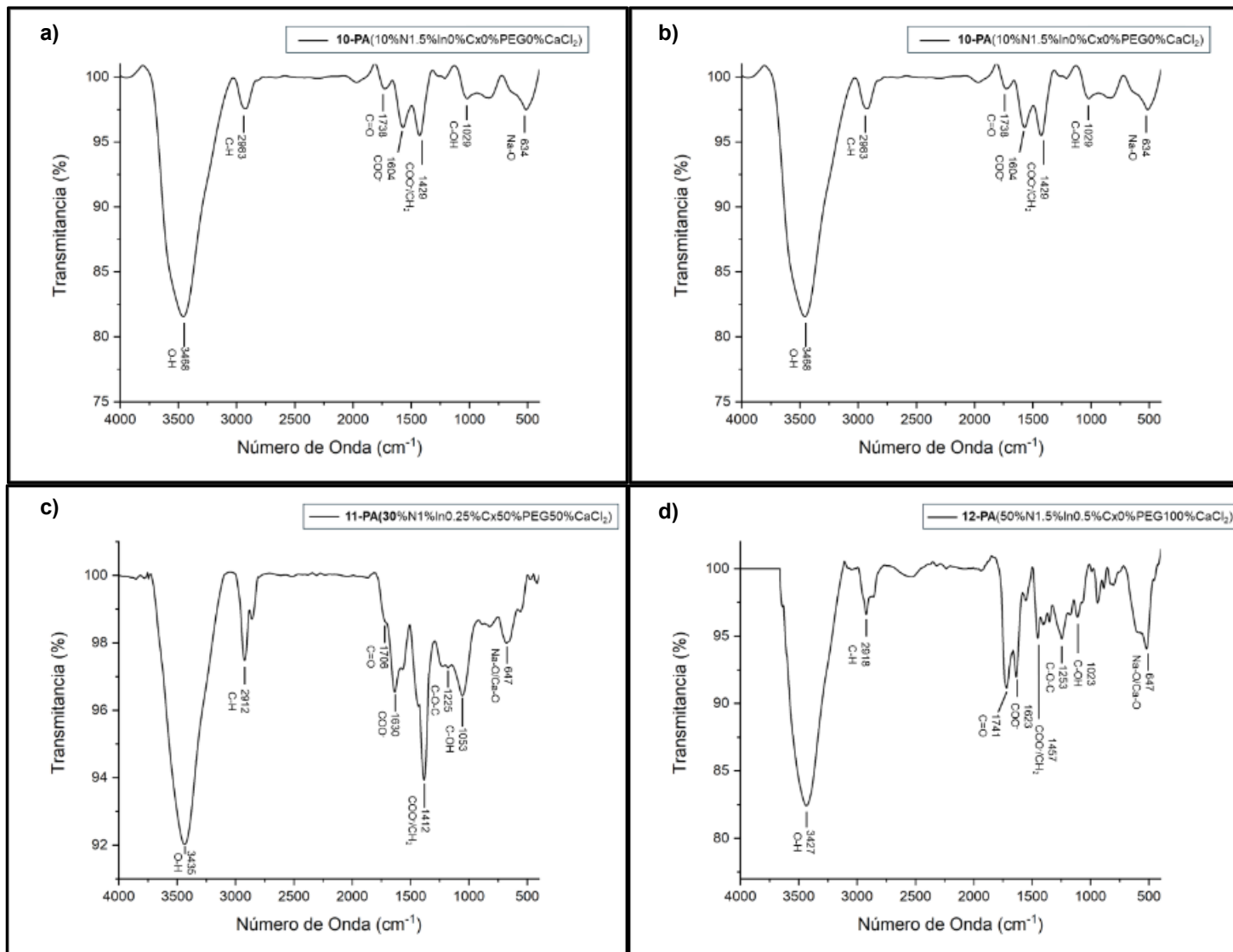
C.1 Espectro FTIR de los materiales a) 1-PA, b) 2-PA, c) 3-PA y d) 4-PA



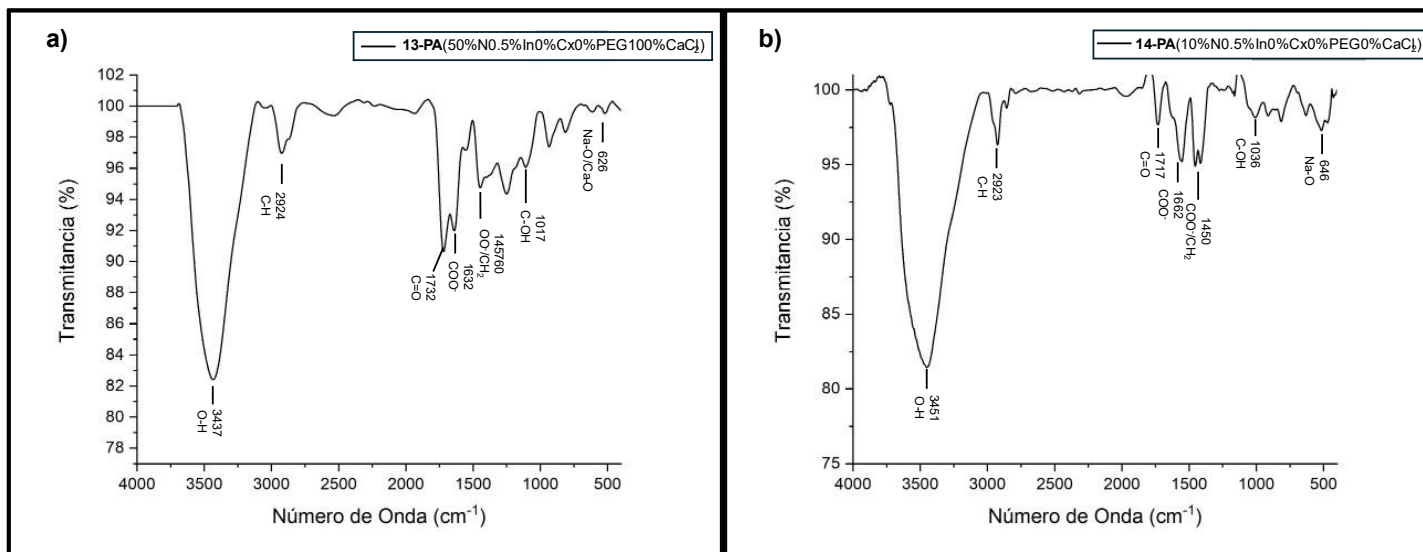
C.2 Espectro FTIR de los materiales a) 5-PA, b) 6-PA, c) 7-PA y d) 8-PA



C.3 Espectro FTIR de los materiales a) 9-PA, b) 10-PA, c) 11-PA y d) 12-PA

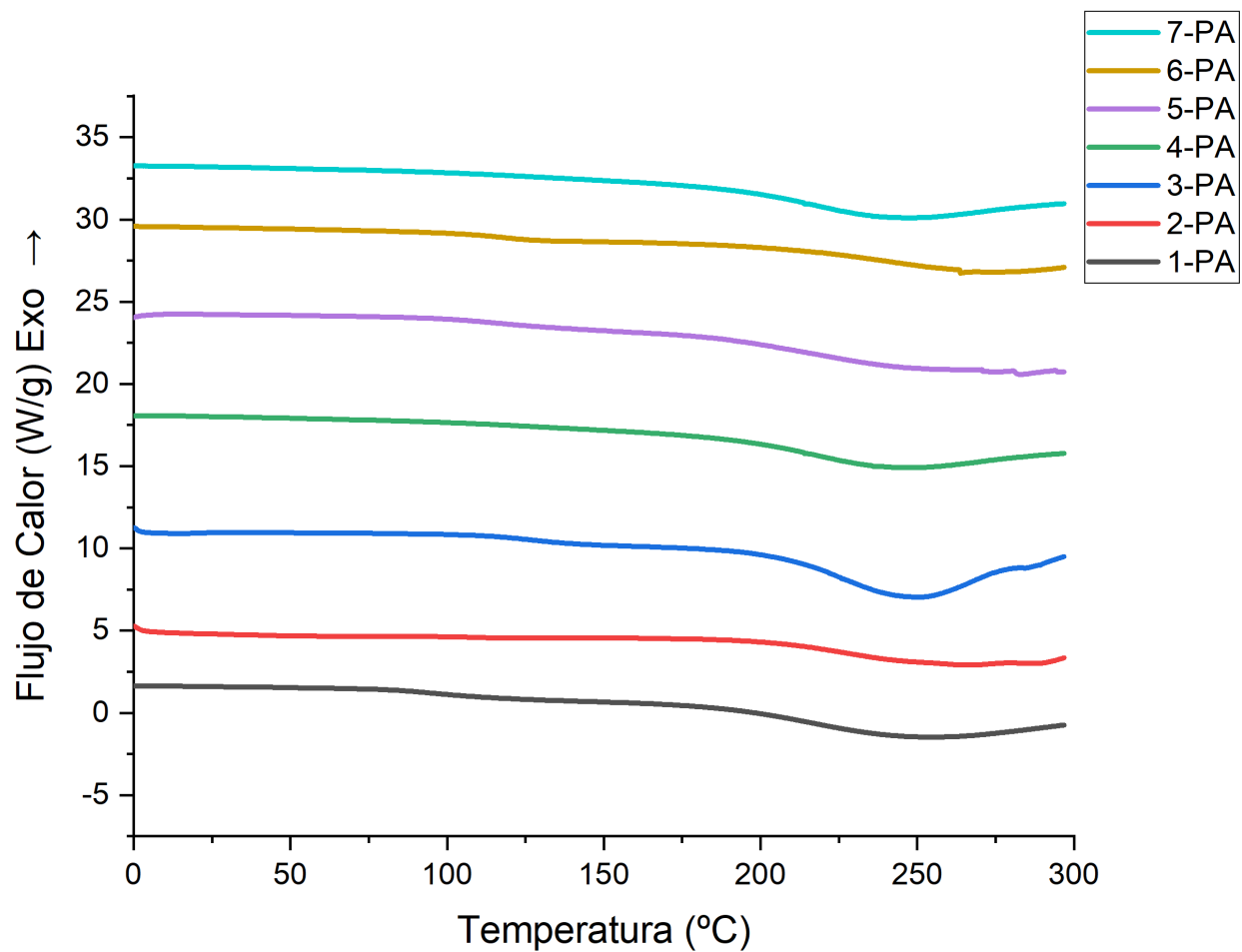


C.4 Espectro FTIR de los materiales a) 13-PA y b) 14-PA

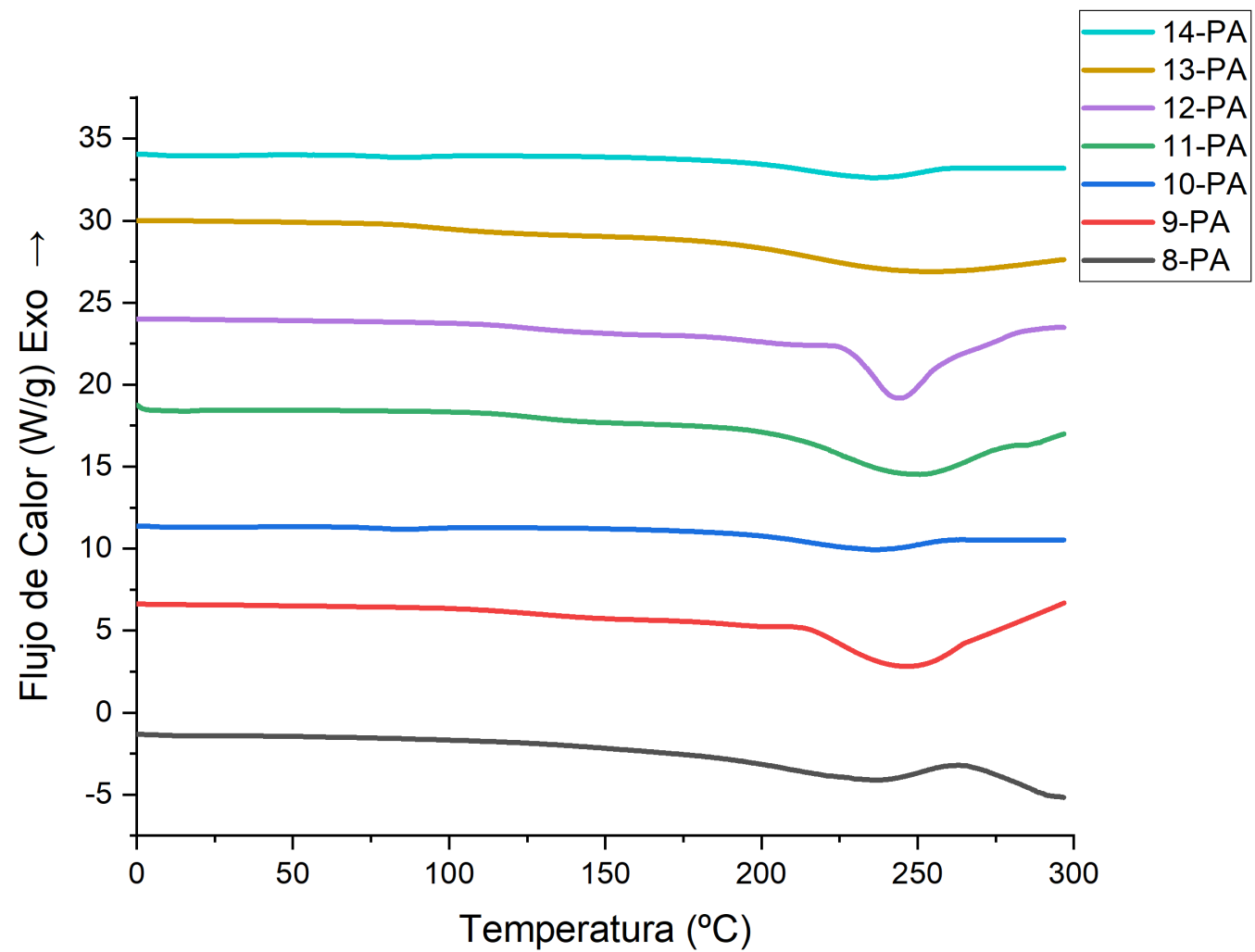


D Termogramas

D.1 Termogramas de los materiales 1-PA a 7-PA

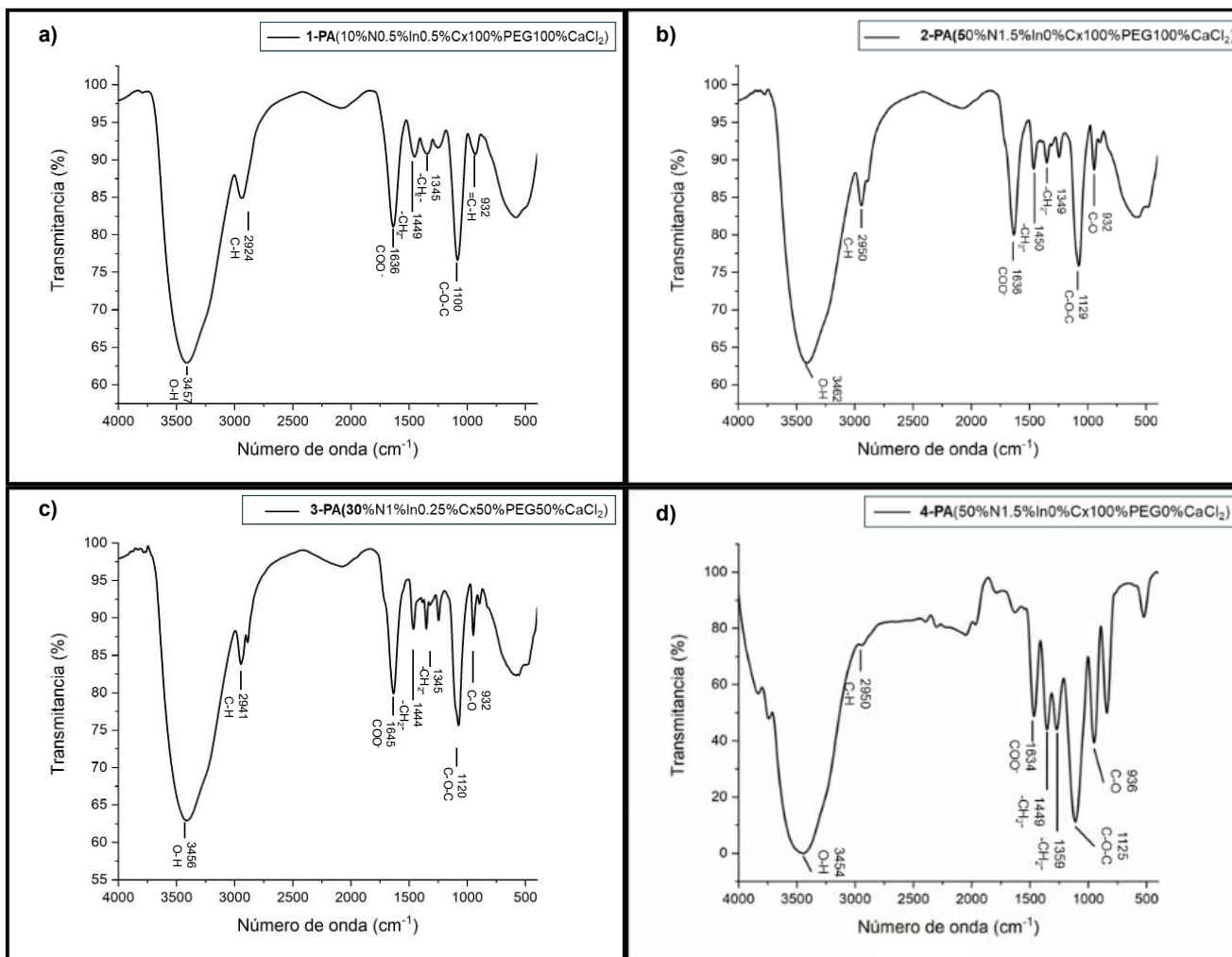


D.2 Termogramas de los materiales 8-PA a 14-PA

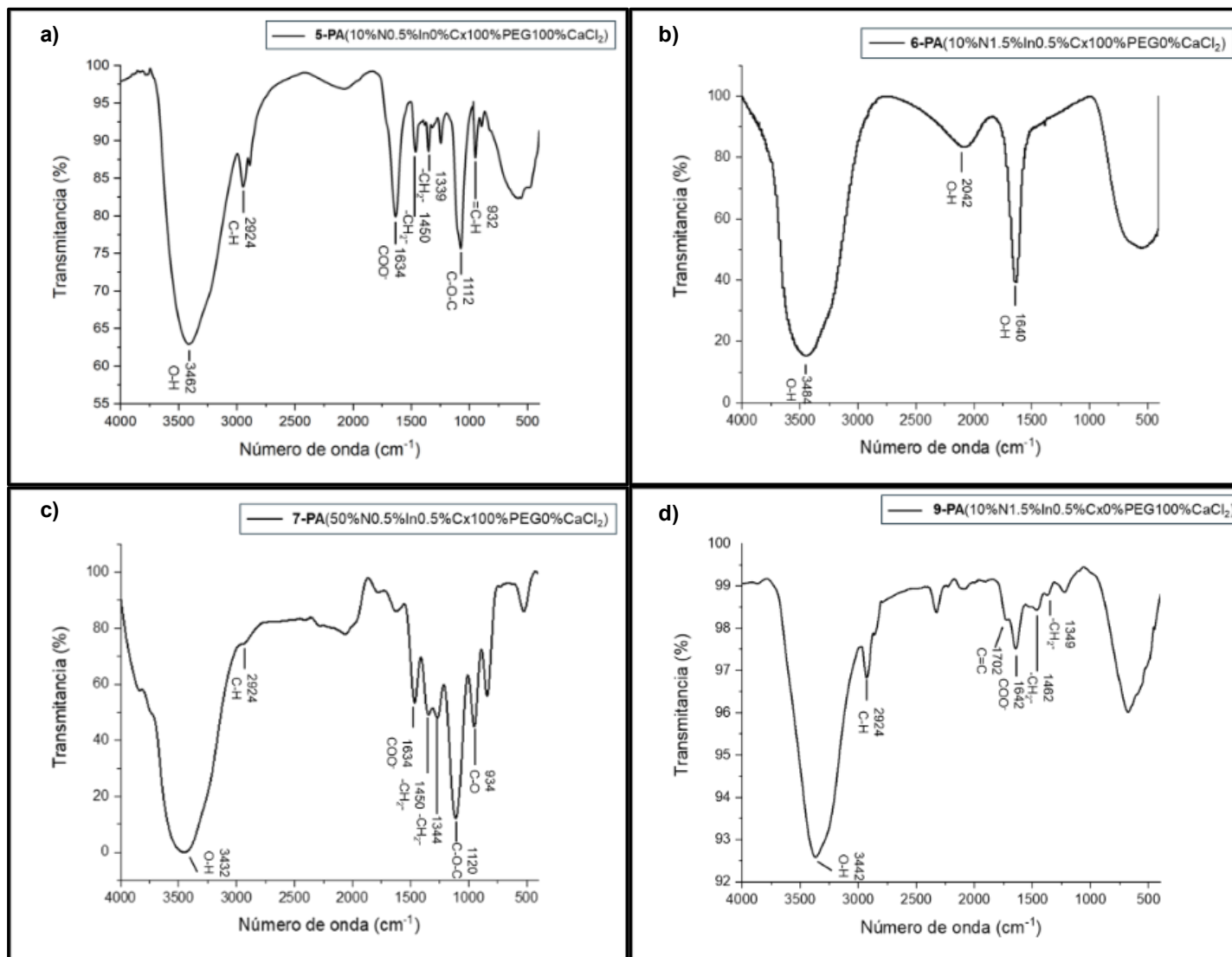


E Espectros FTIR del agua recuperada por los materiales

E.1 Espectro FTIR del agua recuperada por los materiales a) 1-PA, b) 2-PA, c) 3-PA y d) 4-PA



E.2 Espectro FTIR del agua recuperada por los materiales a) 5-PA, b) 6-PA, c) 7-PA y d) 9-PA



E.3 Espectro FTIR del agua recuperada por los materiales a) 11-PA, b) 12-PA y c) 13-PA

