

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE QUERÉTARO**

**FACULTAD DE QUÍMICA**

**“MODIFICACIÓN DE MEMBRANAS DE ACETATO DE  
CELULOSA PARA LA DESALINIZACIÓN DE AGUA DE MAR”**

**TESIS**

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

**INGENIERO QUÍMICO AMBIENTAL**

PRESENTA

**ROSANGELA CAMPOS CONTRERAS**

DIRIGIDA POR

A handwritten signature in black ink, appearing to read "C. Pérez García".

**Dra. CLAUDIA ELENA PÉREZ GARCÍA**

CODIRIGIDA POR

A handwritten signature in black ink, appearing to read "Alicia del Real López".

**Mtra. en IQ. ALICIA DEL REAL LÓPEZ**

**SANTIAGO DE QUERÉTARO, QUERÉTARO, 2023**



Dirección General de Bibliotecas y Servicios Digitales  
de Información



Modificación de membranas de acetato de celulosa  
para la desalinización del agua de mar.

**por**

Rosangela Campos Contreras

se distribuye bajo una [Licencia Creative Commons  
Atribución-NoComercial-SinDerivadas 4.0  
Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/).

**Clave RI:** FQLIN-267652



**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE QUERÉTARO**

**FACULTAD DE QUÍMICA**

**“MODIFICACIÓN DE MEMBRANAS DE ACETATO DE  
CELULOSA PARA LA DESALINIZACIÓN DE AGUA DE MAR”**

**TESIS**

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

**INGENIERO QUÍMICO AMBIENTAL**

PRESENTA

**ROSANGELA CAMPOS CONTRERAS**

DIRIGIDA POR

**Dra. CLAUDIA ELENA PÉREZ GARCÍA**

**SINODALES**

**Dra. CLAUDIA ELENA PÉREZ GARCÍA**  
DIRECTOR



---

**Mtra. en IQ. ALICIA DEL REAL LÓPEZ**  
CODIRECTOR



---

**Dr. JOSUÉ DANIEL GARCÍA ESPINOZA**  
SINODAL



---

**DR. JULIO ARMANDO DE LIRA FLORES**  
SINODAL



---

## **AGRADECIMIENTOS:**

Principalmente, a la Facultad de Química de la Universidad Autónoma de Querétaro por mi formación académica. Estoy agradecida por brindarme la oportunidad de estudiar en una de las mejores universidades públicas del país.

En particular agradezco a la Dra. Claudia Elena Pérez García quien me permitió formar parte de su equipo de trabajo, por su grandiosa disposición y por asesorarme académicamente.

A la Mtra. en IQ. Alicia del Real López por su apreciable disposición, por enseñarme cómo usar el microscopio electrónico de barrido, por sus valiosos consejos de redacción e investigación.

A los sinodales, el Dr. Josué Daniel García Espinoza y el Dr. Julio Armando de Lira Flores por sus apreciables correcciones y por la revisión del manuscrito.

A la Dra. María Antonieta Mondragón Sosa (FTIR), la Dra. Beatriz Millán Malo (DRX) y la Dra. Carmen Peza Ledezma (FRX) por sus conocimientos y por el apoyo técnico aportado en sus respectivas áreas de trabajo.

Al Centro de Física Aplicada y Tecnología Avanzada (CFATA) por darme la oportunidad de trabajar mi proyecto en sus instalaciones y hacer uso de ellas.

A todos los docentes de la carrera de Ingeniería Química Ambiental, quienes siempre nos mantuvieron motivados durante el transcurso de la misma y, sobre todo, las increíbles prácticas de campo y de laboratorio.

Al Taller de Ciencias para Jóvenes (2016) Proyecto PAPIME-PE100915: Simiente de investigadores. Por acercarme a la ciencia cuando era una joven de preparatoria y poder conocer este mundo lleno de posibilidades.

## **DEDICATORIAS:**

Con cariño se la dedico a mi familia, a mis padres: Rosa María y Federico y a mis hermanos: Anaí y Abraham, ya que ellos siempre han estado presentes en mis decisiones y proyectos que he realizado en mi vida. Agradezco mucho la compañía, los momentos juntos y la felicidad que me han brindado. Este logro individual nace precisamente por el apoyo de ustedes.

A mis amigos de licenciatura y de preparatoria, especialmente Armando, Richie y Edgar, quienes siempre estuvieron atentos en mi proyecto de investigación, me alentaban a seguir adelante a pesar de las dificultades, sobre todo los momentos gratos con ustedes.

“Learn from yesterday, live for today, hope for tomorrow.

The important thing is not to stop questioning.”

- Albert Einstein.

## ÍNDICE GENERAL

Contenido	
ÍNDICE GENERAL .....	i
ÍNDICE DE FIGURAS.....	iv
ÍNDICE DE CUADROS.....	viii
RESUMEN.....	
<b>1. ANTECEDENTES</b> .....	1
1.1. Composición de mar y razones de la importancia de desalinizar .....	1
1.2. Métodos de desalinización .....	1
1.2.1. Procesos térmicos de desalinización.....	2
1.2.1.1. Destilación multietapa .....	3
1.2.1.2. Destilación multiefecto .....	4
1.2.1.3. Compresión mecánica de vapor.....	5
1.2.1.4. Destilación solar.....	6
1.2.1.5. Congelación .....	7
1.3. Membranas comerciales para la desalinización .....	13
1.3.1. Sistema ósmosis inversa de uso doméstico .....	14
1.3.2. Historia de la membrana de acetato de celulosa.....	15
1.4. Materiales inorgánicos usados por su efecto filtrante .....	15
1.4.1. Zeolitas.....	15
1.4.2. Diatomeas .....	16
1.4.3. Carbón activado .....	16
1.5. Fundamentos de las técnicas de caracterización usadas.....	17
1.5.1. Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier .....	17
1.5.1.1. Técnicas de medición del infrarrojo .....	19
1.5.2. Microscopía electrónica de barrido .....	20
1.5.3. Fluorescencia de rayos X.....	22
1.5.4. Espectroscopia de rayos X.....	23
1.5.5. Índice de refracción.....	24
1.5.6. Conductividad .....	25
<b>2. HIPÓTESIS</b> .....	25
<b>3. OBJETIVOS</b> .....	26

3.1. Objetivo general.....	26
3.2. Objetivos específicos .....	26
<b>4. METODOLOGÍA .....</b>	<b>27</b>
4.1. Materiales .....	27
4.1.1. Matriz de agua de mar.....	27
4.1.2. Membranas.....	27
4.1.3. Cargas inorgánicas.....	27
4.2. Métodos .....	28
4.2.1. Preparación de agua de mar .....	28
4.2.2. Preparación de la solución base de acetato de celulosa .....	28
4.2.3. Preparación de membranas de acetato de celulosa .....	29
4.2.4. Pruebas de desalinización de agua de mar .....	30
4.2.4.1. Medición de la salinidad por refractometría .....	30
4.2.4.2. Medición de la salinidad por conductimetría .....	31
4.2.4.3. Medición del porcentaje de desalinización por diferencia de densidad	32
4.2.5. Caracterización por espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier	33
4.2.6. Caracterización por microscopía electrónica de barrido .....	34
4.2.7. Caracterización por difracción de rayos X.....	34
4.2.8. Caracterización por fluorescencia de rayos X.....	35
4.3. Diseño experimental .....	35
<b>5. RESULTADOS.....</b>	<b>38</b>
5.1. De la caracterización de materia prima .....	38
5.1.1. Membrana comercial.....	38
5.2. Cargas inorgánicas.....	40
5.2.1. Zeolitas.....	40
5.2.2. Diatomeas .....	43
5.2.3. Carbón activado .....	46
5.3. Membrana de acetato de celulosa.....	49
5.4. Pruebas de desalinización .....	51
5.4.1 Cristales incrustados en las membranas.....	55



<b>6. DISCUSIÓN DE RESULTADOS</b> .....	63
<b>7. CONCLUSIONES</b> .....	68
<b>8. PERSPECTIVAS</b> .....	69
<b>9. BIBLIOGRAFÍA</b> .....	70

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura		Página
1	Clasificación de las tecnologías de desalinización. MSF: Destilación multietapa; MED: Destilación multiefecto y MVC: Compresión mecánica de vapor.	2
2	Destilación Flash en multietapas (MSF) para desalinización del mar.	3
3	Procesos de destilación multiefecto.	4
4	Sistema de destilación por termo-compresión de vapor.	5
5	Unidad de destilación solar.	6
6	Procesos de membrana de desalinización.	8
7	Esquemas de los fenómenos de ósmosis directa e inversa.	9
8	Esquema del proceso de electrodiálisis.	13
9	Estructura de la membrana del cartucho de ósmosis inversa.	14
10	Vibraciones características de estiramiento en infrarrojo.	17
11	Algunas vibraciones características en infrarrojo.	18
12	Fundamento físico de la espectroscopia infrarroja.	18
13	Técnica de reflectancia total atenuada (ATR).	19
14	Técnica de transmisión.	19
15	Técnica de reflectancia difusa.	20
16	Producción de radiación característica.	22

17	Representación de la ley de Bragg.	23
18	Representación de la ley de Snell.	24
19	Membrana semipermeable del filtro de uso doméstico de ósmosis inversa.	27
20	Refractómetro de salinidad.	30
21	Pluma de salinidad y conductividad C-100.	32
22	Diagrama experimental de la filtración de agua de océano y pruebas de desalinización por los diferentes métodos.	37
23	Morfología de la membrana comercial. a) Amplificación a 1,000x. b) Amplificación a 10,000x. c) Amplificación a 1,000x. d) Amplificación a 10,000x.	38
24	Espectro infrarrojo de la membrana comercial medido en reflectancia total atenuada (ATR).	39
25	Morfología de las zeolitas. a) Amplificación a 5,000x. b) Amplificación a 20,000x.	40
26	Espectro de difracción de rayos X de las zeolitas.	42
27	Espectro infrarrojo de las zeolitas medido en reflectancia total atenuada (ATR).	43
28	Morfología de las diatomeas. a) Ampliación a 2,000x. b) Ampliación a 3,500x. c) Ampliación a 5,000x. d) Ampliación a 20,000x.	44
29	Espectro infrarrojo de las diatomeas medido en reflectancia total atenuada (ATR).	46
30	Morfología del carbón activado. a) Amplificación a 2,500x. b) Amplificación a 30,000x.	47

31	Espectro infrarrojo del carbón activado medido en reflectancia total atenuada (ATR).	48
32	Morfología de la membrana de acetato de celulosa. a) Amplificación 1,000x. b) Amplificación a 10,000x. c) Amplificación 1,000x. d) Amplificación 10,000x.	49
33	Tamaño aproximado de los poros de la membrana de acetato de celulosa. a) Amplificación a 2,500x. b) Amplificación a 5,000x.	50
34	Espectro infrarrojo del acetato de celulosa medido en reflectancia total atenuada (ATR).	51
35	Comparación del porcentaje de desalinización de las membranas de acetato de celulosa modificadas con carbón activado.	52
36	Comparación del porcentaje de desalinización de las membranas de acetato de celulosa modificadas con diatomeas.	53
37	Comparación del porcentaje de desalinización de las membranas de acetato de celulosa modificadas con zeolitas.	54
38	Promedio de la desalinización respecto a las membranas usadas.	55
39	Membranas de acetato de celulosa modificadas con carbón activado después de la filtración. a) Ac-C Carga 1 %. b) Ac-C Carga 1.25 %. c) Ac-C Carga 1.5 %.	56
40	Membranas de acetato de celulosa modificadas con diatomeas después de la filtración. a) Ac-D Carga 1 %. b) Ac-D Carga 1.25 %. c) Ac-D Carga 1.5 %.	57

41	Membranas de acetato de celulosa modificadas con zeolitas después de la filtración. a) Ac-Z Carga 1 %. b) Ac-Z Carga 1.25 %. c) Ac-Z Carga 1.5 %.	57
42	Morfología de la membrana comercial después de la filtración. a) Amplificación a 500x. b) Amplificación a 1,000x. c) Amplificación a 2,500x. d) Amplificación a 5,000x.	58
43	Morfología de la membrana de acetato de celulosa después de la filtración. a) Amplificación a 500x. b) Amplificación a 1,000x. c) Amplificación a 2,500x. d) Amplificación a 5,000x.	59
44	Morfología de la membrana de Ac-C Carga 1.25 % después de la filtración. a) Amplificación a 500x. b) Amplificación a 1,000x. c) Amplificación a 2,500x. d) Amplificación a 5,000x.	60
45	Morfología de la membrana de Ac-D Carga 1.5 % después de la filtración. a) Amplificación a 500x. b) Amplificación a 1,000x. c) Amplificación a 2,500x. d) Amplificación a 5,000x.	61
46	Morfología de la membrana de Ac-Z Carga 1.5 % después de la filtración. a) Amplificación a 500x. b) Amplificación a 1,000x. c) Amplificación a 2,500x. d) Amplificación a 5,000x.	62

## ÍNDICE DE CUADROS

Cuadro		Página
1	Materiales poliméricos comunes utilizados en la preparación de membranas para microfiltración.	10
2	Materiales poliméricos usados en la preparación de membranas para ultrafiltración.	11
3	Materiales poliméricos usados en la preparación de membranas para nanofiltración.	12
4	Composición de la salinidad del agua de mar.	28
5	Preparación de las membranas de acetato de celulosa porcentaje en masa.	36
6	Composición elemental de las zeolitas.	41
7	Composición elemental de las diatomeas.	45
8	Composición elemental del carbón activado.	47

## RESUMEN

La crisis hídrica de agua potable es uno de los desafíos más serios en la actualidad. La desalinización del agua de mar es considerada una alternativa al abastecimiento de agua potable. Dentro de los métodos de desalinización se dividen en térmicos y de membrana. Éstos últimos han tenido auge debido al desarrollo de la tecnología de ósmosis inversa. Previamente, se han realizado membranas de diferente composición polimérica; pero la membrana que marcó historia fue la membrana de acetato de celulosa, que fue la primera en usarse con éxito en la desalinización del agua de mar. En este trabajo, con el objetivo de observar una mejoría en la desalinización del agua de mar, se modificó la superficie de la membrana de acetato de celulosa dispersándole con zeolitas de tipo mullita y cristoballita, carbón activado y tierra de diatomeas, materiales que han sido usados previamente para la purificación del agua. El porcentaje de desalinización del agua de mar se evaluó mediante los métodos de índice de refracción, conductividad eléctrica y diferencia de densidad. Los valores obtenidos se contrastaron con una membrana comercial de ósmosis inversa. Las membranas y las cargas inorgánicas fueron caracterizadas por microscopía electrónica de barrido (MEB), espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), difracción de rayos X (DRX) y fluorescencia de rayos X (FRX). La membrana que obtuvo el mejor porcentaje de remoción de sales fue la de Acetato de celulosa-Carbón activado a una carga de 1.25 % con un 8.59 % de desalinización.

## 1. ANTECEDENTES

### 1.1. Composición de mar y razones de la importancia de desalinizar

El agua dulce es un recurso fundamental para la vida y el desarrollo económico de las poblaciones, representa únicamente el 2.5 % del total del agua en el planeta, la mayor parte está congelada en glaciares y casquetes glaciares. La escasez de agua potable es uno de los retos más serios de nuestros tiempos, debido al crecimiento poblacional, la industrialización, la contaminación de los recursos de agua potable y el cambio climático (Elimelech & Phillip, 2011). Por lo tanto, es necesario contar con alternativas para aprovechar el agua disponible de los océanos, por ser la fuente más abundante de agua en el planeta (97 %) (Grueso-Domínguez y col., 2019). Por peso, el agua de mar es 96.5 % de agua y 3.5 % de sustancias disueltas, las cuales la mayoría son sales de diferentes tipos (Garrison & Ellis, 2016). Sin embargo, para ser utilizada se requiere desalinizar. México es considerado un país con baja disponibilidad de agua, debido principalmente a su extensión territorial, ya que la concentración de los recursos hídricos se localiza en el sur del país, mientras que la principal actividad industrial se realiza en el norte, que presenta condiciones de escasez (CONAGUA, 2017), por lo que resulta relevante desarrollar nuevos métodos para desalinizar este recurso natural.

### 1.2. Métodos de desalinización

Aunque existen varias tecnologías para desalinizar el agua de mar, éstas requieren un elevado consumo de energía. Por ello, es necesario el desarrollo de tecnologías de desalinización que no consuman tanta energía, ya que, como sabemos, el consumo energético en términos de cambio climático también es una preocupación (IPCC, 2008).

Existen tecnologías convencionales para la desalinización, y éstas se pueden dividir en: térmicos y de membrana (Figura 1). El grupo de procesos térmicos está formado por las técnicas que requieren la adición o sustracción de calor para realizar



la separación y así obtener agua dulce. Un principio físico para la adición de calor es la evaporación, la cual se utiliza generalmente para generar agua pura en forma de vapor a partir de agua salada. El vapor se condensa y el calor de condensación se reutiliza en el precalentamiento de la corriente de alimentación o para la generación de más vapor (Micale y col., 2009). Los procesos de membrana son aquellos en los que la separación de especies se realiza gracias a la presencia y acción de una membrana semipermeable selectiva.

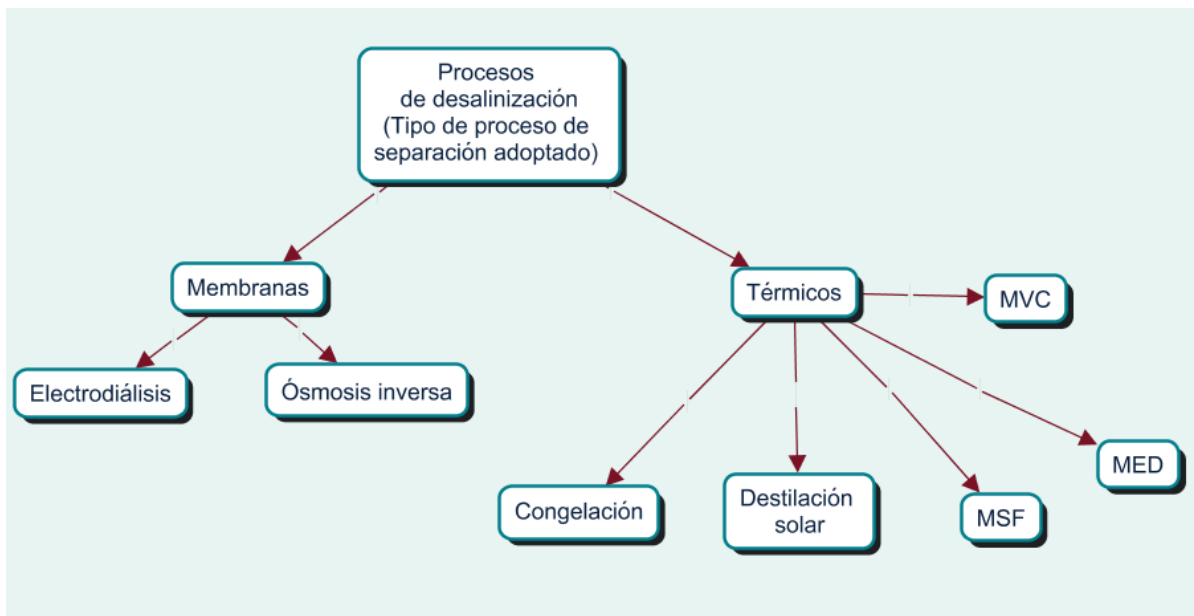


Figura 1. Clasificación de las tecnologías de desalinización. MSF: Destilación multietapa; MED: Destilación multiefecto y MVC: Compresión mecánica de vapor. Modificado de Micale y col., 2009.

### 1.2.1. Procesos térmicos de desalinización

Los procesos térmicos más comunes de desalinización son:

- destilación Flash en multietapas
- destilación de multiefecto
- destilación solar
- compresión mecánica del vapor
- congelación

### 1.2.1.1. Destilación multietapa

El proceso de destilación Flash multietapa (MSF) tiene su fundamento en el principio de la destilación flash la cual ocurre de manera instantánea o súbita (Figura 2). El agua de mar se precalienta en un recipiente hasta una temperatura ligeramente inferior a la de saturación, y luego se lleva a un recipiente donde se disminuye la presión, generando una disminución del punto de ebullición del agua para que ésta se evapore y luego se condense, obteniendo así agua pura. El calor liberado en el proceso de condensación, al igual que en la destilación multiefecto (MED), es aprovechado, y se utiliza para el calentamiento de la salmuera en otra etapa (Shatat & Riffat, 2012).

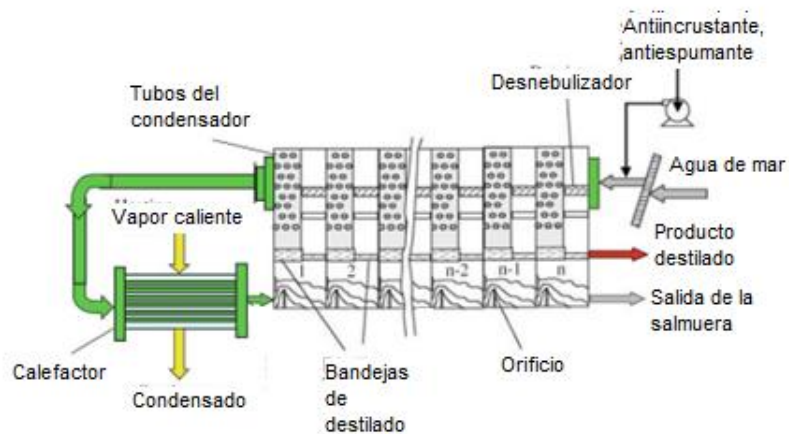


Figura 2. Destilación Flash en multietapas (MSF) para desalinización del mar. Modificado de Cipollina y col., 2009.

Entre las múltiples ventajas de este proceso termal destaca la sencillez de construir y de operar. Además, no tienen partes móviles excepto las bombas convencionales e incorporan una pequeña cantidad de tuberías de conexión. Las plantas operativas que usan temperaturas más altas (más de 1158 °C) mejoran su eficiencia, pero causa problemas de escala donde las sales como el sulfato de calcio ( $\text{CaSO}_4$ ) se precipitan en las superficies de los tubos y crean problemas térmicos y mecánicos como la obstrucción de los tubos (Shatat & Riffat, 2012).

A pesar de que este proceso termal es muy sencillo de operar, se considera un proceso intensivo de energía que requiere energía tanto térmica como mecánica, en síntesis, consume grandes cantidades de energía.

### 1.2.1.2. Destilación multiefecto

La tecnología de destilación multiefecto (MED) consiste en una serie de evaporadores que funcionan bajo el principio de evaporación y condensación, reduciendo la presión de ambiente en cada uno de los efectos (Figura 3). Los efectos o evaporadores se ponen en serie, y a medida que el agua avanza por cada uno de ellos, la corriente de alimentación alcanza su punto de ebullición sin necesidad de suministrar calor adicional después del primer evaporador (Fajardo Cadena, 2018).

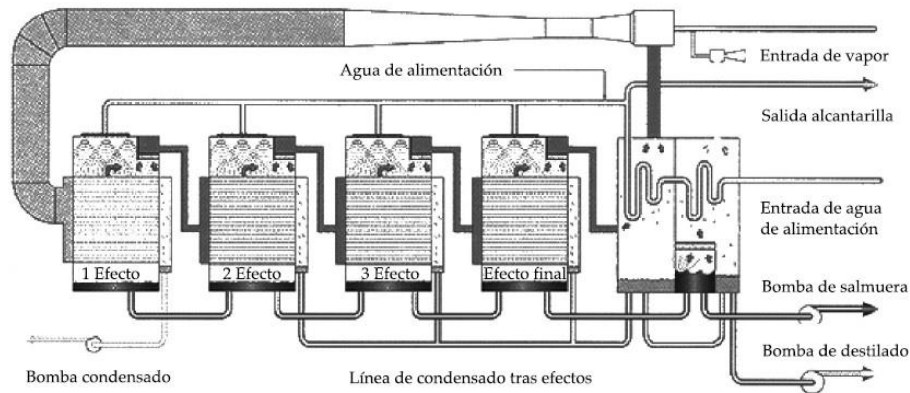


Figura 3. Procesos de destilación multiefecto. Fuente: Dévora-Isiordia y col., 2012.

A diferencia del MSF, el consumo de energía por el MED es menor, lo que es una ventaja muy conveniente. De igual manera, la eficiencia del rendimiento en plantas MED es superior al de las plantas MSF. De modo que el proceso MED es más eficiente que el proceso MSF en términos de transferencia de calor y costo de producción de agua dulce (Shatat & Riffat, 2012).

Sin embargo, una desventaja del proceso MED es que se necesitan productos químicos anticalcáreos para evitar la formación de incrustaciones en la superficie

interna del evaporador. Así como un inconveniente encontrado en este proceso es la alta complejidad operativa (Fajardo Cadena, 2018).

### 1.2.1.3. Compresión mecánica de vapor

En las plantas industriales de compresión mecánica de vapor (MVC), existen tres secciones importantes: un compresor o eyector, un evaporador que puede ser de una o varias etapas y un intercambiador de calor líquido/líquido (María-Sánchez y col., 2009). Estas plantas funcionan bajo el principio de disminuir la temperatura de ebullición al reducir la presión (Fajardo Cadena, 2018).

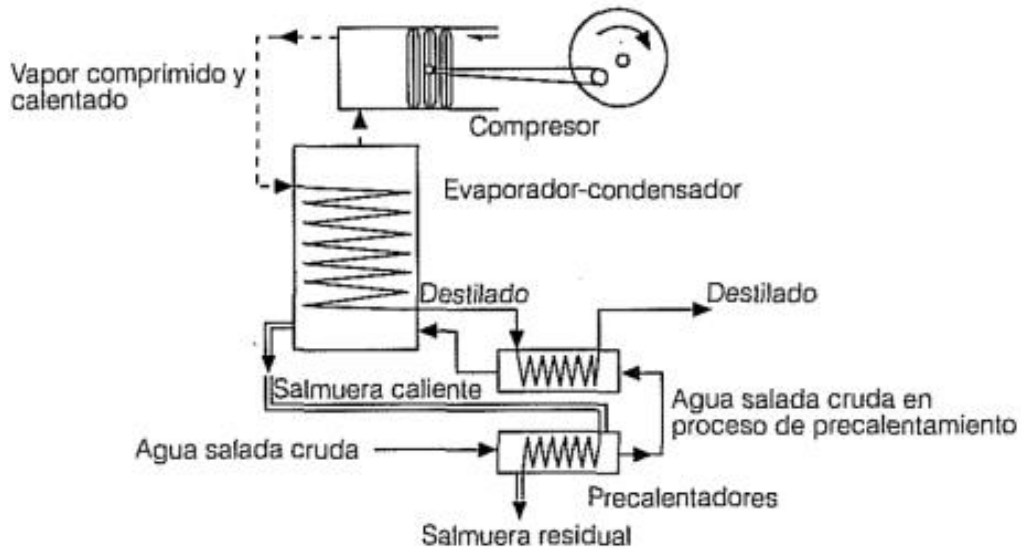


Figura 4. Sistema de destilación por termo-compresión de vapor. Tomado de Arreguín & Martín, 2000.

Existen dos equipos para llevar a cabo este proceso: el compresor mecánico y el chorro de vapor o térmico. Su fin es el mismo, comprimen el vapor de agua para que esta se condense y genere el calor suficiente para impulsar la evaporación del agua de mar presente en el evaporador. El compresor mecánico genera un vacío en el evaporador, para posteriormente comprimir el vapor formado en este y condensarlo dentro de un haz de tubos que atravesarán el evaporador (Figura 4). El agua de mar se dispersa mediante un rocío sobre la superficie externa del haz de

tubos, y se evapora debido al intercambio de calor entre los fluidos presentes al exterior y al interior del tubo. Por lo general, el compresor mecánico es propulsado gracias a energía eléctrica (Fajardo Cadena, 2018).

Algunas ventajas de la MVC son la simplicidad y la fiabilidad de su funcionamiento, lo que resulta en una unidad atractiva para unidades de desalinización a pequeña escala. Otra ventaja, es la baja temperatura de funcionamiento, la cual oscila debajo de 70 °C, lo que reduce la formación de incrustaciones y la corrosión del tubo (Shatat & Riffat, 2012). Por el contrario, una desventaja de la MVC, es el alto requerimiento de energía eléctrica para realizar la separación de sales (Shaffer y col., 2013).

#### 1.2.1.4. Destilación solar

Las unidades de destilación solar se usan para eliminar las sales del agua. El diseño consiste en un canal poco profundo, que consiste en un sistema cerrado que asemeja a un invernadero. Con ello, el agua se evapora de la salmuera y se condensa en un plato sobre el canal que colecta el agua sin las sales (Figura 5). Para tener una unidad de destilación solar de alta eficiencia, se debe tener una radiación solar alta, una temperatura alta del aire y una velocidad baja del viento. De igual forma se debe contar con una superficie baja del condensador (Daniels, 1975).

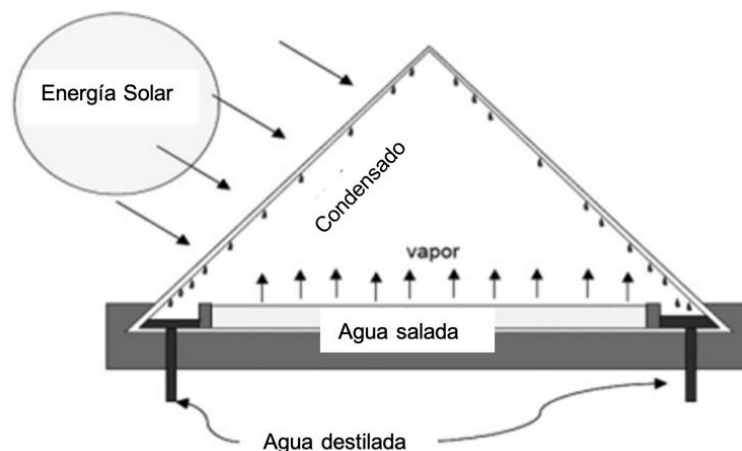


Figura 5. Unidad de destilación solar. Modificado de Miller, 2003.

Algunas ventajas de las unidades de destilación solar son el bajo costo, el sistema de bajo mantenimiento y el inexistente costo energético. De modo que pueden utilizarse en los hogares y ampliar su uso a través de enfoques de programación (Fajardo Cadena, 2018).

Una desventaja es la velocidad baja de destilación, 6 litros de agua por día soleado (Hancock, 2021). Por otra parte, el flujo de desechos del proceso de destilación debe ser eliminado de manera correcta, pues resulta en una fuente potencial de contaminación ambiental debido a las altas concentraciones de sales y residuos; por último, la energía solar está disponible solamente durante el día (Hancock, 2021).

#### 1.2.1.5. Congelación

Otro método utilizado para la desalinización es la congelación, en este proceso las sales disueltas se excluyen durante la formación inicial de los cristales de hielo. El agua de mar, puede desalinizarse enfriando en condiciones controladas hasta llegar a la temperatura de congelación y de esta forma las sales disueltas forman cristales adheridos a la superficie del hielo formado; antes de que toda la masa de agua se haya congelado, la mezcla se lava y se enjuaga para eliminar las sales depositadas en el hielo. Posteriormente el hielo se funde para producir agua dulce (Buros, 2000).

En teoría, la congelación tiene muchas ventajas con respecto a la destilación, que ha sido el proceso de desalinización predominante, entre las que se incluyen una menor necesidad de energía y una mínima formación de incrustaciones y precipitaciones. La desventaja mecánica de la mezcla de agua y hielo, es difícil de mover y procesar (Ruíz-Mazón, 2001).

#### 1.2.2. Tecnologías de membranas para desalinización

Las membranas suelen clasificarse sobre la base de las fuerzas impulsoras aplicadas (Figura 6). Centrándonos sólo en las operaciones de membrana usadas para la desalinización (Cipollina y col., 2009); se pueden definir las siguientes:

- La ósmosis inversa (RO), la nanofiltración (NF), la ultrafiltración (UF) y la microfiltración (MF) son procesos de membrana que utilizan una diferencia de presión.
- La electrodiálisis es un proceso inducido por potencial eléctrico.
- La destilación de membranas (MD) y la cristalización de membranas (MCR) son procesos de membrana controladas por temperatura.

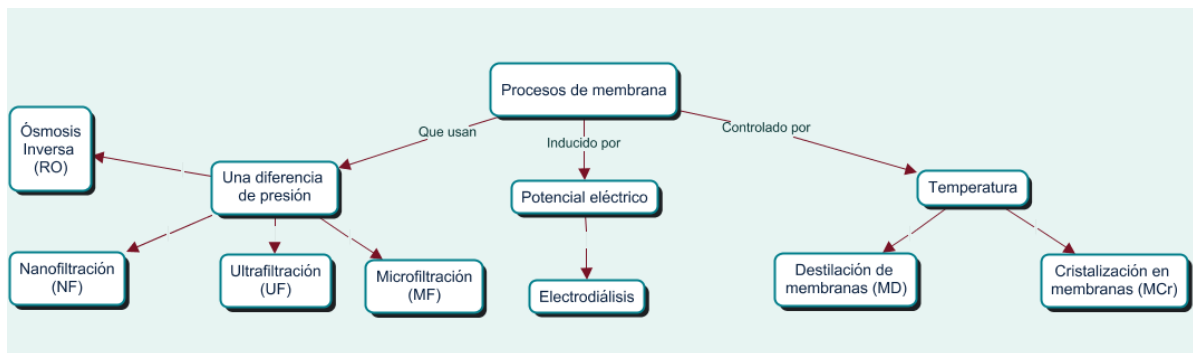


Figura 6. Procesos de membrana de desalinización.

### 1.2.2.1. Ósmosis directa e inversa

El fenómeno de la ósmosis es el proceso fisicoquímico de las soluciones, donde las moléculas del solvente tienden a pasar a través de una membrana semipermeable de una solución menos concentrada a otra más concentrada, igualando así las concentraciones a cada lado de la membrana. Mientras que la ósmosis inversa es un proceso por el cual un disolvente atraviesa una membrana semipermeable en dirección opuesta a la de la ósmosis natural cuando se somete a una presión hidrostática superior a la presión osmótica (María-Sánchez, y col., 2009). La diferencia entre la ósmosis y la ósmosis inversa se puede examinar en la figura 7.

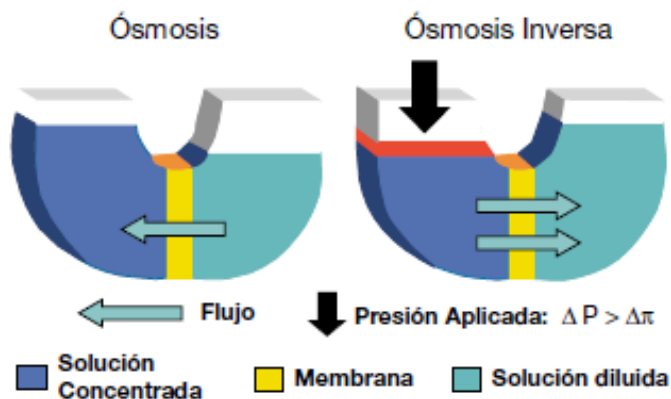


Figura 7. Esquemas de los fenómenos de ósmosis directa e inversa. Fuente: María-Sánchez, y col., 2009.

Las ventajas del proceso de ósmosis inversa son muchas, en primer lugar, es que los problemas de corrosión son significativamente menores en comparación a los procesos térmicos como el MSF y el MED debido a las condiciones de temperatura ambiente (Shatat & Riffat, 2012). Los inconvenientes de este proceso son: el ensuciamiento de membranas por la formación de colonias de microorganismos y el requerimiento de grandes cantidades de agua, ya que sólo recuperan del 5 al 15 % del agua de alimentación que entra al filtro (Shatat & Riffat, 2012).

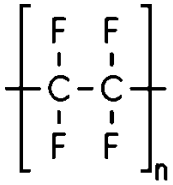
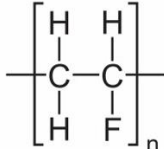
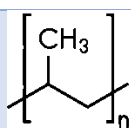
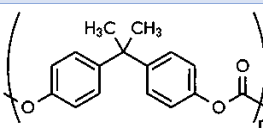
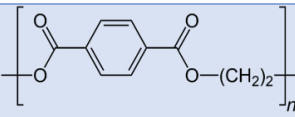
#### 1.2.2.2. Microfiltración

Se realiza con membranas hidrofóbicas microporosas que tienen un tamaño de poro en el rango de 0.1 a 10 $\mu$ m, y se preparan comúnmente por estiramiento e inversión de fase (Curcio & Driolli, 2009). Separa partículas de un tamaño entre 0.05 y 10  $\mu$ m, trabajando con presiones entre 0.5 y 3 bar (Solís y col., 2016). Tienden a rechazar únicamente microorganismos, permite la separación y el tratamiento eficaces de suspensiones coloidales (Aliyu y col., 2018).

El tipo de polímeros frecuentemente usados y sus principales características como material para membranas microporosas se describen en el Cuadro 1.



Cuadro 1. Materiales poliméricos comunes utilizados en la preparación de membranas para microfiltración. Modificado de Cipollina y col., 2009.

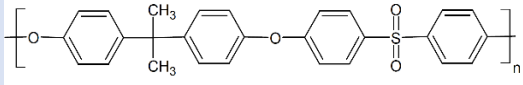
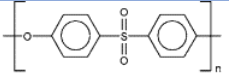
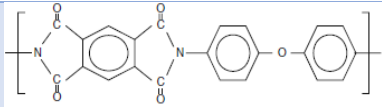
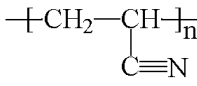
Polímero	Fórmula	Propiedades
Politetrafluoroetileno (PTFE)		Resiste altas temperaturas y tiene una gran resistencia química (ácidos), no puede ser irradiado, inherentemente hidrofóbico.
Fluoruro de polivinilideno (PVDF)		Tiene una gran resistencia a altas temperaturas, inherentemente hidrofóbico.
Polipropileno (PP)		Químicamente resistente; hidrofóbico.
Polycarbonato (PCA)		Alta resistencia en húmedo/seco; propiedades mecánicas apropiadas para el método de preparación de grabado de huellas.
Tereftalato de polietileno (PET)		Propiedades mecánicas apropiadas para el método de preparación de grabado de huellas.

### 1.2.2.3. Ultrafiltración

Es una membrana de poros muy finos cuyo rango está entre 10-1000 Å y su principal función es separar macromoléculas y coloides de una corriente líquida (Solís y col., 2016). La disponibilidad de membranas químicamente resistentes y bien establecidas, capaces de trabajar en las duras condiciones de proceso es de gran importancia para las operaciones de ultrafiltración. Las membranas de ultrafiltración generalmente se preparan por inversión de fase (Curcio & Driolli, 2009). Pueden rechazar bacterias y supermoléculas solubles, se utiliza para separar o tratar soluciones/suspensiones de tamaño molecular moderado (Aliyu y col., 2018).

Los polímeros más usados para la ultrafiltración se muestran en el Cuadro 2.

Cuadro 2. Materiales poliméricos usados en la preparación de membranas para ultrafiltración. Modificado de Cipollina y col., 2009.

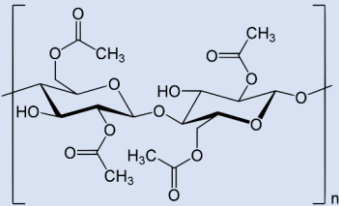
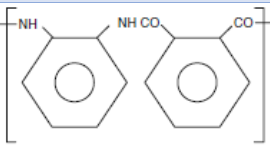
Polímero	Fórmula	Propiedades
Polisulfona (PSU)		Resistente a cambios de pH y de temperatura.
Polietersulfona (PES)		Alta térmica y estabilidad química.
Poliimida (PI)		Excelente estabilidad térmica; buena resistencia química.
Poliacrilonitrilo (PAN)		Altamente cristalino, relativamente hidrofílico, alta resistencia a la hidrólisis y oxidación.

#### 1.2.2.4. Nanofiltración

Es un proceso de separación que usa membranas con un diámetro de poro inferior a 0.001  $\mu\text{m}$  (1 nm). Retiene lactosa y otros componentes de gran tamaño, permitiendo permear solo iones minerales monovalentes y agua (de Carvalho & Maubois, 2010). Los polímeros que más se han utilizado tanto para la ósmosis inversa como para la nanofiltración son acetato de celulosa (históricamente, la primera probada con éxito y que todavía al día de hoy, domina el mercado por su bajo costo) y la poliamida aromática (Curcio & Driolli, 2009).

Los polímeros más usados para la nanofiltración se examinan en el Cuadro 3.

Cuadro 3. Materiales poliméricos usados en la preparación de membranas para nanofiltración como para la ósmosis inversa. Modificado de Cipollina y col., 2009.

Polímero	Fórmula	Propiedades
Acetato de celulosa	 <p>The diagram shows the repeating unit of cellulose acetate. It consists of two glucose rings linked by an oxygen atom. Each glucose ring has an acetate group (-O-C(=O)-CH<sub>3</sub>) attached to it. The entire unit is enclosed in brackets with a subscript 'n'.</p>	Muy hidrofílico; sensible a la temperatura y degradación química, baja resistencia a la tensión.
Poliamida aromática	 <p>The diagram shows the repeating unit of an aromatic polyamide. It consists of two benzene rings linked by an amide group (-NH-CO-). The entire unit is enclosed in brackets with a subscript 'n'.</p>	Hidrofílico, buena resistencia a los solventes.

#### 1.2.2.5. Electrodialisis

La electrodiálisis (ED) es un proceso de membrana, que utiliza membranas semipermeables selectivas iónicamente (polielectrolitos) y la aplicación de un potencial eléctrico. Al aplicar el potencial eléctrico los iones migran hacia el ánodo y al cátodo dependiendo de su carga, los cationes o los aniones, atraviesan o se retienen en la membrana correspondiente. Lo que significa básicamente que los iones positivos o los iones negativos fluyen a través de ellas (María-Sánchez, y col., 2009).

Una pila de electrodiálisis está compuesta por un cátodo, un ánodo, y un conjunto de pares de membranas de intercambio iónico (una membrana aniónica y una catiónica), alternándose el tipo de carga (Curcio & Driolli, 2009). Los espacios entre las membranas generan pequeños compartimientos de soluciones concentradas y diluidas, (Figura 8).

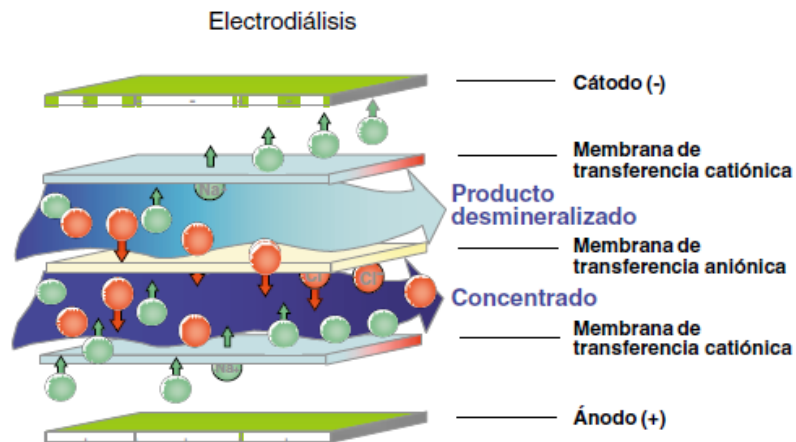


Figura 8. Esquema del proceso de electrodiálisis. Fuente: María-Sánchez, y col., 2009.

Las ventajas del proceso de electrodiálisis, comparada a la de ósmosis inversa, es la baja necesidad de utilizar productos químicos para el pretratamiento (Buros, 2000) y así como tratar una mayor concentración de sólidos suspendidos en el agua de alimentación (Shatat & Riffat, 2012).

Desafortunadamente, una de las desventajas que se encuentran en este proceso es que la desalinización de agua con concentraciones de sólidos disueltos superiores a 30 g/L, como el agua de mar, es posible, pero es no económicamente viable (Kalogirou, 2005).

### 1.3. Membranas comerciales para la desalinización

El rendimiento final de una membrana de desalinización depende de los materiales con las que están hechas, en los que la composición de la membrana juega un rol importante para determinar propiedades importantes como el rechazo de las sales, la propensión al ensuciamiento, la resistencia mecánica y la reactividad (Goh y col., 2016). Los procesos actuales de membrana utilizan materiales poliméricos actuales como las membranas de poliamida y triacetato de celulosa para la ósmosis directa y la ósmosis inversa. Otras tecnologías como la destilación por membrana utilizan el politetrafluoroetileno (PTFE) y el fluoruro de polivinilideno (PVDF) (Daer y col., 2015).

### 1.3.1. Sistema ósmosis inversa de uso doméstico

Es un sistema de filtración de agua que funciona mediante el uso de la presión que conduce el agua por una serie de membranas semipermeables, desde una solución menos concentrada a una solución más salina para equilibrar las concentraciones.

Para lograr la ósmosis inversa se aplica una presión para vencer la presión osmótica, que es una propiedad coligativa producida por diferencias de potencial químico del solvente, un parámetro termodinámico. El resultado es que la disolución es retenida del lado presurizado de la membrana y el solvente puro puede pasar al otro lado.

Los filtros comerciales de uso doméstico están conformados por varias capas de membranas semipermeables separadas por mallas y empaquetada alrededor de un tubo plástico con perforaciones para permitir el flujo del agua (Figura 9).

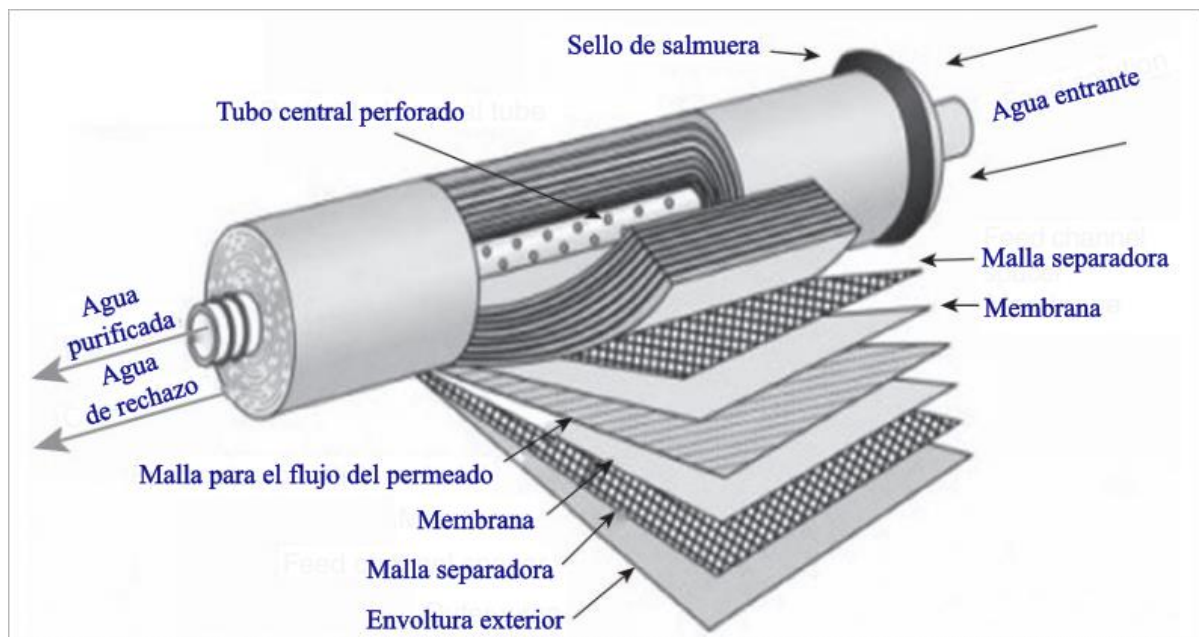


Figura 9. Estructura de la membrana del cartucho de ósmosis inversa. Modificado de Maynard & Whapham, 2020.

### 1.3.2. Historia de la membrana de acetato de celulosa

En 1865, el químico francés Paul Schützenberger descubrió que la celulosa reacciona con el anhídrido acético para formar acetato de celulosa. Los químicos alemanes Arthur Eichengrün y Theodore Becker inventaron las primeras formas solubles de acetato de celulosa en 1903. Mientras que la primera membrana de este polímero fue hecha por Brown entre la década de 1910 (Shibata, 2004). En 1920, Zsigmondy y Bachmann, Ferry y Elford hicieron importantes avances en membranas de ultrafiltración y microfiltración a escala piloto (Solís y col., 2016). En 1950 Gerald Hassler introdujo el primer concepto de la desalinización del agua empleando membranas (Cohen & Glater, 2010). En 1958, Sidney Loeb y Srivasa Sourirajan comenzaron a trabajar en un proyecto conjunto sobre membranas y dos años después presentaron la primera membrana asimétrica de acetato de celulosa.

## 1.4. Materiales inorgánicos usados por su efecto filtrante

### 1.4.1. Zeolitas

Las zeolitas son un grupo de minerales hidratados, formados básicamente por óxidos de silicio (Si) y aluminio (Al), y otros elementos (Na, K, Ca), su estructura cristalina es tetraédrica donde en los vértices se encuentran los átomos de oxígeno compartidos y en el centro se ubica el Si o el Al. Los átomos tetravalentes de Al producen una carga neta negativa en la estructura de las zeolitas que se compensa con cationes fuera de ella como el Na, el K o el Ca, estos cationes pueden ser intercambiables, de ahí la propiedad de intercambio iónico. Esta conformación molecular genera canales y cavidades regulares de dimensiones moleculares proveyéndole una microporosidad. El intercambio iónico y la selectividad a los cationes de la zeolita depende de varios factores: la estructura de la zeolita, la topología y la densidad de la carga de la red, así como la naturaleza y la

concentración de los cationes en solución, los aniones asociados a los cationes en solución y la temperatura (Curi y col., 2006).

#### 1.4.2. Diatomeas

La tierra de diatomea es un material constituido por las frústulas de diatomeas fosilizadas, las diatomeas son un grupo de algas unicelulares más comunes de fitoplancton. Una característica especial de este tipo de algas es que se hallan rodeadas por una pared celular hecha dióxido de silicio hidratado, llamada frústula. Estas frústulas muestran una amplia variedad de formas, pero generalmente está formada de dos partes asimétricas con una división entre ellas. Los usos más generalizados de la tierra de diatomeas son: como fertilizante en tierras para cultivo, insecticida en plantas y animales, eliminación de metales pesados o hidrocarburos; al ser un producto natural, es inocuo y no presenta riesgos para la salud o contaminación (Sánchez, 2020).

#### 1.4.3. Carbón activado

El carbón activado es un alótropo del elemento carbono. Los alótropos son moléculas formadas por un solo elemento y que tienen distinta estructura cristalina o molecular. El carbón activado es un material altamente poroso y cristalino de carbón que se fabrica por carbonización de materiales orgánicos naturales con ayuda de un proceso de activación pudiendo ser activación física o química. En la química, la materia prima se trata con vapor o compuestos químicos, de forma que se consigue una estructura porosa (Ospina-Guarín y col., 2014). Presenta una gran área superficial por lo que le da sus propiedades absorbentes. Los usos del carbón activado son bien conocidos: en la extracción de metales, en la purificación de agua potable, en medicina para casos de intoxicación, en el tratamiento de aguas residuales, en máscaras antigás, en filtros de purificación y en controladores de emisiones de automóviles, entre otros muchos usos.

## 1.5. Fundamentos de las técnicas de caracterización usadas

En el presente trabajo se utilizó espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) y microscopia electrónica de barrido (MEB) para conocer la composición y morfología de la membrana comercial. Para evaluar las cargas inorgánicas utilizadas (carbón activado, zeolitas y diatomeas) se utilizó espectroscopía de rayos X, fluorescencia de rayos X, FTIR y MEB para caracterizar las cargas utilizadas. Para medir el grado de desalinización se utilizó índice de refracción y conductividad de las soluciones filtradas. Finalmente se utilizó microscopía óptica y MEB para obtener imagen de los cristales de las sales retenidas en las membranas después del filtrado.

### 1.5.1. Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier

La espectroscopia es el estudio de la interacción de las ondas electromagnéticas con la materia. La radiación electromagnética puede interaccionar consigo misma y con la materia dando lugar a fenómenos como refracción, dispersión, reflexión, transmisión y difracción. De acuerdo con el intervalo de las longitudes de onda infrarroja utilizadas se puede dividir en: infrarrojo cercano (12820 nm a 4000 nm), infrarrojo medio (400 nm a 4000 nm), infrarrojo lejano (400 nm a 33 nm). La energía de la longitud de onda de estas zonas infrarrojo genera vibraciones moleculares.

Una molécula que es irradiada con una longitud de onda infrarroja absorbe la energía asociada a esta longitud, experimentando un cambio neto en el momento dipolar de las moléculas, dando como resultados movimientos vibratorio o rotatorio. Las vibraciones características en infrarrojo se ilustran en las figuras 10 y 11.

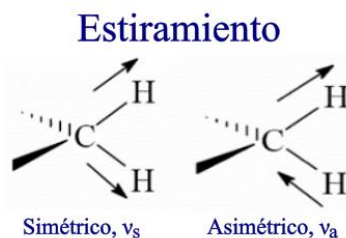


Figura 10. Vibraciones características de estiramiento en infrarrojo.



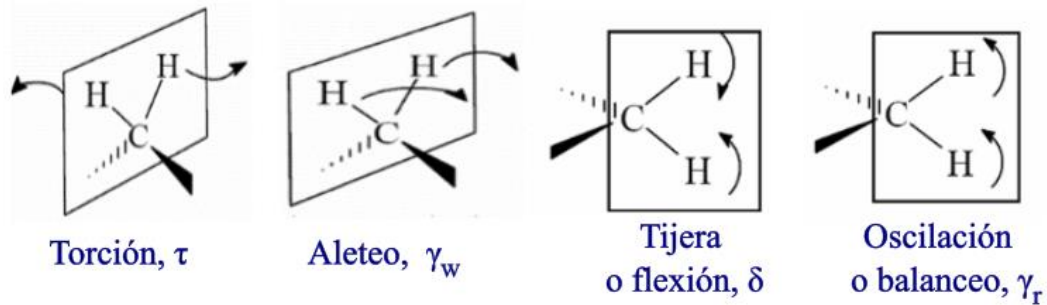


Figura 11. Algunas vibraciones características en infrarrojo.

La espectroscopia infrarroja (IR) es una técnica de absorción, en la que se compara la intensidad de la energía transmitida (después de la absorción) con la intensidad del haz incidente. La transformada de Fourier es una operación matemática que convierte una función al dominio de la frecuencia.

Con la información adquirida durante el proceso de absorción en función de la longitud de onda se recopila en un espectro de IR (Figura 12).

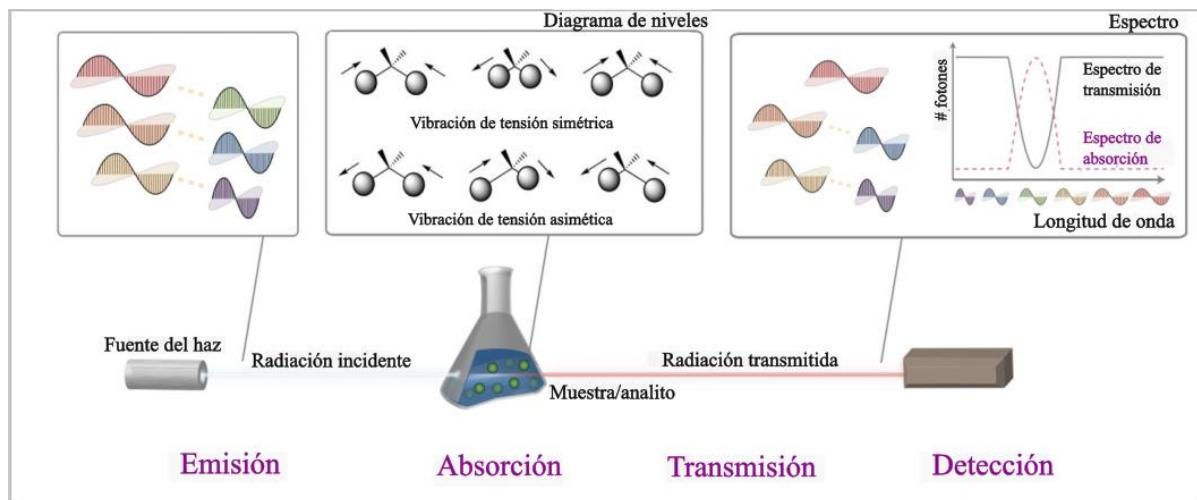


Figura 12. Fundamento físico de la espectroscopia infrarroja. Modificado de Chui, 2011.

### 1.5.1.1. Técnicas de medición del infrarrojo

- Reflectancia total atenuada

La reflectancia total atenuada es una técnica de medición de infrarrojo en la cual la muestra es colocada sobre la superficie del cristal de diamante y se hace incidir un haz infrarrojo a un ángulo determinado, el haz incidente sufre una reflexión dentro del cristal, enviando el haz hacia la superficie inferior de la muestra que está colocada sobre éste. Al interactuar con la muestra él nuevamente sufre una reflexión interna. Esto lo repite varias veces hasta salir del cristal y es recibido por un detector (Figura 13).

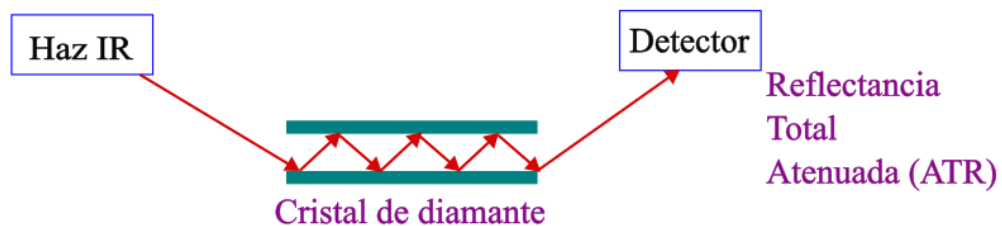


Figura 13. Técnica de reflectancia total atenuada (ATR).

- Transmisión

Un haz infrarrojo atraviesa a una muestra y es medido por un detector (Figura 14).

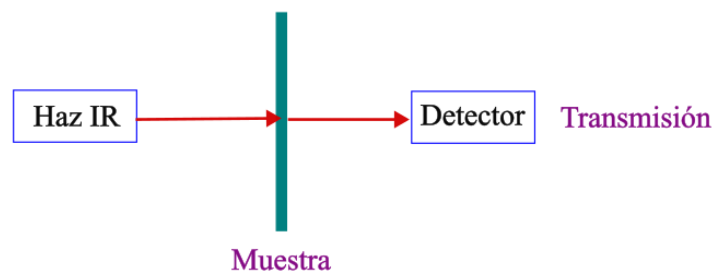


Figura 14. Técnica de transmisión.

- Reflectancia difusa

El haz infrarrojo incide sobre la superficie de la muestra granular, las partículas generan una dispersión del haz y que es captado por un detector (Figura 15).

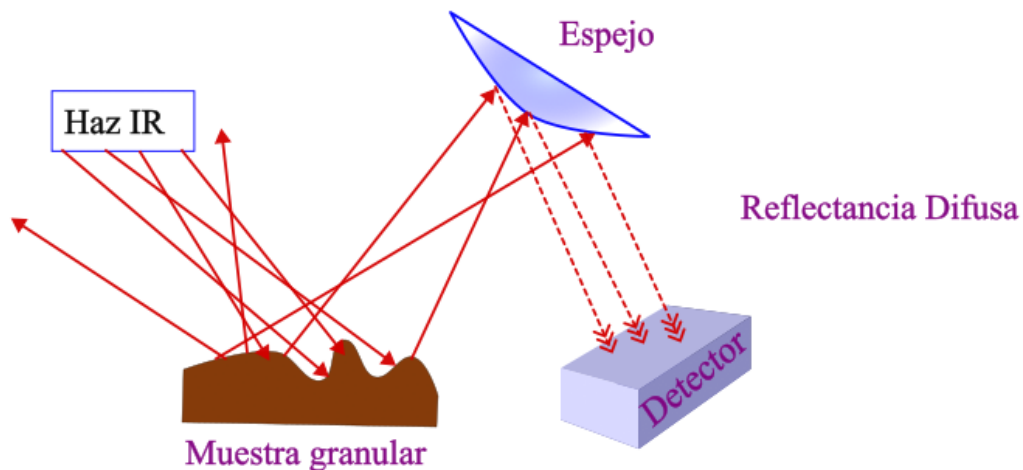


Figura 15. Técnica de reflectancia difusa.

### 1.5.2. Microscopía electrónica de barrido

Es una técnica de microscopía que utiliza un haz de electrones para aumentar la imagen. Los electrones son generados al pasar una corriente de alto voltaje sobre un filamento, éstos tendrán una longitud de onda determinada por el voltaje de aceleración aplicado al filamento. Son dirigidos por un sistema de lentes electromagnéticas que logra producir un haz electrónico delgado y enfocarlo sobre el espécimen (Vázquez-Nin & Echeverría-Martínez, 2000).

Las partes esenciales del microscopio electrónico de barrido son: el sistema de vacío, la columna de electrones, la cámara portamuestras y el sistema de adquisición (detectores) y procesamiento de imágenes. El haz de electrones incidente interactúa con la materia generando ionización en un átomo dando como resultado la liberación de varios tipos de emisiones como serían:

- **Electrones retrodispersos:** son electrones provenientes del haz incidente que son dispersados por la muestra y proyectados fuera de ésta, la producción de estos electrones es directamente proporcional al número atómico. Se obtienen imágenes con contraste, las zonas formadas por elementos ligeros aparecerán más oscuras mientras que las zonas que contienen elementos pesados más claras.
- **Electrones secundarios:** son electrones extraídos de las capas electrónicas de los átomos de la muestra por la interacción de los electrones del haz incidente con la banda de conducción de los electrones de los átomos de la muestra, se obtiene imágenes topográficas.
- **Rayos X:** se emite cuando un electrón de una capa superior ocupa el lugar de un electrón emitido. Estos rayos X son característicos para cada elemento.

Todas estas emisiones requieren de un detector específico.

La generación de la imagen MEB se lleva a cabo al barrer horizontalmente con el haz de electrones la muestra, los electrones y los rayos X emitidos por la muestra son captados por un detector específico. El detector envía la señal eléctrica a un fotomultiplicador y procesa la imagen.

### 1.5.3. Fluorescencia de rayos X

La fluorescencia de rayos X es un método analítico para determinar la composición química de todo tipo de materiales. El método es rápido, exacto y no-destructivo, y usualmente requiere de un mínimo de preparación de muestra (Brouwer, 2013).

Los espectrómetros pueden ser divididos en dos grupos principales: sistemas dispersivos de energía (ED-FRX) y sistemas de dispersión de longitudes de onda (WD-FRX). Para este trabajo, se utilizó un espectrómetro dispersivo de energía y el intervalo elemental para este tipo de espectrómetro incluye del sodio al uranio.

Cuando las ondas electromagnéticas de alta energía se hacen incidir en la materia, la energía al interactuar con los átomos puede generar la extracción de un electrón de una capa interna. Esto genera en el átomo un estado excitado o ionización, generando una vacancia en esta capa. La desexcitación puede ocurrir cuando un electrón de una capa exterior se mueve para ocupar el espacio vacío (Figura 16). Esto genera la emisión de rayos x característicos del elemento, así como rayos x continuo.

La espectroscopía de fluorescencia de rayos X detecta los rayos X característicos para la identificación de los elementos de la muestra analizada. De este modo, genera el espectro en donde se aprecia la energía característica del elemento y contabiliza el número de señales de esa energía.

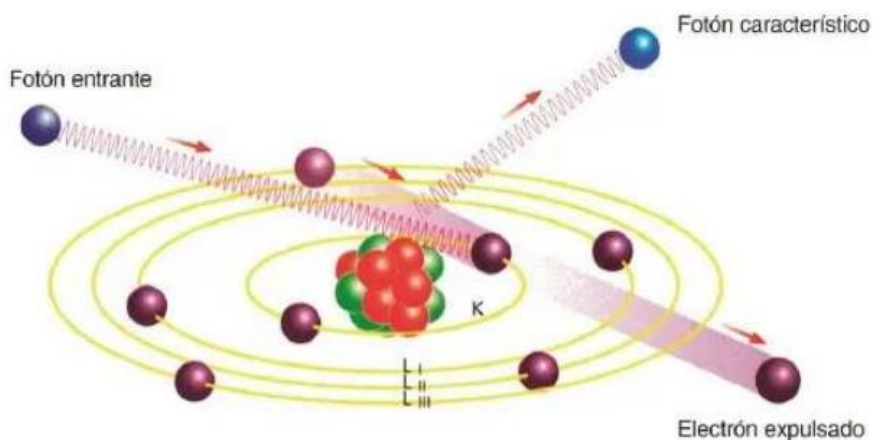


Figura 16. Producción de radiación característica. Fuente: Brouwer, 2013.

#### 1.5.4. Espectroscopia de rayos X

Estudia la difracción de rayos X utilizando la ley de Bragg como una interpretación espacial de la difracción, midiendo las reflexiones de los rayos X sobre la superficie de un plano de un cristal.

Cuando los rayos X alcanzan un átomo interactúan con sus electrones exteriores. Estos reemiten la radiación electromagnética incidente en diferentes direcciones y con la misma frecuencia. Los rayos X reemitidos desde átomos cercanos interfieren entre sí constructiva o destructivamente (este es el fenómeno de la difracción). La interferencia es constructiva cuando la diferencia de fase entre la radiación emitida por diferentes átomos es proporcional a  $2\pi$  (Figura 17).

La ley de Bragg se enuncia como:

$$n\lambda = 2d \sin\theta \quad \text{Ec. (2.1)}$$

**donde:**

**n:** Es el orden de difracción e indica la diferencia de trayectoria de recorrido entre dos haces que difractan a partir de planos adyacentes, es un número entero.

**$\lambda$ :** Es la longitud de onda que incide sobre el plano.

**d:** es la distancia entre los planos de la red cristalina.

**$\theta$ :** es el ángulo entre los rayos incidentes y los planos de dispersión.

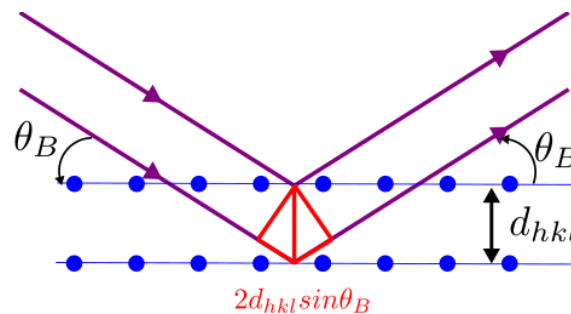


Figura 17. Representación de la ley de Bragg.

### 1.5.5. Índice de refracción

Es el cambio de dirección que experimenta un movimiento ondulatorio cuando pasa de un medio a otro, de índices de refracción diferentes; este es debido al cambio en la velocidad de propagación de las ondas (Figura 18).

El índice de refracción de un material óptico se denota con  $n$ , y es la razón de la rapidez de la luz en el vacío,  $c$ , respecto a su rapidez  $v$ , dentro del material (Sears y col., 2004).

$$n = \frac{c}{v} \quad \text{Ec. (2.2)}$$

La ley de Snell define la relación entre el ángulo de incidencia y el ángulo de la refracción en función de los índices de refracción de los materiales o medios interconectados (Ashby y col., 2009).

$$n_1 \sin \theta_1 = n_2 \sin \theta_2 \quad \text{Ec. (2.3)}$$

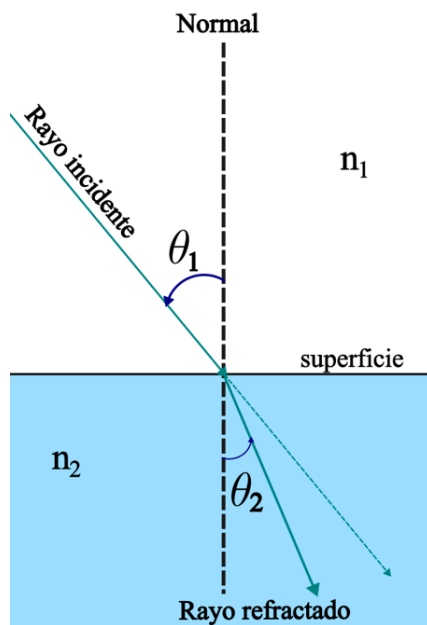


Figura 18. Representación de la ley de Snell.

Cuando se tiene una solución homogénea, el índice de refracción de la mezcla es igual a la sumatoria de los índices de refracción de los componentes puros por sus respectivas fracciones molares.

$$n_{solución} = \sum n_a x_a + n_b x_b + \dots \quad Ec. (2.4)$$

Un refractómetro es un instrumento óptico que se utiliza para determinar el índice de refracción de una sustancia, midiendo cómo se desvía la luz al atravesar la sustancia.

La salinidad es la cantidad total de material disuelto en gramos en un kilogramo de agua de mar. Por tanto, la salinidad es una cantidad adimensional. (Stewart, 2000). Es expresada usualmente en gramos por litro (g/L) o partes por trillón (ppt).

#### 1.5.6. Conductividad

La conductividad es la propiedad fundamental de un material para conducir corriente eléctrica, usualmente se expresa en microsiemens por centímetro (mS/cm). La conductividad es medida con un sensor que aplica una tensión entre dos electrodos. La caída de voltaje se utiliza para medir la resistencia del agua, que de ahí se convierte en conductividad eléctrica. La conductividad es recíproca a la resistencia y se mide en la cantidad de conductancia a lo largo de una determinada distancia, en este caso, en la distancia que separan los electrodos de un sensor (CWT, 2004).

La conductividad molar de una solución es la medida de la corriente eléctrica que fluye a través de la solución. Depende de la naturaleza y concentración de la solución, así como de la temperatura. Kohlrausch introdujo el concepto de conductividad equivalente, que en la actualidad se conoce como conductividad molar,  $\Lambda_m$  (Gómez y col., 2009). Se define como la razón entre la conductividad electrolítica (Siemens),  $\kappa$ , y la concentración molar (mol/L),  $c$ .



$$A_m = \frac{\kappa}{c} \quad \text{Ec. (2.5)}$$

La conductividad eléctrica del agua de mar depende de la temperatura, la salinidad y, en mucho menor grado, de la presión atmosférica. Las sales como el cloruro de sodio (NaCl) se disocian en el agua para formar cationes ( $\text{Na}^+$ ) y aniones ( $\text{Cl}^-$ ) que migran en presencia de un campo eléctrico, produciendo así una corriente eléctrica (Tyler y col., 2017).

Conocida la temperatura de una muestra de agua de mar, la relación entre la conductividad y la salinidad permite la determinación de esta última mediante mediciones eléctricas, rápidas y de muy alta precisión.

## **2. HIPÓTESIS**

La adición de materiales inorgánicos, usados para la purificación del agua, a las membranas de acetato de celulosa mejorará la capacidad de desalinización a comparación de una membrana de un filtro de ósmosis inversa.

### **3. OBJETIVOS**

#### **3.1. Objetivo general**

Comparar el grado de desalinización de una membrana comercial comúnmente usada para la purificación del agua con membranas preparadas de acetato de celulosa y membranas modificadas con carga inorgánica.

#### **3.2. Objetivos específicos**

- Determinar el porcentaje de desalinización para la membrana comercial y las membranas de acetato de celulosa modificadas utilizando carbón activado, zeolitas y diatomeas.
- Realizar la caracterización morfológica de las membranas y de los materiales inorgánicos (zeolitas, diatomeas y carbón activado) mediante microscopía electrónica de barrido (MEB).
- Realizar la caracterización estructural de las membranas y de los materiales inorgánicos (zeolitas, diatomeas, carbón activado) mediante microscopía infrarroja (FTIR), difracción de rayos X (DRX) y fluorescencia de rayos X (FRX).

## 4. METODOLOGÍA

Los experimentos se realizaron en las instalaciones del Centro de Física Aplicada y Tecnología Avanzada (CFATA) de la Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM), ubicado en el Campus Juriquilla, Querétaro, Qro., en el Laboratorio de Microscopía.

### 4.1. Materiales

#### 4.1.1. Matriz de agua de mar

Se utilizó cloruro de sodio (NaCl), cloruro de potasio (KCl), y cloruro de calcio ( $\text{CaCl}_2$ ) grado industrial, y cloruro de magnesio ( $\text{MgCl}_2$ ), grado analítico (Sigma Aldrich).

#### 4.1.2. Membranas

El acetato de celulosa (Sigma Aldrich) con peso molecular promedio de 30,000 por GPC (Cromatografía por permeación en gel); acetona (Golden Bell), glicerol (Golden Bell).

La membrana comercial: se recortó una de las membranas semipermeables del filtro de Water filter Hui Ning, medidas de 90 mm de diámetro. La visualización de las membranas semipermeables se encuentra en la Figura 19.

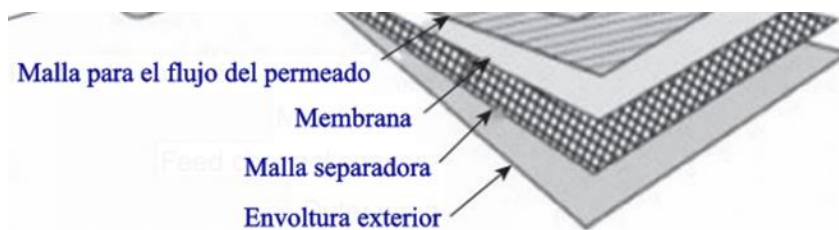


Figura 19. Membrana semipermeable del filtro de uso doméstico de ósmosis inversa. Modificado de Maynard & Whapham, 2020.

#### 4.1.3. Cargas inorgánicas

Zeolitas, diatomeas y carbón activado, de grado industrial.

## 4.2. Métodos

### 4.2.1. Preparación de agua de mar

Se preparó una matriz sintética de agua de mar con 10 L de agua desionizada y las siguientes sales: 274.11 g de NaCl, 74.559 g de KCl, 22.1073 g de CaCl<sub>2</sub>, 23.8119 g de MgCl<sub>2</sub>. El peso de cada una de estas sales se basó en el Cuadro 4.

Cuadro 4. Composición de la salinidad del agua de mar. Modificado de Millero, 2013.

	ión	Peso atómico	g de ión/kg salmuera	Mol de ión/kg salmuera	Mol de ión/kg agua	Mol de ión/L salmuera
<b>Cationes</b>	Na <sup>+</sup>	22.9898	10.7838	0.46907	0.48617	0.48002
	Mg <sup>2+</sup>	24.3051	1.2837	0.05282	0.05474	0.005405
	Ca <sup>2+</sup>	40.0784	0.4121	0.01028	0.01066	0.01052
	K <sup>+</sup>	39.0983	0.3991	0.01021	0.01058	0.01045
	Sr <sup>2+</sup>	87.6210	0.0079	0.00009	0.00009	0.00009
<b>Aniones</b>	Cl <sup>-</sup>	35.4532	19.3529	0.54587	0.56577	0.55861
	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	96.0632	2.7124	0.02824	0.02926	0.02889
	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	61.0170	0.1070	0.00175	0.00182	0.00179
	Br <sup>-</sup>	79.9041	0.0672	0.00084	0.00087	0.00086
	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	60.0091	0.0161	0.00027	0.00028	0.00027
	B(OH) <sub>4</sub> <sup>-</sup>	78.8412	0.0080	0.00010	0.00011	0.00010
	F <sup>-</sup>	18.9984	0.0013	0.00007	0.00007	0.00007
	OH <sup>-</sup>	17.0074	0.0001	0.00001	0.00001	0.00001

### 4.2.2. Preparación de la solución base de acetato de celulosa

Se preparó una solución de 0.05 g/mL de acetato de celulosa/acetona en un matraz volumétrico de 250 mL. Se le adicionó 25 gotas de glicerol, que tuvo la función de plastificante. Se agitó la solución en un plato caliente a 470 rpm y 75 °C.

#### 4.2.3. Preparación de membranas de acetato de celulosa

Para la preparación de todas las membranas se siguió el procedimiento:

- Se calentó la solución de acetato de celulosa previamente preparada a 75 °C con agitación constante, para asegurar la completa disolución del acetato y tener una solución homogénea.
- Se vació 11 mL de solución de acetato de celulosa en una caja Petri de 100 mm de diámetro, luego se colocó en una superficie nivelada, seguido de esto se tapó la caja Petri con un recipiente ancho para que no le entrara aire a la membrana y evitar su microgelación. Por último, se dejó secar a temperatura ambiente durante un día.

Para preparar las membranas con las cargas inorgánicas, se adicionó porcentajes variables de carga de los materiales inorgánicos (Carbón activado, diatomeas y zeolitas) por el procedimiento siguiente:

- Se calentó la solución de acetato de celulosa previamente preparada a 75 °C con agitación constante, para asegurar la completa disolución del acetato y tener una solución homogénea.
- En un matraz Erlenmeyer de 50 mL se colocó 11 mL de la solución de acetato de celulosa y la cantidad de carga seleccionada. Se dispersaron con un Vortex Science Med a alta velocidad durante 5 minutos, y se volvió a calentar a 75 °C la dispersión durante 2 minutos con agitación constante.
- Inmediatamente se vaciaron a cajas Petri de 100 mm de diámetro para formar las membranas.
- Se taparon las cajas Petri con recipientes anchos para que no le entrara aire a las membranas y evitar su microgelación. Se dejaron secar a temperatura ambiente durante un día.

#### 4.2.4. Pruebas de desalinización de agua de mar

Para todas las pruebas de desalinización se siguió el siguiente procedimiento:

- Se hidrataron las membranas con agua desionizada durante media hora.
- Se realizaron las pruebas de filtración en un sistema de bomba peristáltica el cual contiene una cámara de filtración en donde se colocaron las membranas, sobre un soporte de acero inoxidable circular de malla 0.5 mm de diámetro. Se ajustaron con un O-ring de teflón y se cerró la cámara de filtración con tornillos para sellar la cámara y evitar fugas.
- Se recirculó 100 mL de agua de océano durante 15 minutos.
- Cada 2 minutos, se midió la salinidad en partes por trillón (ppt) de las soluciones filtradas con un refractómetro de agua salina.

##### 4.2.4.1. Medición de la salinidad por refractometría

Para la determinación de la salinidad por refractometría se utilizó Seawater Refractometer HI96822 HANNA Instruments (Figura 20).

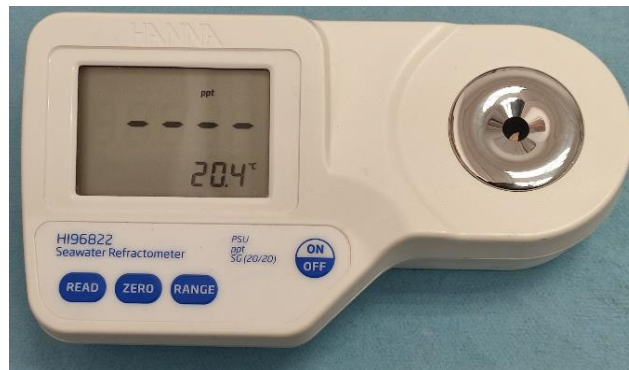


Figura 20. Refractómetro de salinidad.

En un cuarto controlado de temperatura a 20 °C, se midieron la salinidad de todas las soluciones filtradas.

- Con ayuda de una pipeta Pasteur de plástico se adicionó una gota de agua desionizada para calibrar el instrumento con el fin de verificar el buen funcionamiento, debe de marcar 0 ppt.
- Para medir las soluciones filtradas, con otra pipeta Pasteur de plástico se adicionó una a tres gotas de la solución para leer la salinidad en el refractómetro.
- Una vez anotada la salinidad del agua filtrada, se limpió el refractómetro con un pañuelo suave de algodón tipo Kleenex o servilletas y se adicionó una gota de agua desionizada para verificar que nos dé un valor de salinidad de 0 ppt. En dado caso de que nos dé un valor mayor, se limpia de nuevo el refractómetro con agua desionizada hasta que nos dé un valor de 0 ppt.
- De igual manera, las pipetas Pasteur de plástico si van a ser reutilizadas se limpiaron varias veces con agua desionizada antes de realizar su próxima medición en el refractómetro.

$$\% \text{ desalinización} = \frac{(Salinidad_{\text{agua de océano}} - Salinidad_{\text{agua filtrada}})(100)}{Salinidad_{\text{agua de océano}}} \text{ Ec. (4.1)}$$

#### 4.2.4.2. Medición de la salinidad por conductimetría

Para la determinación de la salinidad por conductimetría se utilizó una pluma de salinidad y conductividad C-100 (Figura 21).

En una habitación a temperatura fija de 20 °C, se midió la salinidad y la conductividad eléctrica de todas las soluciones filtradas. Antes de realizar cualquier medición, es necesario calibrar la pluma usando una solución estándar de KCl con una conductividad eléctrica de 1413 mS/cm. Después, se introdujo la pluma de salinidad en la solución de agua de océano para conocer su conductividad eléctrica y salinidad y de este modo, usarlo como referencia para determinar el porcentaje de desalinización.



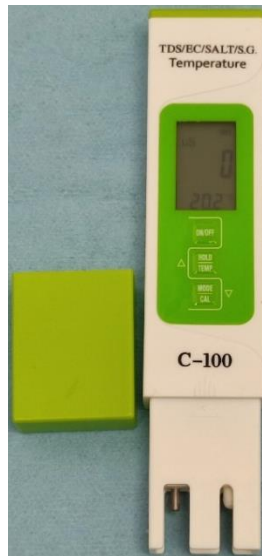


Figura 21. Pluma de salinidad y conductividad C-100.

$$\% \text{ desalinización} = \frac{(\sigma_{\text{agua de océano}} - \sigma_{\text{agua filtrada}})(100)}{\sigma_{\text{agua de océano}}} \text{ Ec. (4.2)}$$

$$\% \text{ desalinización} = \frac{(\text{Salinidad}_{\text{agua de océano}} - \text{Salinidad}_{\text{agua filtrada}})(100)}{\text{Salinidad}_{\text{agua de océano}}} \text{ Ec. (4.3)}$$

#### 4.2.4.3. Medición del porcentaje de desalinización por diferencia de densidad

Para la determinación de la densidad se ocupó un picnómetro Duran con volumen de 10.307 mL. En un cuarto controlado de temperatura a 20 °C, se midieron la densidad de todas las soluciones filtradas siguiendo el siguiente procedimiento:

- Primero se limpió el picnómetro con acetona 3 veces y se dejó secar a temperatura ambiente. Una vez seco y limpio, se pesó en una balanza analítica el picnómetro y se anotó el valor.
- Después se colocó agua desionizada al picnómetro para pesarlo y de este modo, se realizó una diferencia de masas entre el picnómetro seco y el

picnómetro con agua desionizada para conocer la masa del agua desionizada. Para poder calcular la densidad del agua desionizada se realizó la siguiente operación:

$$\rho_{fluido} = \frac{m_{picnómetro\ con\ el\ fluido} - m_{picnómetro}}{V_{picnómetro}} = \frac{m_{fluido}}{V_{fluido}} \text{ Ec. (4.4)}$$

- Se realizó el mismo procedimiento anterior para la determinación de las densidades de las soluciones filtradas y del agua de océano. Los valores de densidad de agua desionizada y agua de océano a 20 °C se usaron como referencia para determinar el porcentaje de desalinización.

$$\% \text{ desalinización} = \frac{(\rho_{filtrado} - \rho_{H2O})(100)}{\rho_{agua\ océano} - \rho_{H2O}} - 100 \text{ Ec. (4.5)}$$

#### 4.2.5. Caracterización por espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier

El equipo que se usó para la caracterización en FTIR fue el Thermo Scientific modelo Nicolet 6700. La técnica de medición que usa este equipo es Reflectancia Total Atenuada (ATR), y el intervalo de longitudes de onda está dentro del rango de 400 nm a 4000 nm (infrarrojo medio).

Para las mediciones en el FTIR es importante la limpieza del cristal de diamante, por lo que fue necesario limpiarlo con acetona en un paño de algodón antes de cada medición.

Para las cargas inorgánicas se colocó con ayuda de una microespátula un poco de la muestra en polvo sobre el cristal de diamante y se presionó la misma con el yunque del equipo. Después, se corrió el barrido y se obtuvo el espectro infrarrojo.

Mientras que para las membranas se colocó un trozo de la misma sobre el cristal de diamante y se presionó con el yunque del equipo. Después, se corrió el barrido y se obtuvo el espectro infrarrojo.

#### 4.2.6. Caracterización por microscopía electrónica de barrido

Para el estudio por microscopía electrónica de barrido, se adhirió un trozo de membrana con una cinta adhesiva doble cara conductora sobre un portamuestras metálico y se recubrió con oro con el EMS 550 Sputter Coater durante 5 minutos.

Las imágenes fueron obtenidas con el microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-6060LV Scanning Electron Microscope en donde se observaron las muestras a voltaje de aceleración 15 kV a diferentes ampliaciones.

Para las cargas inorgánicas se adhirió una gota de dispersión en agua de la muestra en polvo (Zeolitas, Diatomeas, Carbón Activado) con una cinta adhesiva doble cara conductora sobre un portamuestras metálico y se recubrió con oro con el EMS 550 Sputter Coater durante 5 minutos.

Las imágenes fueron obtenidas en el microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-6060LV Scanning Electron Microscope en donde se observaron las muestras a voltaje de aceleración 15 kV a diferentes ampliaciones.

#### 4.2.7. Caracterización por difracción de rayos X

Se trituraron los materiales inorgánicos en un mortero para su previo montado en el portamuestras del difractómetro. El equipo que se usó para la caracterización en difracción de rayos X fue el Rigaku Ultima IV X-Ray Diffractometer.

#### 4.2.8. Caracterización por fluorescencia de rayos X

El equipo que se usó para la caracterización de las cargas inorgánicas en fluorescencia de rayos X fue el Bruker S2 PUMA.

Las muestras se midieron como polvo suelto en el equipo con las siguientes cantidades: 9.8 g de zeolita, 1.4 g de diatomeas, 1.5 g de carbón activado. Después de la medición, fue necesario analizar las líneas espectrales contra la energía emitida del elemento. Esto tomando como consideración la naturaleza de la muestra y el tamaño del ruido del equipo. Una vez hecho el análisis se volvió a evaluar en el equipo de FRX.

#### 4.3. Diseño experimental

Con el fin de realizar la comparación del grado de desalinización de agua de mar, se prepararon membranas de acetato de celulosa. Adicionalmente, se evaluó el efecto de la adición de cargas inorgánicas en diferentes proporciones de masa (Cuadro 5).

El poder de desalinización de las membranas preparadas fue medido después de hacer recircular agua de mar a través de la membrana con ayuda de una bomba peristáltica. El diagrama experimental se muestra en la figura 22. En primer lugar, se tiene la bomba peristáltica que fue la que nos ayudó a realizar el filtrado y recirculación del agua de océano, esta misma contiene un soporte de acero inoxidable circular de malla 0.5 mm de diámetro y un O-ring de teflón. Se quitó el soporte de acero inoxidable circular de malla y se colocó una malla para el flujo del permeado recortado a la medida del diámetro de la cámara de filtración de la bomba peristáltica, es decir, 90 mm de diámetro. A continuación, se hidrató la membrana, se colocó en la cámara de filtración y se ajustó con el O-ring de teflón. Para evitar fugas se cerró la cámara de filtración con tornillos para sellar la cámara. Una vez hecho esto, se colocaron en un frasco de boca ancha o en un vaso de precipitado, 100 mL de agua de océano y se hicieron recircular la solución por 15 minutos. Se

cerró el frasco en donde se hizo recircular la solución de agua de océano para sus previas mediciones de salinidad.

Cuadro 5. Preparación de las membranas de acetato de celulosa porcentaje en masa.

Membrana	Relación carga		
	Carbón activado (C)	Diatomeas (D)	Zeolitas (Z)
<b>Acetato (Ac)</b>	-	-	-
<b>Ac-C carga 0.25 %</b>	0.25 %	-	-
<b>Ac-D carga 0.25 %</b>	-	0.25 %	-
<b>Ac-Z carga 0.25 %</b>	-	-	0.25 %
<b>Ac-C carga 0.5 %</b>	0.5 %	-	-
<b>Ac-D carga 0.5 %</b>	-	0.5 %	-
<b>Ac-Z carga 0.5 %</b>	-	-	0.5 %
<b>Ac-C carga 0.75 %</b>	0.75 %	-	-
<b>Ac-D carga 0.75 %</b>	-	0.75 %	-
<b>Ac-Z carga 0.75 %</b>	-	-	0.75 %
<b>Ac-C carga 1 %</b>	1 %	-	-
<b>Ac-D carga 1 %</b>	-	1 %	-
<b>Ac-Z carga 1 %</b>	-	-	1 %
<b>Ac-C carga 1.25 %</b>	1.25 %	-	-
<b>Ac-D carga 1.25 %</b>	-	1.25 %	-
<b>Ac-Z carga 1.25 %</b>	-	-	1.25 %
<b>Ac-C carga 1.5 %</b>	1.5 %	-	-
<b>Ac-D carga 1.5 %</b>	-	1.5 %	-
<b>Ac-Z carga 1.5 %</b>	-	-	1.5 %

Como la salinidad varía dependiendo de las siguientes condiciones ambientales como la presión atmosférica, la temperatura ambiental y la densidad del fluido, resulta necesario hacer las mediciones de salinidad en un cuarto controlado de temperatura, en nuestros experimentos utilizamos una temperatura fija de 20 °C ya que todos los instrumentos están calibrados a esa temperatura. Por último, se registraron los datos y se analizó el cambio de salinidad, densidad y conductividad eléctrica entre la solución de agua de océano y de las soluciones filtradas.

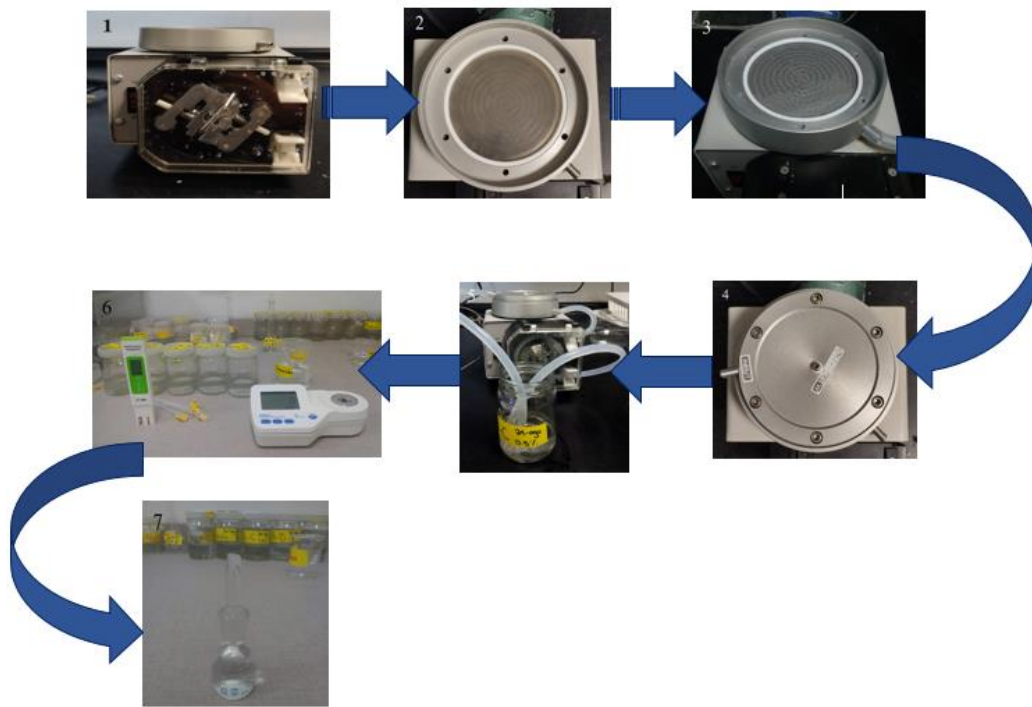


Figura 22. Diagrama experimental de la filtración de agua de océano y pruebas de desalinización por los diferentes métodos.

## 5. RESULTADOS

### 5.1. De la caracterización de materia prima

#### 5.1.1. Membrana comercial

- Microscopía electrónica de barrido

Con el objetivo de observar la morfología de las dos caras de la membrana comercial Walter Filter Hui Ning se utilizó microscopía electrónica de barrido. En el lado A de la membrana se observan pequeñas fibras (Figura 23a y b) y en el lado B una estructura granular y porosa (Figura 23c y d).

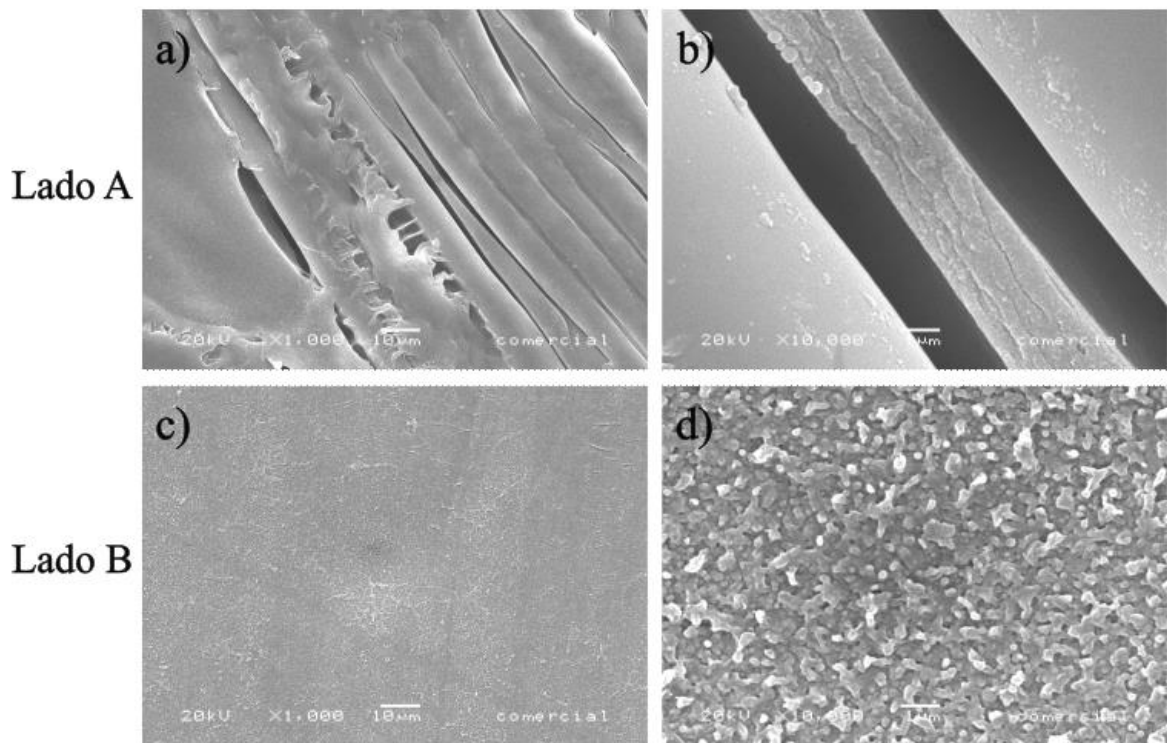


Figura 23. Morfología de la membrana comercial. a) Amplificación a 1,000x. b) Amplificación a 10,000x. c) Amplificación a 1,000x. d) Amplificación 10,000x.

- Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier

Con el objetivo de caracterizar la composición de la membrana bajo estudio, se analizó el espectro infrarrojo de la membrana comercial (Figura 24). Los números de onda que arrojó este espectro, los cuales se les asoció a polímeros fueron los siguientes: 3050  $\text{cm}^{-1}$ , 2970  $\text{cm}^{-1}$ , 2960  $\text{cm}^{-1}$ , 2870  $\text{cm}^{-1}$ , 1720  $\text{cm}^{-1}$ , 1580  $\text{cm}^{-1}$ , 1240  $\text{cm}^{-1}$ , 1100  $\text{cm}^{-1}$ , 1020  $\text{cm}^{-1}$ , 872  $\text{cm}^{-1}$  y 725  $\text{cm}^{-1}$ .

Por último, se describen las vibraciones que no son asociadas a ninguno de los dos polímeros. La primera de ellas fue la vibración de estiramiento en el enlace  $\nu(\text{OH})$  que se encontró en el número de onda de 3350  $\text{cm}^{-1}$ . La última banda que se encontró fue la de 1410  $\text{cm}^{-1}$  que es atribuible a las vibraciones de estiramiento en el enlace  $\text{C}=\text{C}$  de los anillos aromáticos  $\nu(\text{C}=\text{C})$ .

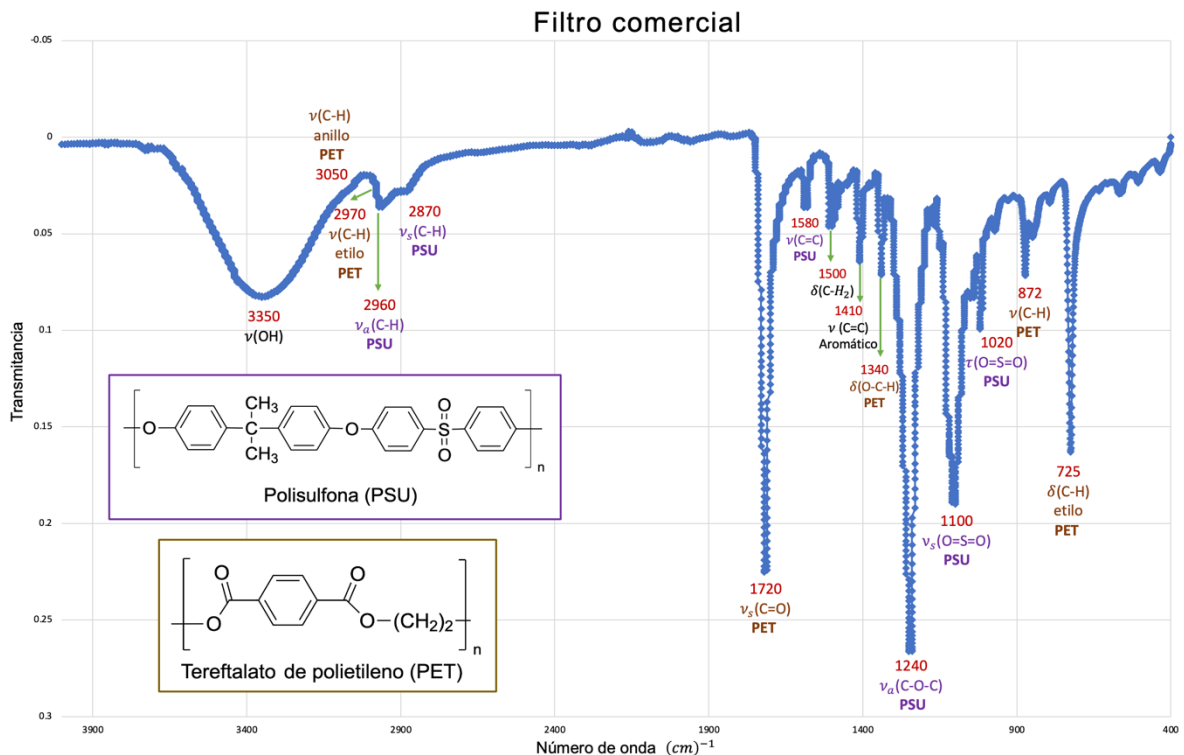


Figura 24. Espectro infrarrojo de la membrana comercial medido en reflectancia total atenuada (ATR).



## 5.2. Cargas inorgánicas

### 5.2.1. Zeolitas

Como materia prima para la elaboración de las membranas de acetato de celulosa del presente trabajo se utilizaron zeolitas por lo que se caracterizó la morfología, la estructura y la pureza de este material.

- Microscopía electrónica de barrido

Primeramente, mediante microscopia electrónica de barrido (MEB) se analizó la morfología de las zeolitas. A una amplificación de 5,000x no se logra apreciar la porosidad de la zeolita (Figura 25a). No obstante, a una amplificación de 20,000x se observa la morfología tubular de las zeolitas (Figura 25b).

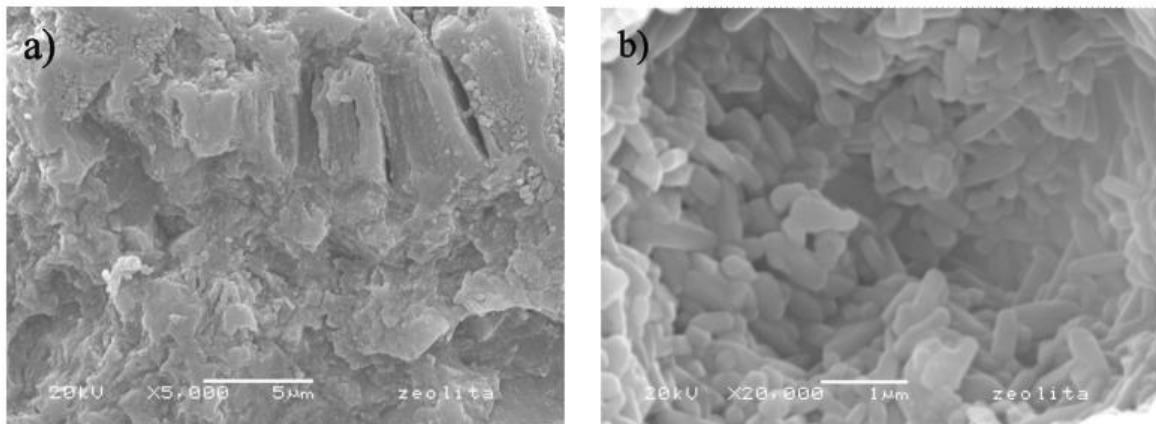


Figura 25. Morfología de las zeolitas. a) Amplificación a 5,000x. b) Amplificación a 20,000x.

- Fluorescencia de rayos X

Posteriormente, se analizó la pureza de las zeolitas mediante fluorescencia de rayos X (FRX). Las zeolitas son minerales hidratados, que presentan estructura tridimensional con enlaces tetraédricas de Silicio-Aluminio-Oxígeno, con estructura porosa (Guerra-González y col., 2021). El análisis mostró que las zeolitas utilizadas

están compuestas mayoritariamente por 43.25 % de óxido de Aluminio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) y 45.56 % de dióxido de Silicio ( $\text{SiO}_2$ ). Asimismo, se encontró un porcentaje de 8.13 % de óxido de Magnesio ( $\text{MgO}$ ) (Cuadro 6). Estos datos sugieren que las zeolitas empleadas como materia prima en el presente trabajo tienen un alto grado de pureza.

Cuadro 6. Composición elemental de las zeolitas.

Fórmula	Nombre del rango	Concentración
<b>MgO</b>	20 kV, Rango 3	8.13 %
<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	20 kV, Rango 3	43.25 %
<b>SiO<sub>2</sub></b>	20 kV, Rango 3	45.56 %
<b>P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></b>	20 kV, Rango 3	0.38 %
<b>Cl</b>	20 kV, Rango 3	0.05 %
<b>CaCO<sub>3</sub></b>	20 kV, Rango 3	0.54 %
<b>TiO<sub>2</sub></b>	20 kV, Rango 3	0.66 %
<b>V<sub>2</sub>O<sub>5</sub></b>	20 kV, Rango 3	0.02 %
<b>Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	20 kV, Rango 3	0.12 %
<b>MnO</b>	20 kV, Rango 3	0.02 %
<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	20 kV, Rango 3	1.20 %
<b>NiO</b>	20 kV, Rango 3	0.02 %
<b>SrO</b>	40 kV, Rango 2	0.05 %

- Difracción de rayos X

Finalmente, se analizó la composición de las zeolitas mediante difracción de rayos X. El análisis mostró que la materia prima de zeolitas consiste en una mezcla de minerales (Figura 26), dado que se encontraron dos tipos: mullita y cristobalita.

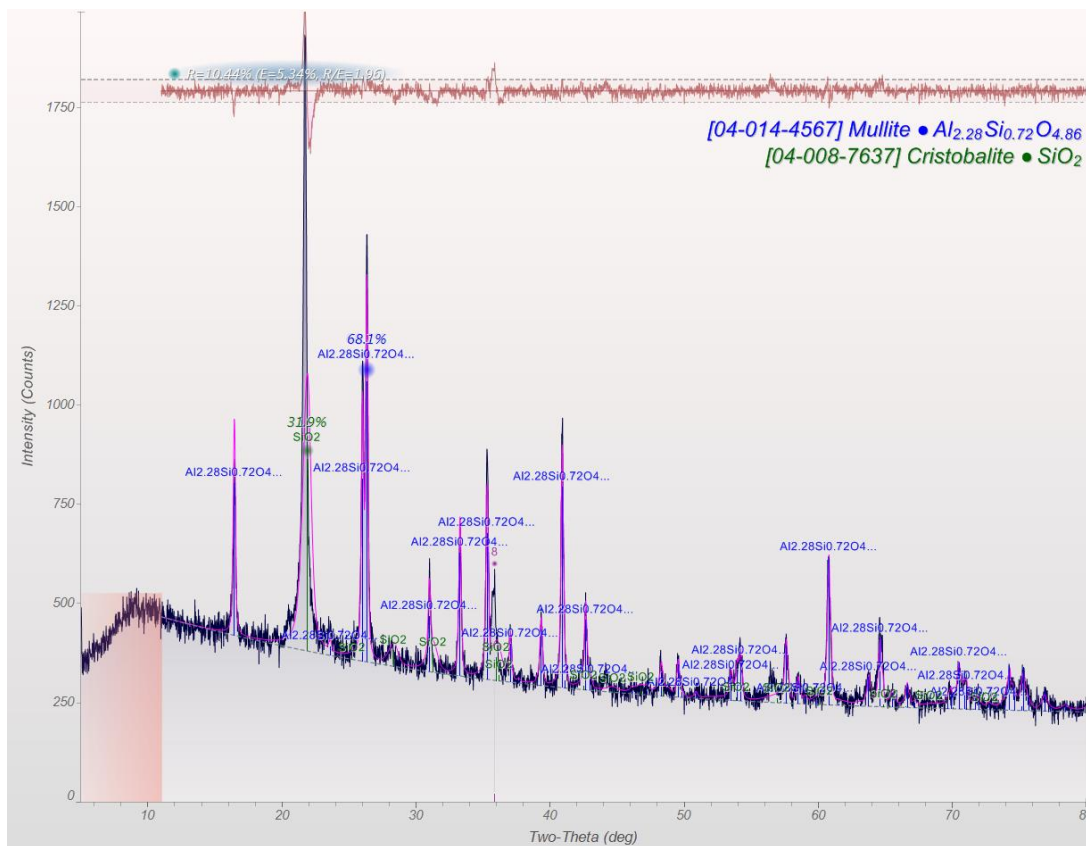


Figura 26. Espectro de difracción de rayos X de las zeolitas.

- Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier

Con el objetivo de estandarizar las zeolitas se evaluaron los grupos funcionales en nuestra materia prima. En la figura 27 se muestra el espectro infrarrojo obtenido. En  $1080\text{ cm}^{-1}$  hay una señal de fuerte intensidad que corresponde a vibraciones de estiramiento asimétrico del Si-O  $\nu_a(\text{Si-O-Si})$ , en  $1150\text{ cm}^{-1}$  y en  $941\text{ cm}^{-1}$  hay señales de menor intensidad que son atribuibles a vibraciones de estiramiento asimétrico del Si-O  $\nu_a(\text{Si-O-Si})$  (Guerra-González y col., 2021). En cuanto al número de onda en  $891\text{ cm}^{-1}$  corresponde a una vibración de estiramiento en el enlace  $\nu(\text{Si-O})$ . En  $725\text{ cm}^{-1}$  concuerda con la vibración de flexión  $\delta(\text{Al-Si-O})$ . De igual manera, el espectro presenta una banda en  $525\text{ cm}^{-1}$  asignada a las vibraciones de torsión de los enlaces  $\tau(\text{Al-O-Si})$ . Por último, el espectro presenta una banda en  $445\text{ cm}^{-1}$  asignada a las vibraciones de flexión  $\delta(\text{O-Si-O})$ .

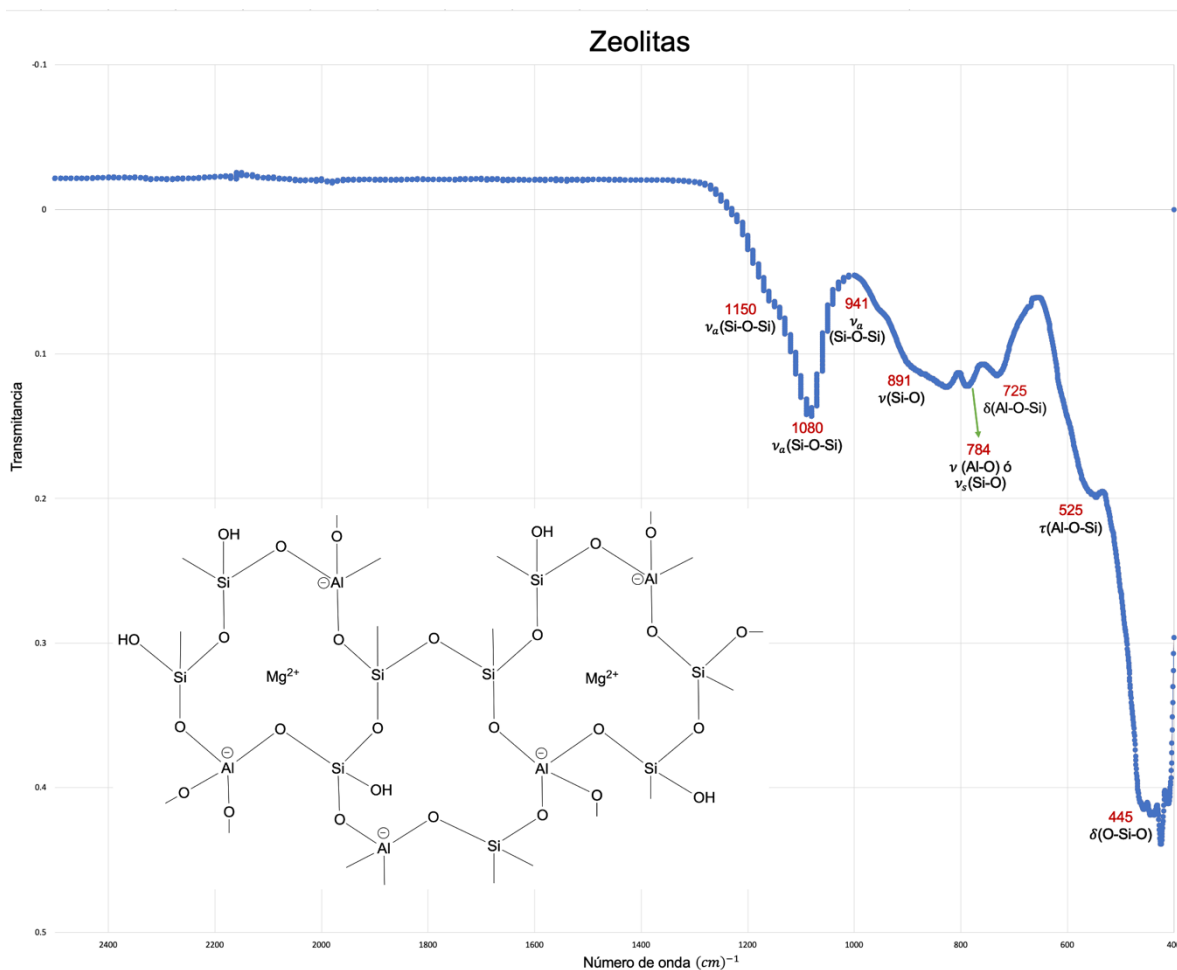


Figura 27. Espectro infrarrojo de las zeolitas medido en reflectancia total atenuada (ATR).

### 5.2.2. Diatomeas

Las diatomeas, también conocidas como tierra de diatomeas, fueron utilizadas como materia prima en el presente trabajo por lo que se evaluó la pureza, la morfología y la presencia de grupos funcionales.

- Microscopía electrónica de barrido

Con el objetivo de estudiar la morfología de las diatomeas se obtuvieron imágenes en MEB (Figura 28). Se puede apreciar que las diatomeas tienen múltiples formas (Figura 28a y b). Al hacer una ampliación (20000x) se observó la presencia de poros (Figura 28c y d) lo que resulta deseable para las membranas de acetato de

celulosa modificadas ya que éstos les podrían ayudar al porcentaje de desalinización (Ullah y col., 2018).

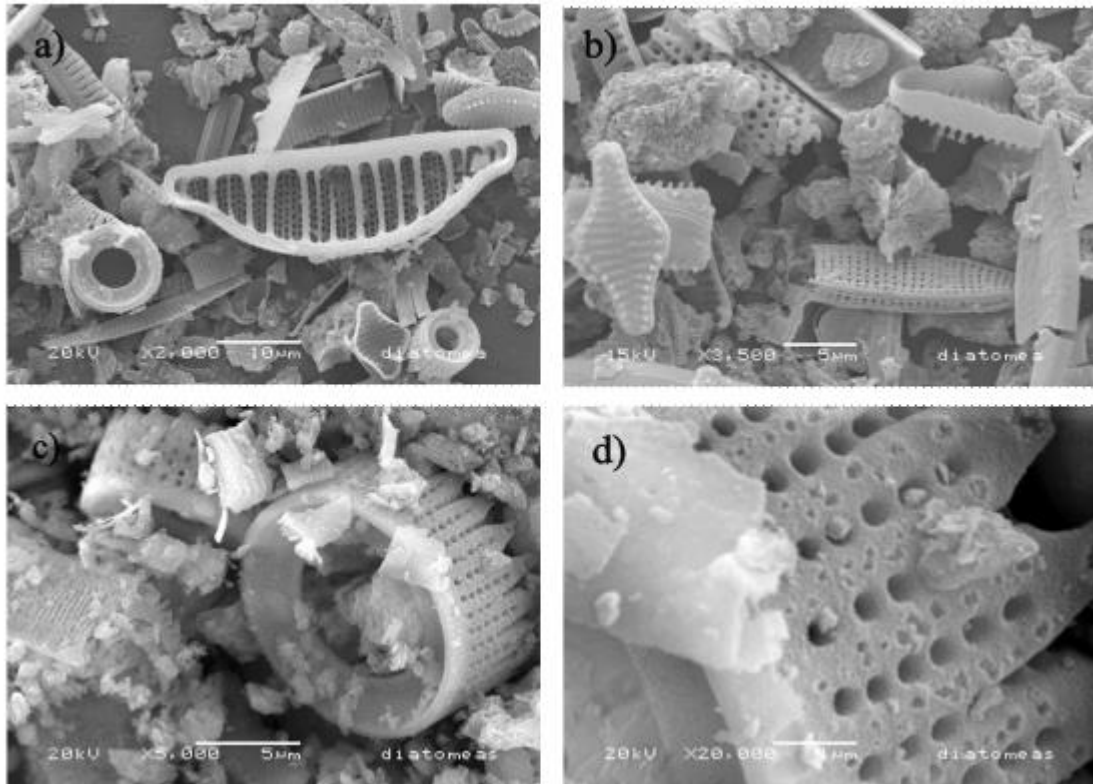


Figura 28. Morfología de las diatomeas. a) Amplificación a 2,000x. b) Amplificación a 3,500x. c) Amplificación a 5,000x. d) Amplificación a 20,000x.

- Fluorescencia de rayos X

Posteriormente, nos dimos a la tarea de evaluar la composición de las diatomeas por fluorescencia de rayos X. Las diatomeas son un grupo de algas unicelulares compuestas por fitoplancton. No obstante, al fosilizarse (la tierra de diatomeas) se constituyen por frústulas; es decir, que se hallan rodeadas de una pared celular hecha de dióxido de silicio hidratado (Sánchez, 2010). El análisis de fluorescencia de rayos X permitió identificar la composición de las diatomeas bajo estudio (Cuadro 7). Se encontró que las diatomeas tienen mayor composición de dióxido de silicio ( $\text{SiO}_2$ , 74.84 %). Asimismo, se encontró presencia de óxidos de otros metales tales como

óxido de magnesio (MgO, 9.8 %), óxido de Aluminio (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 9.93 %) y óxido de hierro (III) (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 3.45 %).

Cuadro 7. Composición elemental de las diatomeas.

Fórmula	Nombre del rango	Concentración
<b>MgO</b>	20 kV, Rango 3	9.80 %
<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	20 kV, Rango 3	9.93 %
<b>SiO<sub>2</sub></b>	20 kV, Rango 3	74.84 %
<b>P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></b>	20 kV, Rango 3	0.13 %
<b>Cl</b>	20 kV, Rango 3	0.05 %
<b>K</b>	20 kV, Rango 3	0.15 %
<b>CaCO<sub>3</sub></b>	20 kV, Rango 3	1.11 %
<b>TiO<sub>2</sub></b>	20 kV, Rango 3	0.35 %
<b>V<sub>2</sub>O<sub>5</sub></b>	20 kV, Rango 3	0.04 %
<b>MnO</b>	20 kV, Rango 3	0.09 %
<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	20 kV, Rango 3	3.45 %
<b>SrO</b>	40 kV, Rango 2	0.02 %
<b>ZrO<sub>2</sub></b>	40 kV, Rango 2	0.02 %

- Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier

Con el objetivo de identificar los grupos funcionales representativos en la tierra de diatomeas, se prosiguió a analizar la muestra por FTIR (Figura 29). El número de onda que se encuentra en 1020 cm<sup>-1</sup> corresponde a la vibración de estiramiento simétrico en los silicatos  $\nu_s(\text{Si-O-Si})$  (De Stefano y col., 2005). La débil banda de transmisión que se encuentra en el número de onda 790 cm<sup>-1</sup> corresponde a la vibración de flexión en los silicatos inter-tetraedro  $\delta(\text{Si-O-Si})$ . Mientras que en la proximidad de 425 cm<sup>-1</sup> es atribuible a una vibración de flexión en los silicatos  $\delta(\text{Si-O-Si})$  (Ilia y col., 2009).

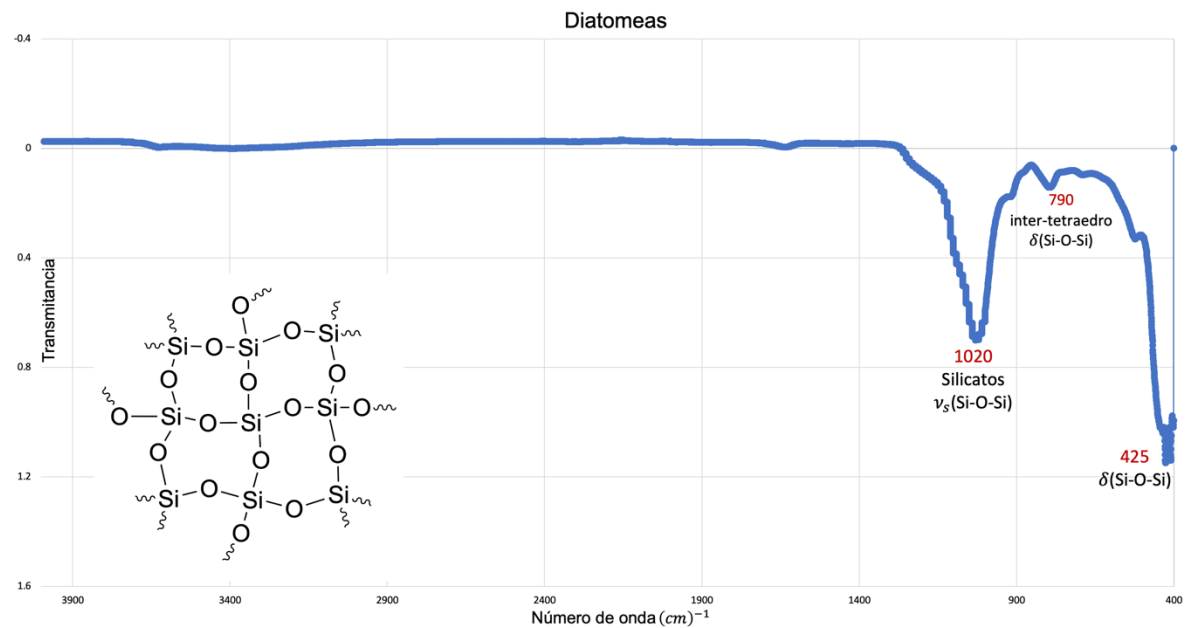


Figura 29. Espectro infrarrojo de las diatomeas medido en reflectancia total atenuada (ATR).

### 5.2.3. Carbón activado

Finalmente, como materia prima para las cargas inorgánicas se utilizó carbón activado por lo que también se analizó su morfología, pureza y composición.

- Microscopía electrónica de barrido

En la figura 30 se muestran las micrografías obtenidas por MEB de una muestra de carbón activado. Cabe resaltar que aún a la amplificación de 30000x no se observa la presencia de poros.

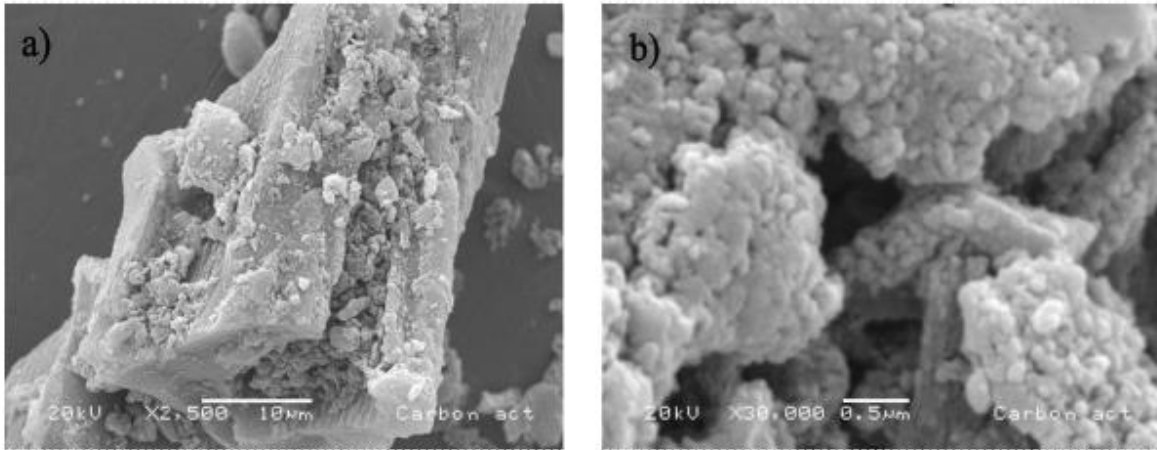


Figura 30. Morfología del carbón activado. a) Amplificación a 2,500x. b) Amplificación a 30,000x.

- Fluorescencia de rayos X

Como se puede examinar en el Cuadro 8, el carbón activado tiene una composición porcentual de 90.75 % de Carbono, 5.28 % de Fósforo y 2.19 % de Silicio.

Cuadro 8. Composición elemental del carbón activado.

Fórmula	Nombre del rango	Concentración
<b>Si</b>	20 kV, Rango 3	2.19 %
<b>P</b>	20 kV, Rango 3	5.28 %
<b>S</b>	20 kV, Rango 3	0.33 %
<b>Cl</b>	20 kV, Rango 3	0.54 %
<b>Ca</b>	20 kV, Rango 3	0.19 %
<b>Ti</b>	20 kV, Rango 3	0.06 %
<b>Mn</b>	20 kV, Rango 3	0.04 %
<b>Fe</b>	20 kV, Rango 3	0.48 %
<b>Zn</b>	40 kV, Rango 2	0.14 %
<b>C</b>	Matriz	90.75 %



- Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier

Se analizó el espectro infrarrojo obtenido del carbón activado (Figura 31). El número de onda de  $3370\text{ cm}^{-1}$  está asociada a la vibración de estiramiento  $\nu(\text{OH})$  en los grupos hidroxilo (Allwar, 2012). La banda en la región de  $1560\text{ cm}^{-1}$  se debe a vibraciones de estiramiento  $\nu(\text{C}=\text{C})$  en el anillo aromático que se encuentran generalmente en materiales carbonosos como el carbón activado (Sricharoenchaikul y col., 2008). En cuanto a la banda de transmisión ancha de  $1140\text{ cm}^{-1}$  se atribuye a vibraciones de estiramiento del grupo  $\nu(\text{C}-\text{O})$  de los grupos funcionales alcohol. Por último, el número de onda de  $882\text{ cm}^{-1}$  se asigna a vibraciones de torsión  $\tau(\text{C}-\text{H})$  en los anillos aromáticos (Allwar, 2012).

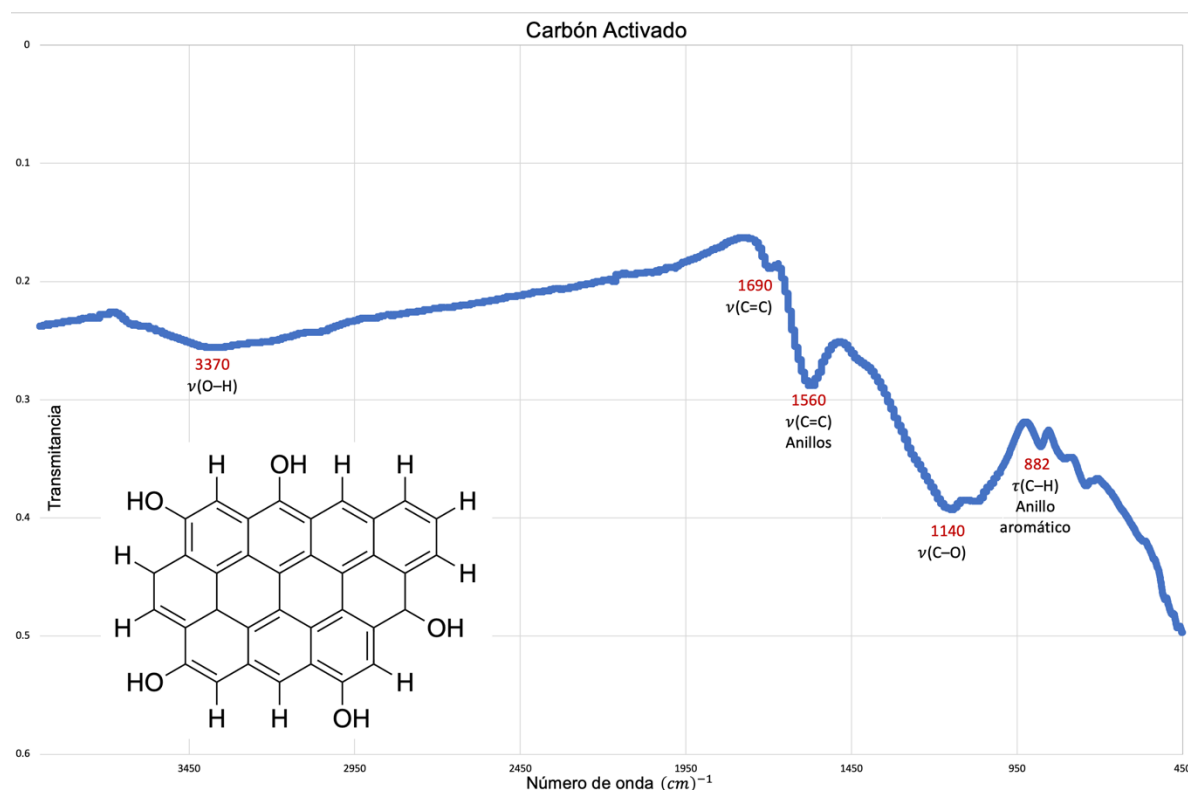


Figura 31. Espectro infrarrojo del carbón activado medido en reflectancia total atenuada (ATR).

### 5.3. Membrana de acetato de celulosa

El presente trabajo se centró en la fabricación y caracterización de una membrana de acetato de celulosa, con el fin de comparar el porcentaje de remoción de sales respecto a una membrana comercial de ósmosis inversa. A continuación, se describe la caracterización.

- Microscopía electrónica de barrido

En la figura 32 se observa la morfología de las membranas de acetato de celulosa. En ambos lados de la membrana existe porosidad, en amplificación a 10,000x, podemos examinar una variedad de tamaños de poros (Figura 32b y d).

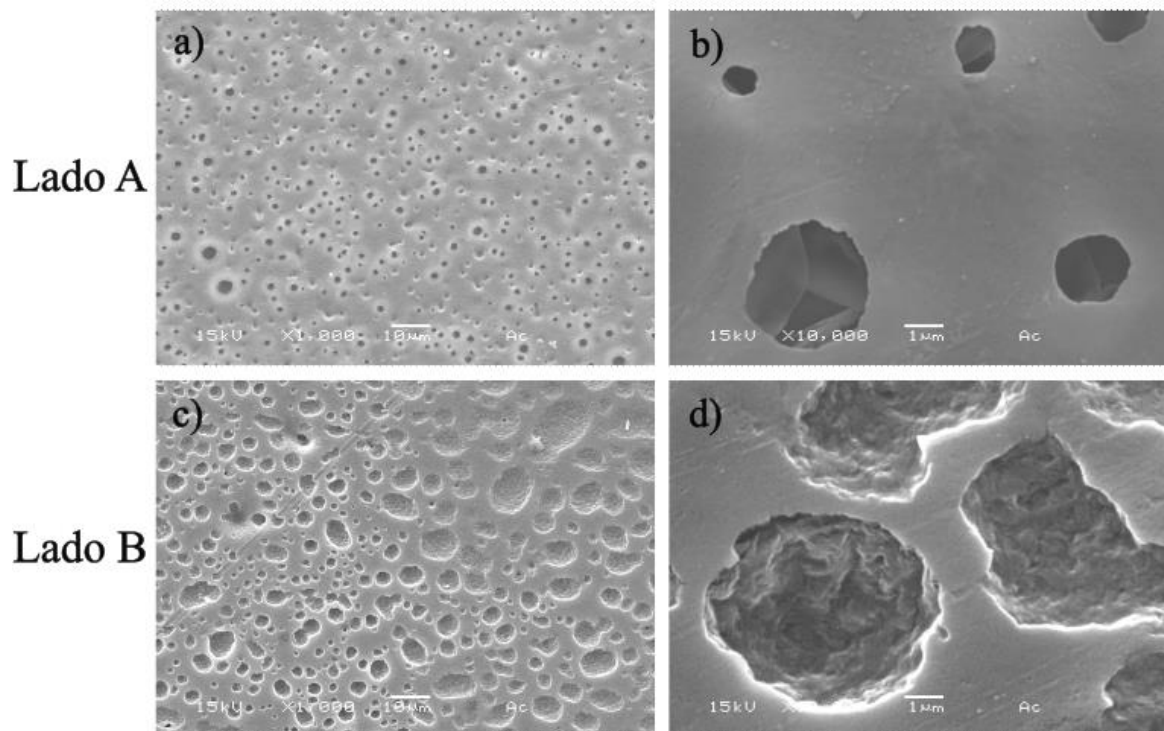


Figura 32. Morfología de la membrana de acetato de celulosa. a) Amplificación a 1,000x. b) Amplificación a 10,000x. c) Amplificación a 1,000x. d) Amplificación a 10,000x.

En la figura 33, se puede examinar el tamaño aproximado de los poros en el lado A de la membrana. En amplificación a 2500x, el poro con mayor tamaño posee un

diámetro aproximado de 3.96  $\mu\text{m}$  mientras que el más pequeño es de 1.53  $\mu\text{m}$  (Figura 33a). Si observamos la otra amplificación a 5000x, el poro con mayor diámetro que se cuenta es de 3.26  $\mu\text{m}$  y por otra parte, el poro con menor diámetro aproximado en esta resolución es de 944 nm (Figura 33b).

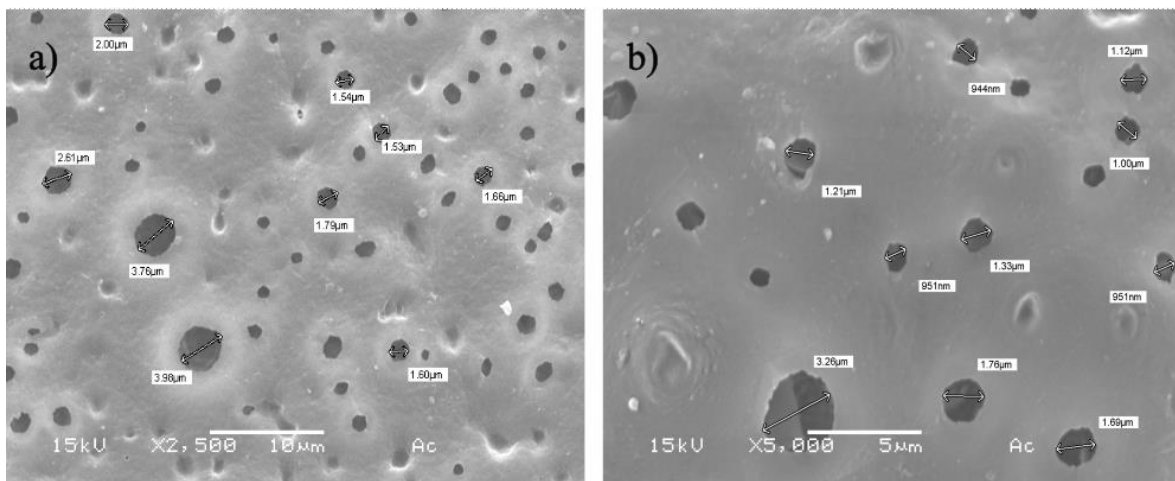


Figura 33. Tamaño aproximado de los poros de la membrana de acetato de celulosa. a) Amplificación a 2,500x. b) Amplificación a 5,000x.

- Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier

Se analizó el espectro infrarrojo del acetato de celulosa (Figura 34). Las fuertes bandas de transmisión de  $3450\text{ cm}^{-1}$  son atribuidas a la vibración de estiramiento  $\nu(\text{OH})$  pero cabe mencionar que la reducción de la intensidad de los hidroxilos se debe al grado de la acetilación (Fei y col., 2017). Las bandas de los grupos metilos ( $\text{CH}_3$ ) se identificaron de  $2940\text{ cm}^{-1}$  en donde tienen un estiramiento asimétrico  $\nu_a(\text{C}-\text{H})$ . Las vibraciones de estiramientos simétricos  $\nu_s(\text{C}-\text{H})$  de los grupos metilenos ( $\text{CH}_2$ ) fue identificado de  $2880\text{ cm}^{-1}$  (Yıldız y col, 2019). También se pueden apreciar dos importantes vibraciones en el grupo carbonilo: estiramiento simétrico de  $1740\text{ cm}^{-1}$   $\nu_s(\text{C}=\text{O})$  y estiramiento asimétrico de  $1640\text{ cm}^{-1}$   $\nu_a(\text{C}=\text{O})$ . De igual manera, existe una vibración de tijeras  $\delta_s(\text{CH}_2)$  en los grupos metilenos en el número de onda de  $1430\text{ cm}^{-1}$ . En cuanto al número de onda de  $1370\text{ cm}^{-1}$  es atribuible a una vibración de flexión en los grupos metilos  $\delta(\text{CH}_3)$ . Mientras que en el número de onda 1230 de

$\text{cm}^{-1}$  muestra una vibración de estiramiento  $\nu(\text{C-O})$ . En  $1160 \text{ cm}^{-1}$  hay una vibración de estiramiento asimétrico  $\nu_{\alpha}(\text{C-O-C})$ , mientras que en  $1050 \text{ cm}^{-1}$  se percibe una vibración de flexión en el esqueleto de celulosa  $\delta(\text{C-O-C})$ . De igual manera, en el número de onda de  $1130 \text{ cm}^{-1}$  se encuentra una vibración de balanceo en los grupos metilos  $\gamma_r(\text{CH}_3)$ . Ahora bien, en la banda de transmisión de  $904 \text{ cm}^{-1}$  se le puede atribuir a una vibración de flexión en  $\delta(\text{C-H})$ . Por último, la banda de transmisión de  $603 \text{ cm}^{-1}$  es atribuible a una vibración de torsión en los hidroxilos  $\tau(\text{O-H})$ .

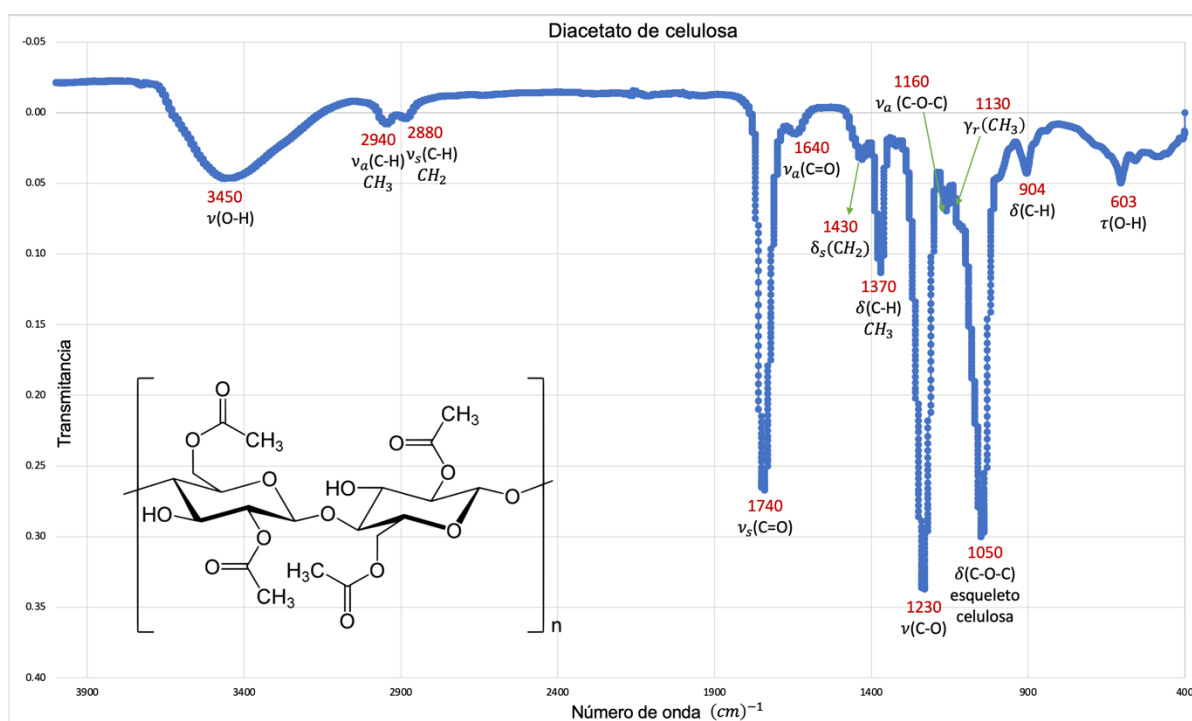


Figura 34. Espectro infrarrojo del acetato de celulosa medido en reflectancia total atenuada (ATR).

#### 5.4. Pruebas de desalinización

Con la finalidad de realizar una comparación de la medición de salinidad a través de los métodos de conductividad, índice de refracción y diferencia de densidad, se realizaron las gráficas de barras como se muestran en las figuras 35-37.

Dentro de los métodos de medición de la salinidad, se observó que el Seawater Refractometer (HANNA Instruments) tiene poca sensibilidad, lo que provoca que los resultados no sean tan confiables. En cuanto al uso del picnómetro

cabe mencionar que es necesario que la manipulación del mismo sea limpia para disminuir el sesgo de error entre cada medición.

Se puede observar en la figura 35 que la membrana que mejor desalinizó en esta serie fue la de Ac-C carga 1.25 %.

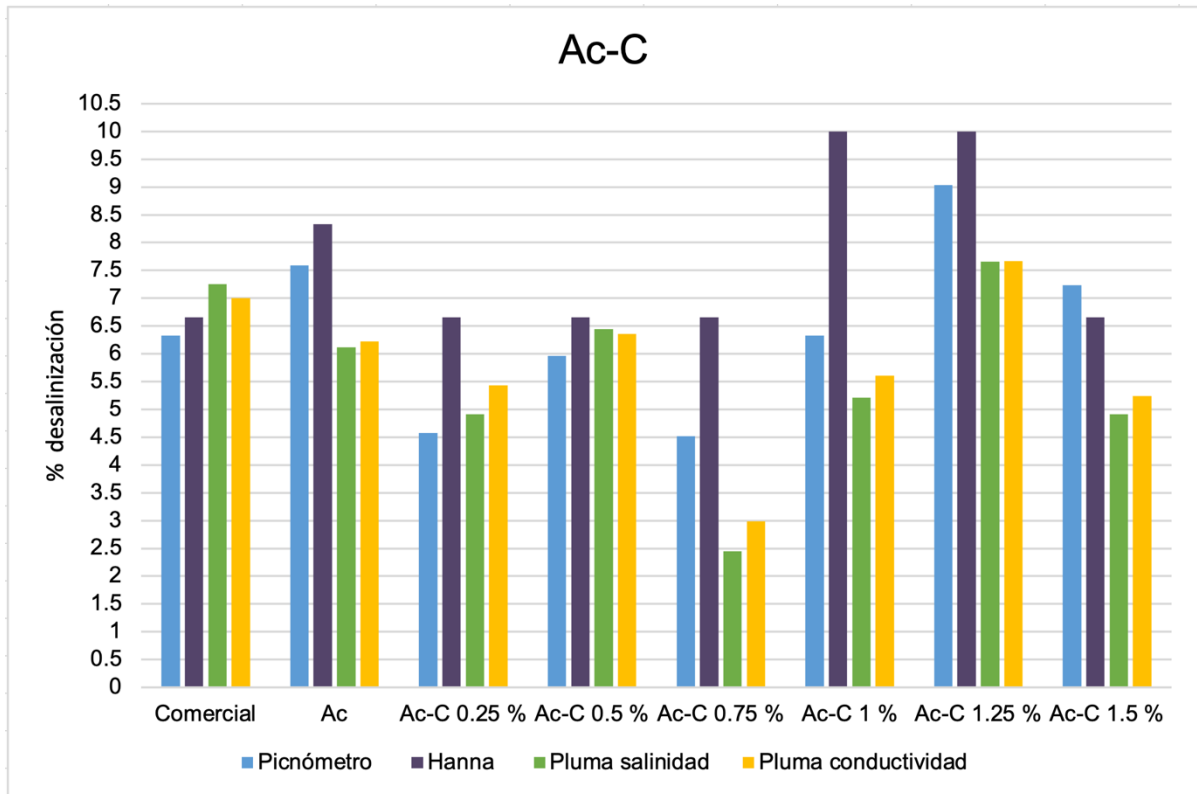


Figura 35. Comparación del porcentaje de desalinización de las membranas de acetato de celulosa modificadas con carbón activado.

Mientras que en esta serie de membranas con diatomeas la que mejor desalinizó fue la de Ac-D carga 1.5 % y tiene una tendencia a tener un mayor porcentaje de desalinización conforme se aumenta la carga como se visualiza en la figura 36.

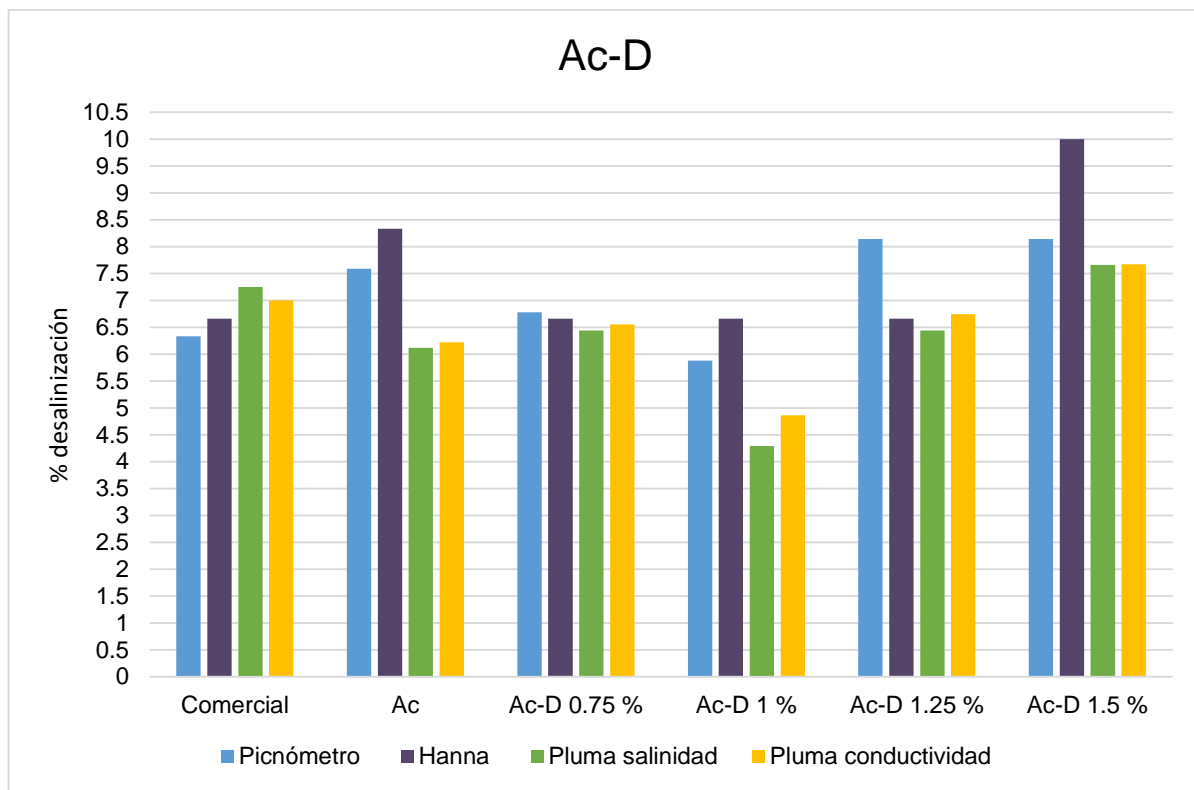


Figura 36. Comparación del porcentaje de desalinización de las membranas de acetato de celulosa modificadas con diatomeas.

De igual manera, esta tendencia de aumentar el porcentaje de desalinización conforme se aumenta la carga se analizó en las membranas de acetato de celulosa modificadas con zeolita (Figura 37).

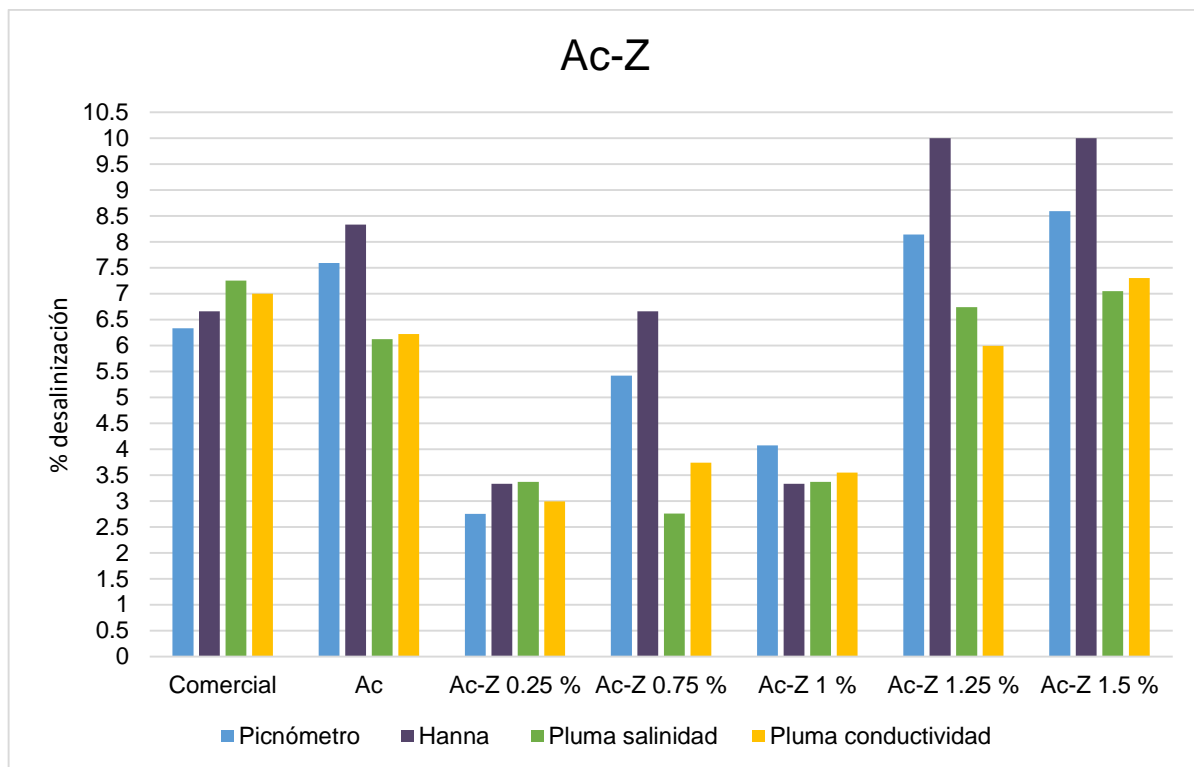


Figura 37. Comparación del porcentaje de desalinización de las membranas de acetato de celulosa modificadas con zeolitas.

Con la finalidad de comparar el porcentaje de desalinización de las membranas de acetato de celulosa modificadas respecto a la membrana comercial se realizó un promedio del porcentaje de desalinización de los métodos usados previamente descritos: pluma de conductividad y salinidad, refractómetro y picnómetro (Figura 38).

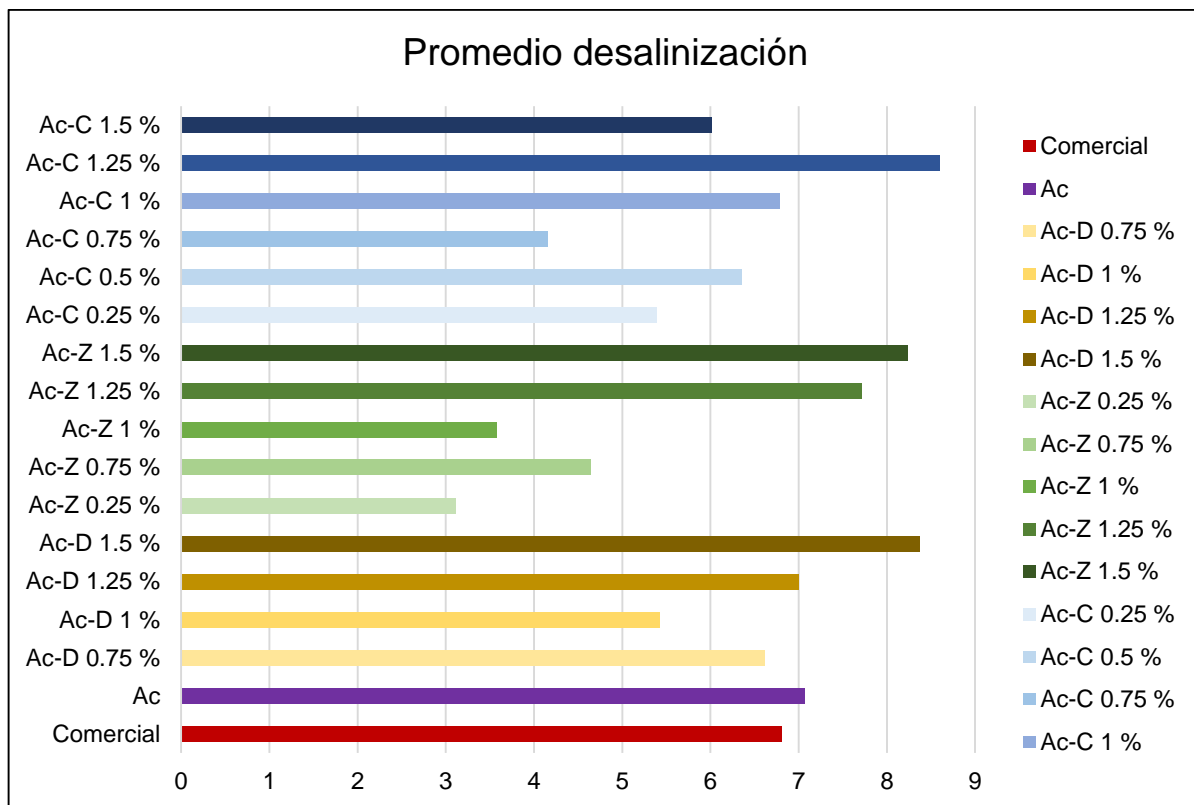


Figura 38. Promedio de la desalinización respecto a las membranas usadas.

Se analizó que la membrana de acetato de celulosa sin carga desaliniza alrededor del 7.07 %, a comparación de la membrana comercial que desaliniza 6.81 %. En cuanto a las membranas con carga, las que dieron un mejor porcentaje de desalinización respecto a la membrana comercial fueron: Ac-C 1.25 % dando un porcentaje de desalinización de 8.59 %, Ac-D 1.5 % dando un porcentaje de desalinización de 8.37 %, y Ac-Z 1.5 % desalinizó alrededor de 8.24 %. Por lo que, se puede concluir que las membranas de acetato de celulosa modificadas mejoran su porcentaje de desalinización a partir de 1 % de carga adicionada. Cabe mencionar, que va a depender muchísimo de la porosidad que contiene la carga inorgánica.

#### 5.4.1 Cristales incrustados en las membranas

A través del software Fiji Image, se contó los cristales incrustados en las membranas y se midió el tamaño aproximado de los mismos. Se escogieron las membranas a



partir de 1 % de carga adicionada ya que representó el mejor porcentaje de desalinización.

En la figura 39 se pueden visualizar las membranas de acetato de celulosa modificadas con carbón activado después de la filtración. La membrana Ac-C Carga 1 % presentó 29 cristales visibles y el tamaño aproximado de estos cristales fue de 1.304 mm - 0.326 mm. En cuanto a la membrana con carga 1.25 % se apreciaron 65 cristales en su superficie y el tamaño aproximado de los mismos fue de 1.433 mm – 0.277 mm. En la membrana Ac-C Carga 1.5 % fue la que obtuvo más cristales en su superficie con un total de 67. De igual manera, se encontró el mayor y el menor tamaño de cristal en esta serie de membranas, debido a que el tamaño de estos cristales fue de 2.511 mm – 0.093 mm.

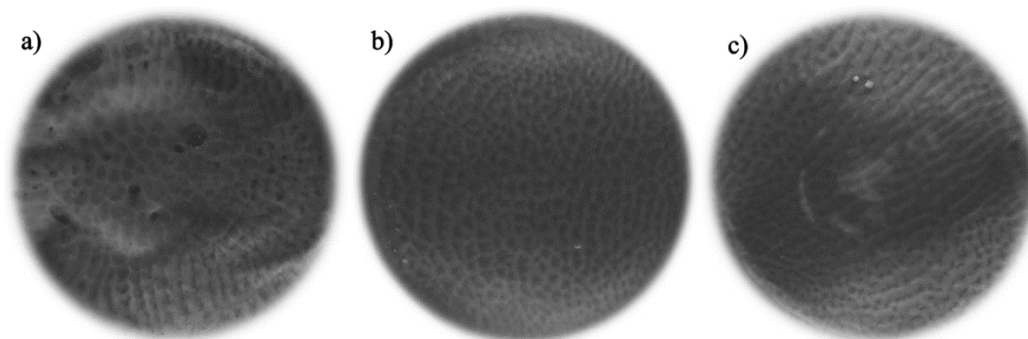


Figura 39. Membranas de acetato de celulosa modificadas con carbón activado después de la filtración. a) Ac-C Carga 1 %. b) Ac-C Carga 1.25 %. c) Ac-C Carga 1.5 %.

Con relación a las membranas de acetato de celulosa modificadas con diatomeas, se pueden observar en la figura 40. La membrana Ac-D Carga 1 % mostró 40 cristales en su superficie y el tamaño aproximado de éstos fue de 1.853 mm – 0.331 mm. En el caso de la membrana Ac-D Carga 1.25 % presentó 60 cristales en su superficie y el tamaño aproximado de los mismos fue de 1.433 mm – 0.277 mm. Por último, la membrana Ac-D Carga 1.5 % sólo presentó 32 cristales y el tamaño aproximado de éstos fue de 1.705 mm – 0.174 mm. En resumen, de esta serie, la membrana Ac-D Carga 1 % tuvo el mayor y el menor tamaño de cristal, mientras que la membrana Ac-D Carga 1.25 % obtuvo mayor cantidad de cristales en su superficie.

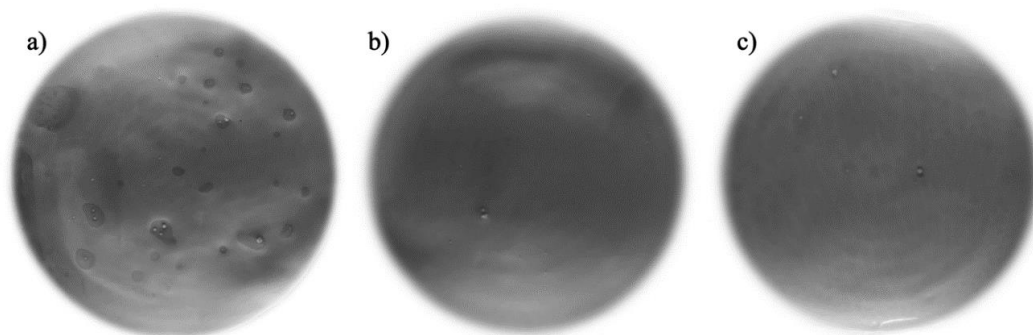


Figura 40. Membranas de acetato de celulosa modificadas con diatomeas después de la filtración. a) Ac-D Carga 1 %. b) Ac-D Carga 1.25 %. c) Ac-D Carga 1.5 %.

En cuanto a las membranas de acetato de celulosa modificadas con zeolitas, se pueden visualizar en la figura 41. La membrana Ac-Z Carga 1 % mostró 20 cristales en su superficie con un tamaño aproximado de los mismos de 2.116 mm – 0.325 mm. Respecto a la membrana Ac-Z Carga 1.25 % presentó 32 cristales con un tamaño aproximado de 1.818 mm – 0.292 mm. En la membrana Ac-Z Carga 1.5 % fue la que mayor obtuvo cristales en su superficie con un total de 45 y el tamaño aproximado de los mismos fue de 1.561 mm – 0.202 mm. En resumen, de esta serie, la membrana Ac-Z Carga 1 % tuvo el mayor y el menor tamaño de cristal, mientras que la membrana Ac-Z Carga 1.5 % obtuvo mayor cantidad de cristales en su superficie.

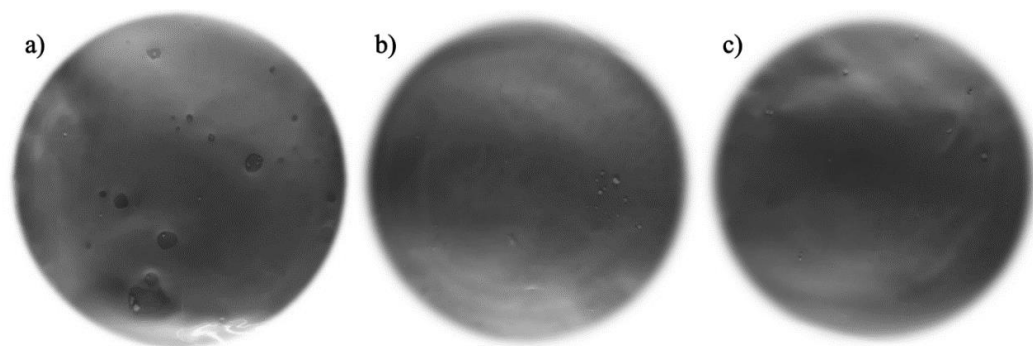


Figura 41. Membranas de acetato de celulosa modificadas con zeolitas después de la filtración. a) Ac-Z Carga 1 %. b) Ac-Z Carga 1.25 %. c) Ac-Z Carga 1.5 %.

- Microscopía electrónica de barrido

#### Membrana Comercial:

Hubo una gran cantidad de cristales incrustados en la superficie de la membrana comercial (Figura 42). El crecimiento de los cristales de sal se vio en toda la superficie de la membrana, algo que sería desventajoso ya que no se podría usar más de una vez para la filtración de agua de mar. En este sentido, también se generarían más residuos ya que se ocuparían más unidades de la membrana comercial para desalinizar cantidades más altas de agua de mar.

Otro aspecto a detallar es que el crecimiento de los cristales de manera visual parece que estuvieran entrelazados como helechos de cristales cúbicos.

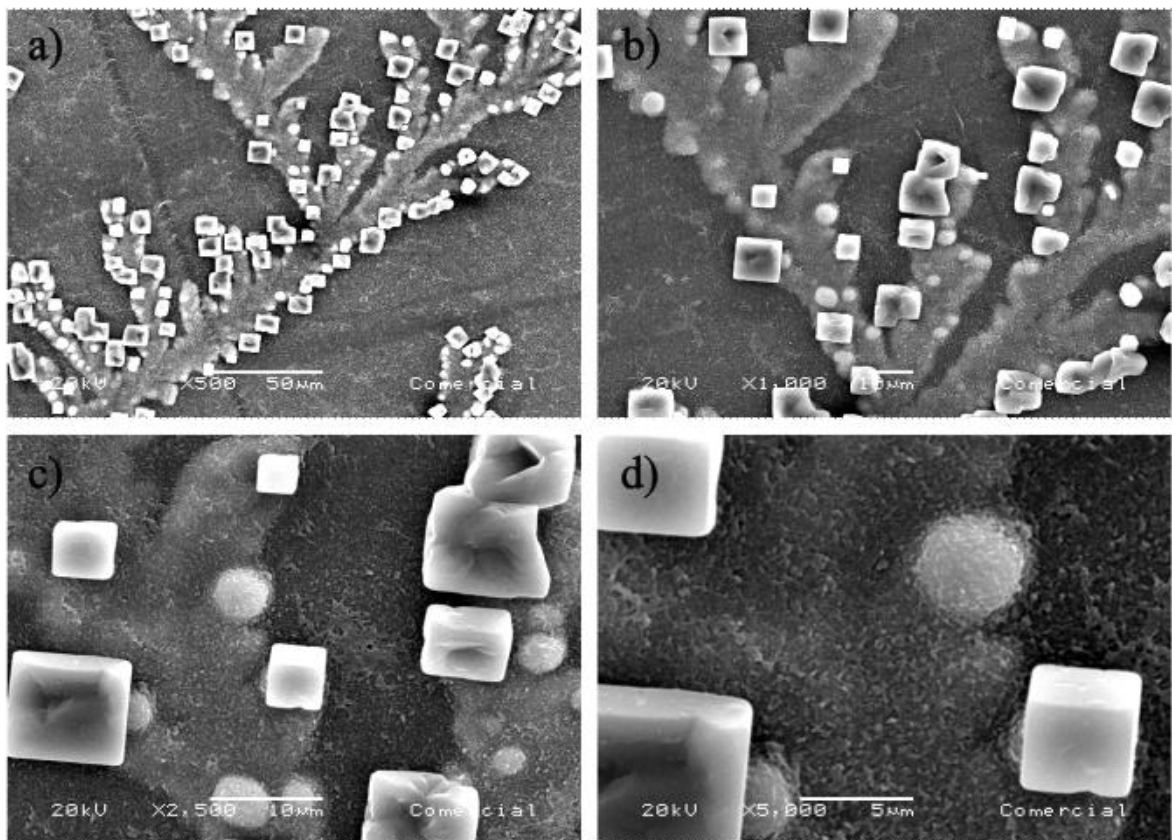


Figura 42. Morfología de la membrana comercial después de la filtración. a) Amplificación a 500x. b) Amplificación a 1,000x. c) Amplificación a 2,500x. d) Amplificación a 5,000x.

Acetato de celulosa:

En la superficie de la membrana de acetato de celulosa se puede observar que no existe tanto crecimiento de cristales a comparación de la membrana comercial (Figura 43). Por lo que una ventaja de usar este polímero para la desalinización de agua de mar, es que no sufre tanto por la incrustación de sales, haciéndolo conveniente para el reúso de los filtros.

Gracias a la porosidad que contiene la membrana de acetato de celulosa, se puede examinar en ampliificaciones de 2,500x y 5,000x que pequeños cristales de sal quedan atrapados dentro de los poros de la membrana (Figura 43c y d).

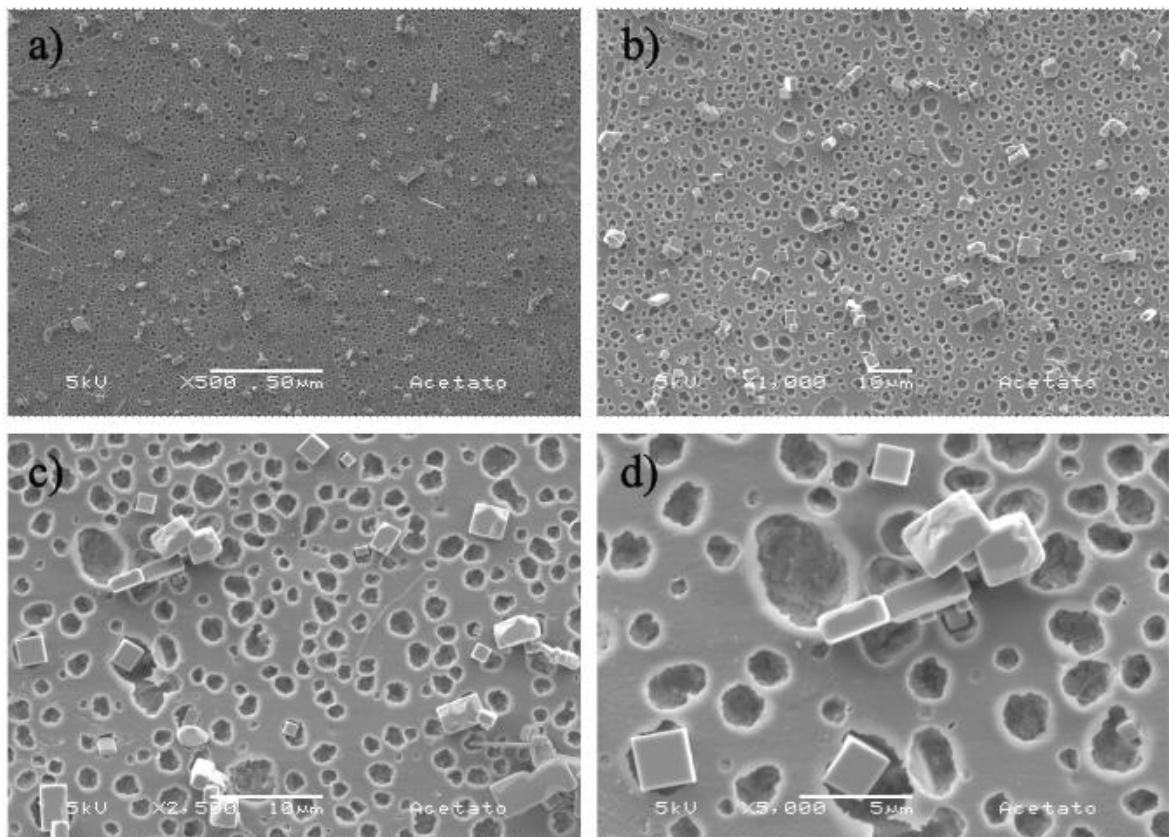


Figura 43. Morfología de la membrana de acetato de celulosa después de la filtración. a) Amplificación a 500x. b) Amplificación a 1,000x. c) Amplificación a 2,500x. d) Amplificación a 5,000x.

Acetato de celulosa-Carbón activado a una carga de 1.25 %

En el caso de la morfología de la membrana de Acetato de celulosa-Carbón activado a una carga de 1.25 % (Ac-C Carga 1.25 %) podemos examinar que la porosidad es distinta respecto a la membrana de acetato de celulosa (Figura 44). Por ello, en amplificación a 500x se encuentra un cristal grande (Figura 44a). Conforme aumentamos la amplificación a 1,000x, podemos visualizar que dentro de los poros de la membrana se encuentran pequeños cristales de sal (Figura 44b). Incluso, se puede ver un poro de gran profundidad. Mientras tanto, en las amplificaciones 2,500x y 5,000x es más clara la diversidad del tamaño de estos cristales y como se quedan incrustados en los poros de la membrana (Figura 44c y d).

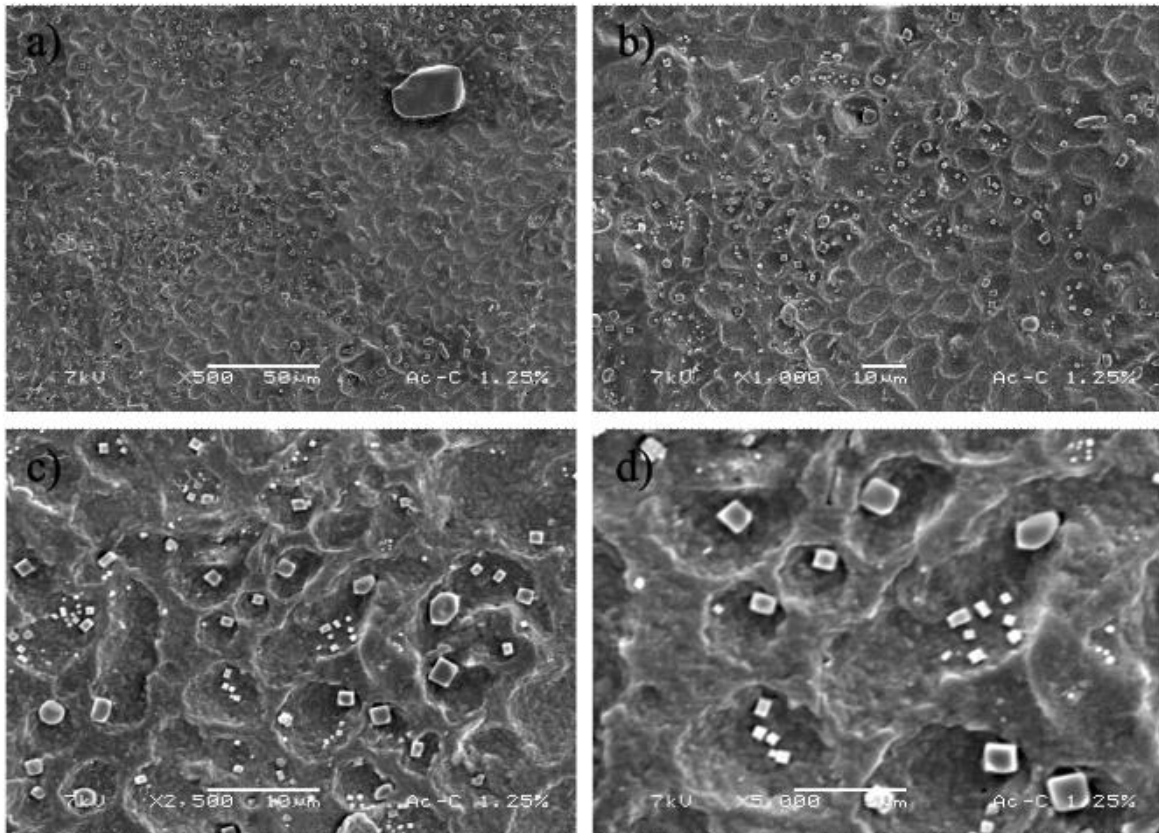


Figura 44. Morfología de la membrana de Ac-C Carga 1.25 % después de la filtración. a) Amplificación a 500x. b) Amplificación a 1,000x. c) Amplificación a 2,500x. d) Amplificación a 5,000x.

Acetato de celulosa-Diatomeas a una carga de 1.5 %

Se muestra la morfología de la membrana de acetato de celulosa-Diatomeas a una carga de 1.5 % (Ac-D Carga 1.5 %) en la figura 45. En primer lugar, aparenta un menor número incrustaciones de cristales en su superficie, como se observa en amplificación a 500x ya que sólo se llega a distinguir uno que otro cristal (Figura 45a). Ahora bien, si analizamos la amplificación a 1,000x, podemos señalar que algunos cristales de sal se fijaron dentro de la membrana, modificando un poco su aspecto, aunque otros se quedaron dentro de los poros de la membrana (Figura 45b). Se puede reafirmar lo expuesto con las amplificaciones 2,500x y 5,000x, debido a que es más notorio la modificación que sufrió la membrana por la incrustación de algunos cristales (Figura 45c y d).

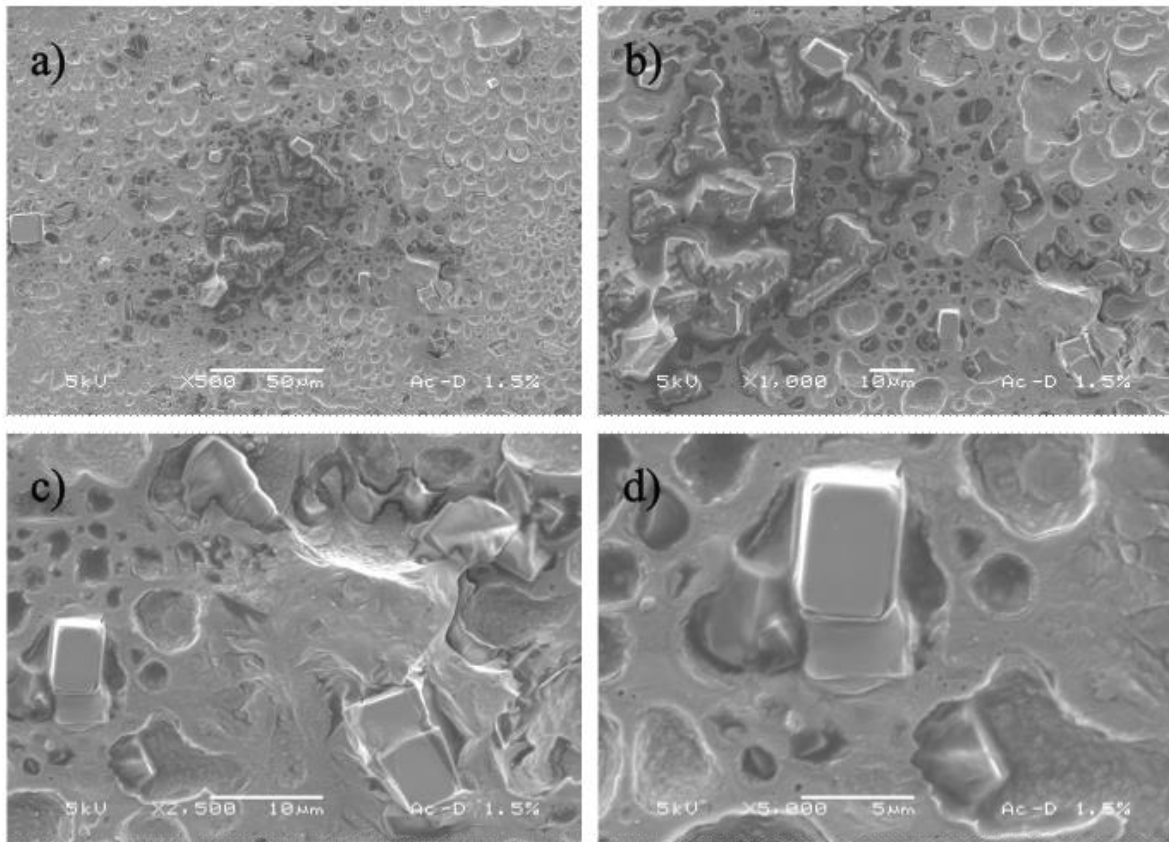


Figura 45. Morfología de la membrana de Ac-D Carga 1.5 % después de la filtración. a) Amplificación a 500x. b) Amplificación a 1,000x. c) Amplificación a 2,500x. d) Amplificación a 5,000x.

## Acetato de celulosa-Zeolitas a una carga de 1.5 %

De forma similar, en la superficie de la membrana hubo poca incrustación de cristales de sal a comparación de la membrana comercial (Figura 46).

Como se observa en la amplificación a 500x, algunos cristales quedan atrapados dentro de los poros de la membrana (Figura 46a). Es evidente en la amplificación a 2,500x que algunos cristales se incrustaron en forma de filas y está claro que la porosidad de la membrana Ac-Z Carga 1.5 % es un poco distinta aun cuando está hecha de acetato de celulosa (Figura 46c). En cuanto la amplificación a 5,000x se puede examinar los tamaños y formas de los cristales de sal, que en su mayoría son de cloruro de sodio (Figura 46d).

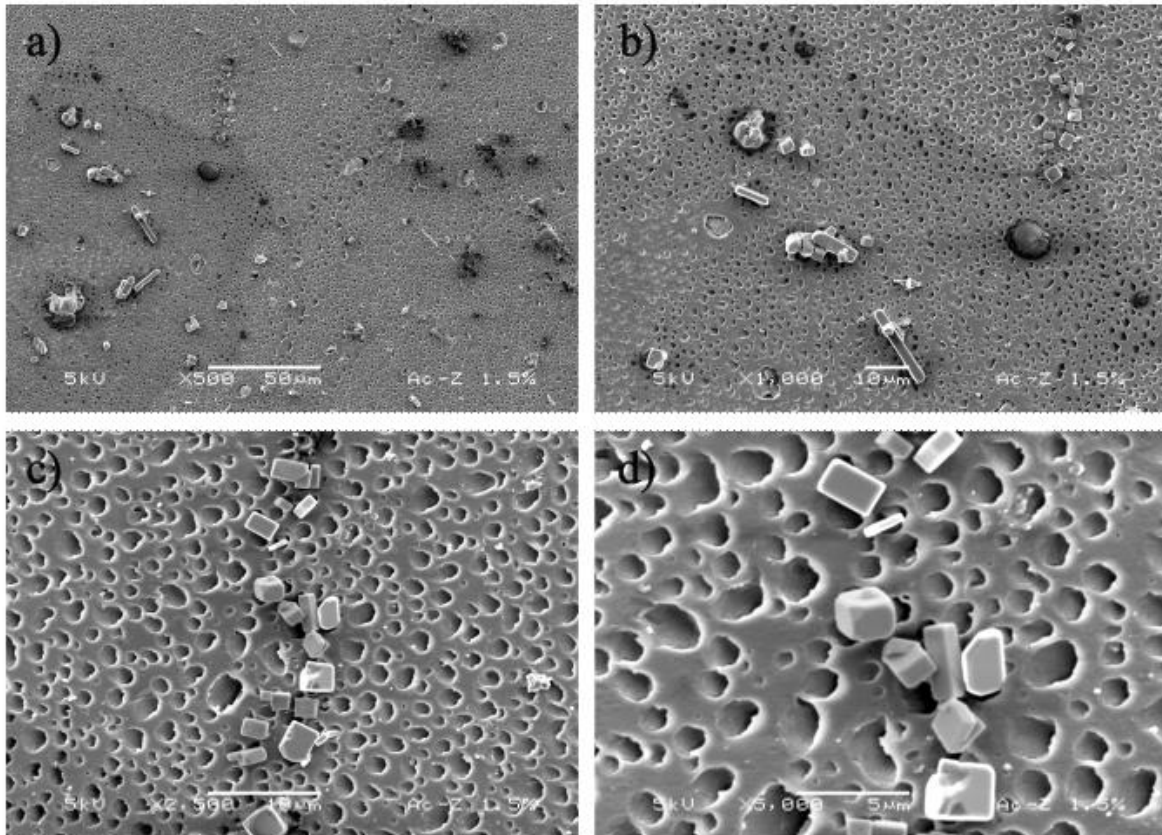


Figura 46. Morfología de la membrana de Ac-Z Carga 1.5 % después de la filtración. a) Amplificación a 500x. b) Amplificación a 1,000x. c) Amplificación a 2,500x. d) Amplificación a 5,000x.

## 6. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

El agua es una sustancia crucial para el desarrollo y la supervivencia de los seres vivos, su disponibilidad disminuye a medida que aumenta la población y como consecuencia del cambio climático (Damania y col., 2017). En todo el mundo, la desalinización es considerada una nueva fuente de abastecimiento de agua potable (McEvoy, 2014). Mundialmente en el año 2022, los porcentajes de las tecnologías instaladas de desalinización por membranas son las siguientes: ósmosis inversa 70 %, nanofiltración 4 % y electrodiálisis 2 %. Cabe destacar, que el alto porcentaje de los sistemas de desalinización por membranas está estrechamente relacionado con el auge de la tecnología de ósmosis inversa, ya que el número de plantas industriales ha aumentado significativamente en comparación con el resto de las tecnologías de membranas (Ríos-Arriola y col., 2022).

El presente trabajo tuvo como objetivo la elaboración de membranas de acetato de celulosa (Ac) modificadas para la desalinización del agua de mar. Primeramente, nos dimos a la tarea de evaluar la morfología, la pureza y la estructura de la materia prima. Por ello, se realizó una caracterización fisicoquímica mediante espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), microscopía electrónica de barrido (MEB), difracción de rayos X (DRX) y fluorescencia de rayos X (FRX).

Primeramente, se realizó la caracterización fisicoquímica de la membrana comercial de ósmosis inversa Walter Filter Hui Ning. Las características morfológicas de la membrana comercial fueron observadas por MEB. Se puede afirmar por investigaciones anteriores que el lado A de la membrana corresponde al polímero tereftalato de polietileno (PET) dada su estructura de fibras (Carosio y col., 2011). Mientras que el lado B posee una estructura granular o porosa, por lo que se deduce que corresponde al polímero de polisulfona (PSU) (Figura 23).

El espectro infrarrojo permite concluir que se compone de dos polímeros: polisulfona (PSU) y tereftalato de polietileno (PET) (Figura 24). Para el polímero de



polisulfona (PSU), los números de onda asociados fueron de  $2960\text{ cm}^{-1}$  la cual corresponde a la vibración de estiramiento asimétrico del enlace  $\nu_a(\text{C-H})$  (Sow Mun Lock y col., 2019). Así mismo, se observó el número de onda de  $2870\text{ cm}^{-1}$ , el cual es atribuible a la vibración de estiramiento simétrico del enlace  $\nu_s(\text{C-H})$  (Nasirian y col., 2019). En el número de onda de  $1580\text{ cm}^{-1}$  indica un enlace aromático en donde existe una vibración de estiramiento  $\nu(\text{C=C})$ . Además, el número de onda observado de  $1240\text{ cm}^{-1}$  está relacionada con el estiramiento vibracional asimétrico en el grupo éter  $\nu_a(\text{C-O-C})$ . La banda observada de  $1100\text{ cm}^{-1}$  es asignada a la vibración simétrica del grupo sulfonato  $\nu_s(\text{O=S=O})$  (Sow Mun Lock y col., 2019).

En cuanto al polímero de Tereftalato de polietileno (PET) mostró los números de onda de  $3050\text{ cm}^{-1}$  y  $1720\text{ cm}^{-1}$ . La primera corresponde al estiramiento del anillo aromático  $\nu(\text{C=H})$  y la segunda, que es más intensa, se debe a la vibración de estiramiento simétrico del enlace (C=O) del grupo éster  $\nu_s(\text{C=O})$ , (El-Saftawy y col., 2014).

Se prosiguió a realizar la caracterización fisicoquímica de las cargas inorgánicas, es decir las zeolitas, las diatomeas y el carbón activado, usadas en el presente trabajo para la modificación de las membranas de Ac.

Comenzando con la composición elemental de las zeolitas obtenidas por FRX, se puede concluir que tiene un alto grado de pureza, puesto que está formada mayoritariamente de óxido de aluminio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) y dióxido de silicio ( $\text{SiO}_2$ ). No obstante, sí presenta una de las impurezas más comunes que es la presencia de hierro (Guerra-González y col., 2021), mostrando alrededor de 1.20 % de óxido de hierro (III) (Cuadro 6). El espectro infrarrojo de las zeolitas (Figura 27) nos demuestra que tiene los grupos funcionales característicos de estos minerales (Guerra-González y col., 2021).

Conforme a la composición elemental de la tierra de diatomeas obtenidas por FRX, se puede concluir que tiene un alto grado de pureza, debido a que está formada mayoritariamente de dióxido de silicio ( $\text{SiO}_2$ ). Aunque, presentó impurezas de óxido de hierro (III) mostrando alrededor de 3.45 % (Cuadro 7). El espectro infrarrojo de la

tierra de diatomeas (Figura 29) nos demuestra que tiene los grupos funcionales característicos (De Stefano y col., 2005) (Ilia y col., 2009).

Respecto a la composición elemental del carbón activado obtenida por FRX se encontraron impurezas de silicio y fósforo (Cuadro 8). Aunque, cabe mencionar que el intervalo elemental recomendado en esta técnica incluye a los elementos químicos que van del sodio ( $Z=11$ ) al uranio ( $Z=92$ ) (Brauwer, 2013). El espectro infrarrojo del carbón activado (Figura 31) nos demuestra que tiene los grupos funcionales característicos (Allwar, 2012) (Sricharoenchaikul y col., 2008).

Finalmente se prosiguió con el análisis de las membranas de Ac modificadas. En relación a la morfología de las membranas de Ac, se observó la presencia de poros en ambos lados de la membrana (Figura 32) y estos tienen diferentes diámetros (Figura 33). Es importante mencionar que el hecho de que una membrana tenga una mayor porosidad, es un factor que facilita el porcentaje de desalinización (Ullah y col., 2018). El espectro IR permitió identificar los grupos funcionales característicos del Ac (Figura 34) (Fei y col., 2017) (Yıldız y col., 2019)

La caracterización fisicoquímica de la materia prima, la zeolita, el carbón activado, las diatomeas y el Ac, permitió identificar los grupos funcionales característicos de cada sustancia, un alto grado de pureza y una porosidad deseable.

Se procedió a fabricar membranas de Ac con las siguientes cargas inorgánicas: zeolitas, carbón activado y diatomeas y en diferentes proporciones de masa. Se ha demostrado en membranas nanocompuestas con nanopartículas de zeolitas, una mejoría en la permeabilidad del agua y el rechazo de sales (Jeong y col., 2007). Por otra parte, el carbón activado granular se ha utilizado como un pretratamiento para remover carbono orgánico disuelto, el cual es una fuente de nutrientes responsables para la bioincrustación (Monnot y col., 2016). Finalmente, la filtración con tierra de diatomeas ha sido un método eficaz para el tratamiento del agua potable de baja turbidez desde la Segunda Guerra Mundial (Fulton, 2000).

Con el propósito de realizar una comparación entre una membrana comercial de ósmosis inversa y membranas de acetato de celulosa modificadas con cargas

inorgánicas, se analizó el porcentaje de remoción de sales de cada una de estas membranas. La eficiencia de desalinización está influenciada por las condiciones del proceso y los parámetros relacionados con la membrana como: el grosor, el tamaño de los poros y la porosidad (Ullah y col., 2018). Se puede concluir que las cargas inorgánicas usadas en este trabajo (diatomeas, zeolitas y carbón activado) tienen porosidad deseable, que podría mejorar a la remoción de sales (Figuras 25, 28 y 30).

En este trabajo de investigación se utilizó el principio físico de filtración para la remoción de sales, en donde el área de filtrado fue pequeña. Sin embargo, a pesar de que esta investigación se hizo a microescala podemos destacar que la adición de materiales inorgánicos a las membranas de acetato de celulosa mejoró la capacidad de desalinización de éstas. La membrana que presentó mejor remoción de sales fue la membrana Ac-C Carga 1.25 % con un porcentaje de remoción de sales de 8.59 %, comparada con la comercial de ósmosis inversa que desalinizó alrededor de 6.81 %. (Figura 38). Los poros del carbón activado son mucho más pequeños a comparación de las diatomeas y las zeolitas, así dándole una mejor remoción de sales a la membrana de acetato de celulosa (Figura 30).

Hay que tener en cuenta, cuando se realizaron las mediciones de conductividad, salinidad y diferencia de densidad entre las soluciones filtradas y la matriz del agua de océano, fue indispensable tener por lo menos una variable ambiental controlada considerando que la salinidad depende de la temperatura, la densidad del fluido y, en menor grado, de la presión atmosférica. Las mediciones se realizaron en un cuarto de temperatura fija a 20 °C puesto que, todos los instrumentos están calibrados a esa temperatura.

Se procedió a analizar el promedio de desalinización respecto a las membranas usadas (Figura 38). Las membranas de Ac modificadas con carga inorgánica que presentaron mejor porcentaje de desalinización respecto a la membrana comercial fueron: Ac-C 1.25 % dando un porcentaje de desalinización de 8.59 %, Ac-D 1.5 % dando un porcentaje de desalinización de 8.37 % y Ac-Z 1.5 % que desalinizó alrededor de 8.24 %. La membrana de acetato de celulosa sin carga

desaliniza alrededor de 7.07 %, a comparación de la membrana comercial que desaliniza 6.81 %. Estos porcentajes de desalinización permiten concluir, que las membranas de acetato de celulosa modificadas mejoran su porcentaje de remoción de sales a partir de 1 % de carga adicionada.

Fue necesario observar la morfología de las membranas en MEB, después de haber sido usadas en la filtración del agua de mar para ver cambios en la misma.

Podemos finalizar mencionando que, las membranas fabricadas presentaron diferente morfología, ya que cada una de ellas mostró distintos tipos de poros, en general se observó buena incorporación de las diatomeas, las zeolitas y el carbón activado con la membrana dándoles buenas propiedades de adsorción. Al momento de ser probadas para la desalinización de agua, la membrana que más sufrió incrustaciones en su superficie fue la comercial de ósmosis inversa, algo que no es muy favorable puesto que es muy probable que no se pueda usar en más de un filtrado de agua de océano (Figura 42). En cuanto a las membranas de acetato de celulosa modificadas, solamente una parte de su superficie sufrió incrustación, una ventaja de esto es que pueden ser reutilizables de tal forma que se usen más de una vez para la filtración del agua de océano (Figuras 43, 44, 45 y 46). Pero para saber a plenitud, si una membrana puede usarse más de una vez es necesario indagar la capacidad de adsorción de estas, algo que no era objetivo de esta tesis de investigación.

## 7. CONCLUSIONES

La adición de los materiales inorgánicos a las membranas de acetato de celulosa mejoró la capacidad de desalinización de éstas. La membrana con mejor porcentaje de desalinización fue la de Ac-C Carga 1.25 % con un porcentaje de remoción de sales de 8.59 %; logrando una remoción de sales superior, comparada con la comercial de ósmosis inversa presenta 1.78 % de aumento en la desalinización.

La morfología de la membrana Ac-C Carga 1.25 % tiene mayor porosidad y es la responsable de que se presenten mayores sitios de adsorción de sales. La membrana comercial no presentó poros, sino que tiene morfología granular, por lo tanto, menor número de sitios activos de adsorción.

La adición de las cargas inorgánicas a la solución de acetato de celulosa no realizó cambios a la estructura de la misma.

Es importante mencionar que el área de filtrado fue pequeña, una de las posibles razones por las cuales se logró un bajo porcentaje de desalinización; si se aumenta el área de filtración y a ésta se le ejerciera más presión es posible que se logró una desalinización más eficiente en un menor tiempo.

## **8. PERSPECTIVAS**

Se espera que, en futuras investigaciones, se indague acerca de la capacidad de adsorción de las membranas después de un solo uso, así como determinar si es sencilla la limpieza de las mismas. De igual manera, es importante que se investigue como mejorar el porcentaje de desalinización de las membranas, ya sea cambiando el sistema físico o químico de desalinización por tecnología de membranas, así como verificar si añadir más carga inorgánica a las membranas de acetato de celulosa ayudaría a la desalinización. Así mismo, es necesario que se indague acerca de las membranas compuestas de más de un material polimérico, las cuales deben de cumplir la función de ser amigables con el medio ambiente y verificar si ayudarían con la desalinización del agua de océano. Por último, como las cargas inorgánicas fueron de grado industrial, es importante que en futuros trabajos se compare con diferente origen de las mismas, ya sea cambiando el grado de pureza del carbón activado, el origen de la tierra de diatomeas o el tipo de zeolitas. Con la finalidad de observar si hay mejora o no en la remoción de sales del agua de océano.

## 9. BIBLIOGRAFÍA

**Aliyu, U. M., Rathilal, S., & Isa, Y. M. (2018).** Membrane desalination technologies in water treatment: A review. *Water Practice and Technology*, 13(4), 738–752. doi:10.2166/wpt.2018.084

**Allwar, A. (2012).** Characteristics of Pore Structures and Surface Chemistry of Activated Carbons by Physisorption, Ftir And Boehm Methods. *IOSR journal of applied chemistry*, 2(1), 09-15. <https://doi.org/10.9790/5736-0210915>

**Ashby, M. F., Ferreira, P. J., & Schodek, D. L. (2009).** Design Environments and Systems. *Nanomaterials, Nanotechnologies and Design*, 291–402. doi:10.1016/b978-0-7506-8149-0.00011-8

**Brouwer, P. (2013).** Teoría de FRX: Familiarizándose con los principios. PANalytical.

**Buros, O. K. (2000).** The ABCs of Desalting (2.a ed., Vol. 30). International Desalination Association.

**Carosio, F., Alongi, J., & Frache, A. (2011).** Influence of surface activation by plasma and nanoparticle adsorption on the morphology, thermal stability and combustion behavior of PET fabrics. *European Polymer Journal*, 47(5), 893–902. doi:10.1016/j.eurpolymj.2011.01.009

**Carsten Meyer, J. (2010).** Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR): model development for inferring biogeochemical properties in the 3.6 Ma sediment record of Lake El'gygytgyn, NE Siberia. [Tesis de licenciatura, University of Cologne].

**Chaparro Díaz, L.K. (2020).** Celda de desalinización microbiana con biocátodo fotosintético: generación de energía, desalinización y reducción de DQO. [Tesis de maestría, Universidad de Alcalá].

**Cipollina, A., Micale, G., & Rizzuti, L. (2009).** Seawater Desalination: Conventional and Renewable Energy Processes (1.a ed.). Springer. doi:10.1007/978-3-642-01150-

**Clean Water Team (CWT) (2004).** Electrical conductivity/salinity Fact Sheet, FS3.1.3.0(EC). in: The Clean Water Team Guidance Compendium for Watershed Monitoring and Assessment, Version 2.0. Division of Water Quality, California State Water Resources Control Board (SWRCB), Sacramento, CA

**Cohen, Y., & Glater, J. (2010).** A tribute to Sidney Loeb —The pioneer of reverse osmosis desalination research. *Desalination and Water Treatment*, 15(1–3), 222–227. <https://doi.org/10.5004/dwt.2010.1762>

**Curcio, E., & Driolli, E.** Membranes for Desalination. [Google Academic]. *Seawater Desalination: Conventional and Renewable Energy Processes*. 6th ed. Palermo, Italia: Springer, **2009**. p. 41. [Consultado el 28 de Febrero de 2018]. Archivo en pdf.

**Curi, A., Granda, W. J. V., Lima, H. M., & Sousa, W. T. (2006).** Las Zeolitas y su Aplicación en la Descontaminación de Efluentes Mineros. *Información tecnológica*, 17(6), 111–118. <https://doi.org/10.4067/s0718-07642006000600017>

**Daer, S., Kharraz, J., Giwa, A., & Hasan, S. W. (2015).** Recent applications of nanomaterials in water desalination: A critical review and future opportunities. *Desalination*, 367, 37–48. doi:10.1016/j.desal.2015.03.030

**Damania, R.; Desbureaux, S.; Hyland, M.; Islam, A.; Moore, S.; Rodella, A.-S.; Russ, J.; Zaveri, E. (2017).** *The New Economics of Water Scarcity and Variability*; World Bank Group.

**De Carvalho, A.F. & Maubois, J.L.,** *Engineering Aspects of Milk and Dairy Products*. Boca Raton, **2010**.

**De Stefano, L., De Stefano, M., Rea, I., Moretti, L., Bismuto, A., Maddalena, P., & Rendina, I. (2005).** Optical characterisation of biological nano-porous silica structures. *Nanophotonic Materials and Systems II*. doi:10.1117/12.619450

**Dévora-Isiordia, G. E., González-Enríquez, R., & Ruiz-Cruz, S. (2012).** Evaluación de procesos de desalinización y su desarrollo en México. *SciELO*, 3(4).



[http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S2007-24222013000300002](http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S2007-24222013000300002)

**Elimelech, M., & Phillip, W. A. (2011).** The Future of Seawater Desalination: Energy, Technology, and the Environment. *Science*, 333(6043), 712–717. doi:10.1126/science.1200488

**EI-Saftawy, A. A., Elfalaky, A., Ragheb, M. S., & Zakhary, S. G. (2014).** Electron beam induced surface modifications of PET film. *Radiation Physics and Chemistry*, 102, 96–102. doi:10.1016/j.radphyschem.2014.04.025

**Fajardo Cadena, A. (2018).** Desalinización del agua: ¿Una alternativa sostenible para la potabilización del agua? [Monografía, Fundación Universidad de América].

**Fei, P., Liao, L., Cheng, B., & Song, J. (2017).** Quantitative analysis of cellulose acetate with a high degree of substitution by FTIR and its application. *Analytical Methods*, 9(43), 6194–6201. doi:10.1039/c7ay02165h

**Fulton, G. P. (2000).** Diatomaceous Earth Filtration for Safe Drinking Water. Amer Society of Civil Engineers.

**Gamboa, O. (2017, 27 marzo).** ¿Sabemos cuánta agua existe en México? Consejo Consultivo del Agua, A.C. Recuperado 19 de enero de 2021, de <https://www.aguas.org.mx/sitio/blog/noticias/item/1048-sabemos-cuanta-agua-existe-en-mexico.html#:~:text=Seg%C3%BAAn%20datos%20de%20la%20Comisi%C3%B3n,el%2033%25%20de%20este%20I%C3%ADquido>.

**Garrison, T., & Ellis, R. (2016).** *Oceanography: An invitation to marine science*. (Ninth edition). Cengage Learning.

**Goh, P. S., Matsuura, T., Ismail, A. F., & Hilal, N. (2016).** Recent trends in membranes and membrane processes for desalination. *Desalination*, 391, 43–60. doi:10.1016/j.desal.2015.12.016

**Gómez, C., González, R. & Viruela, R. (2009).** CONDUCTIVIDAD DE LAS DISOLUCIONES ELECTROLITICAS. Universidad de Valencia. Recuperado 10 de octubre de 2022, de [http://ocw.uv.es/ciencias/1-1/teo\\_conductividad\\_nuevo.pdf](http://ocw.uv.es/ciencias/1-1/teo_conductividad_nuevo.pdf)

**Grueso-Domínguez, M., Castro-Jiménez, C., Correa-Ochoa, M., & Saldarriaga-Molina, J. (2019).** Estado del arte: desalinización mediante tecnologías de membrana como alternativa frente al problema de escasez de agua dulce. *Revista Ingenierías Universidad de Medellín*, 18(35), 69–89. <https://doi.org/10.22395/rium.v18n35a5>

**Guerra-González, Y., Almenares-Reyes, R. S., Tito-Robles, W., Aldino-Utria, A., & Danguillecourt-Álvarez, E. (2021).** Influencia de la temperatura en la descomposición térmica de las tobas zeolitizadas del yacimiento caimanes. *Revista Cubana de Química*, 33(1), 117-137. <http://scielo.sld.cu/pdf/ind/v33n1/2224-5421-ind-33-01-117.pdf>

**Hancock, N. (2021, 29 septiembre).** Solar Water Distillation. Safe Drinking Water Foundation. Recuperado 20 de enero de 2022, de <https://www.safewater.org/factsheets-1/2016/12/8/solar-water-distillation>

**Iliá, I., Stamatakis, M., & Perraki, T. (2009).** Mineralogy and technical properties of clayey diatomites from north and central Greece. *Open Geosciences*, 1(4). doi:10.2478/v10085-009-0034-3

**Jeong, B. H., Hoek, E. M., Yan, Y., Subramani, A., Huang, X., Hurwitz, G., Ghosh, A. K., & Jawor, A. (2007).** Interfacial polymerization of thin film nanocomposites: A new concept for reverse osmosis membranes. *Journal of Membrane Science*, 294(1-2), 1-7. <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2007.02.025>

**Kalogirou, S. (2005).** Seawater desalination using renewable energy sources. *Progress in Energy and Combustion Science*, 31(3), 242–281. doi:10.1016/j.pecs.2005.03.001

**María-Sánchez, J., Casañas-González, A., García Sánchez-Colomer, M. R., Zarzo-Martínez, A. J., Gonzalo-Pérez, M., Gallego-López, S., Marcó-Gratacós, J., Benito-Martínez, B., Monforte-Monleón, L., Urgoiti-Moinot, N., Pérez-Recuerda, M. R.,**

Aznar-Múñoz, R., Luque-Montilla, F., Guerrero-Gallego, L., & Roset-Álvarez, J. (2009). Guía de Desalación: aspectos técnicos y sanitarios en la producción de agua de consumo humano. MINISTERIO DE SANIDAD Y POLÍTICA SOCIAL.

**Maynard, E., & Whapham, C. (2020).** Quality and supply of water used in hospitals. Decontamination in Hospitals and Healthcare, 45–69. doi:10.1016/b978-0-08-102565-9.00003-0

**McEvoy, J. (2014).** Desalination and Water Security: The Promise and Perils of a Technological Fix to the Water Crisis in Baja California Sur, Mexico. Water alternatives, 7(3), 518-541. [https://scholarworks.montana.edu/xmlui/bitstream/handle/1/8803/McEvoy\\_WA\\_10\\_2014.pdf?sequence=1](https://scholarworks.montana.edu/xmlui/bitstream/handle/1/8803/McEvoy_WA_10_2014.pdf?sequence=1)

**Micale, G., Cipollina, A., & Rizzuti, L. (2009).** Seawater Desalination for Freshwater Production. Seawater Desalination, 1–15. doi:10.1007/978-3-642-01150-4\_1

**Miller, J.** Review of Water Resources and Desalination Technologies. Materials Chemistry Department, Sandia National Laboratories, 2003. <http://www.prod.sandia.gov/cgi-bin/techlib/access-control.pl/2003/030800.pdf>

**Millero, F. J. (2013).** Chemical Oceanography (Fourth Edition). Amsterdam University Press.

**Monnot, M., Laborie, S., & Cabassud, C. (2016).** Granular activated carbon filtration plus ultrafiltration as a pretreatment to seawater desalination lines: Impact on water quality and UF fouling. Desalination, 383, 1–11. doi:10.1016/j.desal.2015.12.010

**Nasirian, D., Salahshoori, I., Sadeghi, M., Rashidi, N., & Hassanzadeganroudsari, M. (2019).** Investigation of the gas permeability properties from polysulfone/polyethylene glycol composite membrane. Polymer Bulletin. doi:10.1007/s00289-019-03031-3

**Ospina-Guarín, V. M., Buitrago-Sierra, R., & López-López, D. P. (2014).** Preparación y caracterización de carbón activado a partir de torta de higuera. *Tecnológicas*, 17(32), 75–84. <https://doi.org/10.22430/22565337.207>

**Ozaki, H., & Li, H. (2002).** Rejection of organic compounds by ultra-low pressure reverse osmosis membrane. *Water Research*, 36(1), 123–130. doi:10.1016/s0043-1354(01)00197-x

**Prasad, S. G., De, A., & De, U. (2011).** Structural and Optical Investigations of Radiation Damage in Transparent PET Polymer Films. *International Journal of Spectroscopy*, 2011, 1–7. doi:10.1155/2011/810936

**Ríos-Arriola, J., Velázquez, N., Aguilar-Jiménez, J. A., Dévora-Isiordia, G. E., Cásares-de la Torre, C. A., Corona-Sánchez, J. A., & Islas, S. (2022).** State of the Art of Desalination in Mexico. *Energies*, 15(22), 8434. <https://doi.org/10.3390/en15228434>

**Ruíz-Mazón, V. (2001).** La desalinización, una alternativa para el abastecimiento de agua en México. [Tesis de licenciatura, Universidad Autónoma de México].

**Sánchez, J. (2020, 27 mayo).** Qué es la tierra de diatomeas y para qué sirve. *ecologiaverde.com*. Recuperado 19 de mayo de 2022, de <https://www.ecologiaverde.com/que-es-la-tierra-de-diatomeas-y-para-que-sirve-1687.html>

**Sears, F.W., Zemansky, M.W., Young, H.D., & Freedman, R.A. (2004).** Física universitaria (Undécima edición). Pearson.

**Shaffer, D. L., Arias Chavez, L. H., Ben-Sasson, M., Romero-Vargas Castrillón, S., Yip, N. Y., & Elimelech, M. (2013).** Desalination and Reuse of High-Salinity Shale Gas Produced Water: Drivers, Technologies, and Future Directions. *Environmental Science & Technology*, 47(17), 9569-9583. <https://doi.org/10.1021/es401966e>

**Shannon, M. A., Bohn, P. W., Elimelech, M., Georgiadis, J. G., Marñas, B. J., & Mayes, A. M. (2008).** Science and technology for water purification in the coming decades. *Nature*, 452(7185), 301–310. <https://doi.org/10.1038/nature06599>

**Shatat, M., & Riffat, S.B. (2012).** Water desalination technologies utilizing conventional and renewable energy sources. *International Journal of Low-Carbon Technologies*, 9(1), 1–19. doi:10.1093/ijlct/cts025

**Shibata, T. (2004).** 5.6 Cellulose acetate in separation technology. *Macromolecular Symposia*, 208(1), 353–370. doi:10.1002/masy.200450415

**Solís, C. A., Vélez, C. A., & Ramírez, J. S. (2016).** Tecnología de membranas: desarrollo histórico. Universidad Católica de Pereira, 89–98. [https://www.researchgate.net/publication/304175336\\_Tecnologia\\_de\\_membranas\\_desarrollo\\_historico](https://www.researchgate.net/publication/304175336_Tecnologia_de_membranas_desarrollo_historico) *Membrane technology historical development*

**Sow Mun Lock, S., Keong Lau, K., Mohd Shariff, A., Fong Yeong, Y., & Jusoh, N. (2019).** Experimental Study of CO<sub>2</sub> Plasticization in Polysulfone Membrane for Biogas Processing. *Anaerobic Digestion*. doi:10.5772/intechopen.80957

**Sricharoenchaikul, V., Pechyen, C., Aht-ong Duangdao, & Atong, D. (2008).** Preparation and Characterization of Activated Carbon from the Pyrolysis of Physic Nut (*Jatropha curcas* L.) Waste. *Energy & Fuels*, 22(1), 31–37. doi:10.1021/ef700285u

**Stewart, R.H. (2000).** Introduction to Physical Oceanography. Department of Oceanography, Texas A & M University.

**Takenaka, K., Miyazaki, A., & Setsuhara, Y. (2014).** Molecular-structure variation of organic materials irradiated with atmospheric pressure plasma. *Journal of Physics: Conference Series*, 518, 012018. doi:10.1088/1742-6596/518/1/012018

**Tyler, R. H., Boyer, T. P., Minami, T., Zweng, M. M. & Reagan, J. R. (2017).** Electrical conductivity of the global ocean. *Earth, Planets and Space*, 69(1). <https://doi.org/10.1186/s40623-017-0739-7>

**Ullah, R., Khraisheh, M., Esteves, R. J., McLeskey, J. T., AlGhouti, M., Gad-el-Hak, M., & Vahedi Tafreshi, H. (2018).** Energy efficiency of direct contact membrane distillation. *Desalination*, 433, 56–67. doi:10.1016/j.desal.2018.01.025

**Vázquez-Nin, G., & Echeverría-Martínez, O. (2000).** Introducción a la microscopía electrónica aplicada a las ciencias biológicas. Fondo de Cultura Económica.

**Yıldız, Ş., Morcali, M. H., Ziba, C. A., Copcu, B., & Dolaz, M. (2019).** Synthesis and Characterization of Cellulose Derivatives from Industrial Towel Waste. *ChemistrySelect*, 4(28), 8358–8364. doi:10.1002/slct.201900398