



Universidad Autónoma de Querétaro

Facultad de Química

Maestría en Ciencia y Tecnología Ambiental

**Desarrollo de membranas constituidas por materiales con  
contenido de óxidos e hidróxidos de hierro para la disminución  
de arsénico en agua**

**TESIS**

Que como parte de los requisitos para obtener el grado de Maestra en  
Ciencia y Tecnología Ambiental

**PRESENTA**

**I. T. A. Lourdes Romero Velázquez**

Dirigida por:

**Tutor: Dr. Víctor Pérez Moreno**

**Codirector: Dra. Sofía Esperanza Garrido Hoyos**

Centro Universitario  
Querétaro, Qro.  
Diciembre, 2017



Universidad Autónoma de Querétaro  
Facultad de Química  
Maestría en Ciencia y Tecnología Ambiental

**Desarrollo de membranas constituidas por materiales con  
contenido de óxidos e hidróxidos de hierro para la disminución de  
arsénico en agua**

**TESIS**

Que como parte de los requisitos para obtener el grado de  
Maestra en Ciencia y Tecnología Ambiental

PRESENTA:

**I.T.A. Lourdes Romero Velázquez**

Dr. Víctor Pérez Moreno  
Presidente

  
Firma

Dra. Sofía Esperanza Garrido Hoyos  
Secretario

  
Firma

Dr. Rufino Nava Mendoza  
Vocal

  
Firma

Dr. Miguel Ángel Ramos López  
Suplente

  
Firma

Dr. Miguel Ángel Rico Rodríguez  
Suplente

  
Firma

  
M.S.P Sergio Pacheco Hernández  
Director de la Facultad

  
Dra. Ma. Guadalupe Flavia Loarca Piña  
Director de Investigación y Posgrado

Centro Universitario  
Querétaro, Qro.  
Diciembre, 2017

*Gracias Dios, porque me has mostrado que tus planes son perfectos y veo la culminación de otro ciclo de mi vida. A mis padres Salustia y Francisco, gracias por su amor, sus consejos y por estar conmigo en todo momento. A mis hermanos Rita, Ángel, Guadalupe y Ricardo, gracias por su amor y su apoyo incondicional. A mis sobrinos Adrián, Diego, Eliut y la pequeña Lucian, gracias por enseñarme la belleza del amor de la manera más pura y sincera.*

*Gracias a mis abuelitos y mis abuelitas que ya no están aquí físicamente pero siguen en mi corazón por medio de sus enseñanzas.*

## **Agradecimientos**

A CONACYT por la beca otorgada para realizar los estudios de Maestría en Ciencia y Tecnología Ambiental.

A la Universidad Autónoma de Querétaro a través de la Facultad de Química y la Facultad de Ingeniería por el apoyo brindado para la realización del trabajo de tesis.

Al instituto Mexicano de Tecnología del Agua por otorgar el permiso en el uso de sus instalaciones para realizar las pruebas experimentales.

Al Dr. Víctor Pérez Moreno por su apoyo y dirección en el proyecto, así como al comité de tesis.

A la Dra. Sofía Esperanza Garrido Hoyos por su apoyo, sus consejos y su dirección en el transcurso del proyecto y en la vida profesional.

Al Dr. Rodrigo R. Velázquez Castillo y al Dr. Rufino Nava Mendoza por su apoyo y sus enseñanzas en la realización de este proyecto.

A mis compañeros de generación MCTA 2015-2017 gracias por su amistad, fue muy divertido compartir esta etapa con ustedes.

A mis compañeros del IMTA Isela, Lore, Roger y José Luis, gracias por sus enseñanzas y su amistad.

A Erick, gracias por tu cariño, tus consejos y tu apoyo incondicional. A Roberto gracias por ser un gran amigo. A Neftalí, Omar, Jaime y Pedro, gracias por permanecer en esta etapa y por su amistad.

## RESUMEN

La presencia de arsénico en el medio ambiente ha sido una de las principales causas de contaminación en aguas superficiales y subterráneas. El arsénico se puede encontrar en cuatro estados de oxidación, como arsénico trivalente ( $\text{As}^{+3}$ ), arsénico pentavalente ( $\text{As}^{+5}$ ), arsina ( $\text{As}^{-3}$ ) y arsénico elemental ( $\text{As}^0$ ). Se encuentra principalmente en  $\text{As}^{+3}$  y  $\text{As}^{+5}$  en aguas subterráneas. Es importante proponer el uso de nuevas tecnologías para la remediación del agua potable contaminada con arsénico. Los materiales compuestos de óxidos e hidróxidos de hierro han sido de gran afinidad con el arsénico, ya que permiten la retención de este metal en su superficie. En el presente trabajo, las membranas de disco porosas MDP's fueron desarrolladas por un material adsorbente y dos aditivos. El material fue sintetizado y caracterizado, obteniendo un área superficial de  $55,005 \text{ m}^2 \cdot \text{g}$  y un diámetro de poro de  $34.11 \text{ \AA}$ , el material tiene una estructura cristalina y tiende a cambiar su composición química a partir de  $281 \text{ }^\circ \text{C}$ .

Se realizó un diseño factorial  $2^3$  para obtener las condiciones óptimas para la preparación de las membranas en los factores de material adsorbente goethita ( $\text{FeOOH}$ ), aglutinante ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) y lubricante ( $\text{C}_{18}\text{H}_{36}\text{O}_2$ ). Las membranas se prensaron a 1.5 toneladas y se sinterizaron a  $600 \text{ }^\circ \text{C}$ , convirtiendo el material de goethita ( $\text{FeOOH}$ ) a hematita ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ). Las condiciones óptimas se obtuvieron con un área superficial de  $49,44 \text{ m}^2 \cdot \text{g}$  para la membrana MDP6. Se realizó un análisis de difracción de rayos x para corroborar que las membranas están conformadas por hematita, posteriormente a la sinterización se analizó la membrana calcinada a  $600 \text{ }^\circ \text{C}$  y se obtuvo un área superficial del  $39.4249 \text{ m}^2 \cdot \text{g}$  y un diámetro de poro de  $83.01 \text{ \AA}$ . Finalmente se realizó la cinética de adsorción para cinco membranas con las mismas características de la membrana MDP6. De acuerdo a la cinética se observó que la membrana MDP2 mostró una eliminación del 41% de arsénico ( $\text{As (V)}$ ) a una concentración de  $0.49 \text{ mg/L}$ .

**Palabras clave:** arsénico, membrana, goethita, hematita, adsorción

## ABSTRACT

The presence of arsenic in the environment has been one of the main causes of contamination in surface and underground water. Arsenic can be found in four oxidation states, such as trivalent arsenic ( $\text{As}^{+3}$ ), pentavalent arsenic ( $\text{As}^{+5}$ ), arsine ( $\text{As}^{-3}$ ) and elemental arsenic ( $\text{As}^0$ ). It is mainly found as  $\text{As}^{+3}$  and  $\text{As}^{+5}$  in groundwater. It is important to propose the use of new technologies for the remediation of drinking water contaminated with arsenic. The materials composed of oxides and hydroxides of iron have been of great affinity to the arsenic, since they allow the retention of this metal in its surface. In the present work, MDP's membranes were developed by an adsorbent material and two additives. The material was synthesized and characterized, obtaining a surface area of  $55.005 \text{ m}^2 \cdot \text{g}$  and a pore diameter of  $34.11 \text{ \AA}$ , the material has a crystalline structure and tends to change its chemical composition from  $281 \text{ }^\circ\text{C}$ .

A  $2^3$  factorial design was performed for to obtain the optimal conditions for the preparation of the membranes for the factors of adsorbent material goethite ( $\text{FeOOH}$ ), Binder ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) and Lubricant ( $\text{C}_{18}\text{H}_{36}\text{O}_2$ ). The membranes were pressed to 1.5 tons and sintered at  $600 \text{ }^\circ\text{C}$ , converting the goethite material ( $\text{FeOOH}$ ) to hematite ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ). X ray diffraction was performed to verify that the material changes from phase to hematite by sintering at high temperatures. After sintering, the membrane was analyzed by physisorption of nitrogen and was obtained a surface area of  $39.4249 \text{ m}^2 \cdot \text{g}$  and a pore diameter of  $83.01 \text{ \AA}$ . Finally the adsorption kinetics was performed for five membranes with the same characteristics of the MDP6 membrane. According to the kinetics, it was observed that the MDP2 membrane showed an elimination of 41% of arsenic ( $\text{As (V)}$ ) at a concentration of  $0.49 \text{ mg L}^{-1}$ .

**Keywords:** arsenic, membrane, goethite, hematite, adsorption

# ÍNDICE

<b>1. INTRODUCCIÓN</b> .....	1
<b>2. MOTIVACIÓN DE LA PROPUESTA</b> .....	2
<b>3. FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA</b> .....	4
<b>3.1 Agua en México</b> .....	4
<b>3.2 Arsénico</b> .....	5
<b>3.3 Toxicidad de arsénico</b> .....	7
<b>3.4 Tecnologías utilizadas para la eliminación del arsénico</b> .....	8
<b>3.5 Adsorción</b> .....	13
<b>3.6 Medios adsorbentes</b> .....	15
3.6.1 Alúmina activada.....	15
3.6.2 Goethita .....	16
3.6.3 Hematita .....	16
3.6.4 Zeolitas recubiertas.....	17
<b>3.7 Desarrollo de membranas</b> .....	18
3.7.1 Membranas cerámicas.....	18
<b>4. HIPÓTESIS</b> .....	21
<b>5. OBJETIVOS</b> .....	22
<b>5.1 Objetivo general</b> .....	22
<b>5.2 Objetivos particulares</b> .....	22
<b>6. METODOLOGÍA</b> .....	23
<b>6.1 Síntesis de material adsorbente goethita sintética, FeOOH</b> .....	23
<b>6.2 Análisis de las propiedades estructurales del material sintetizado</b> .....	24
6.2.1 Técnica de fisisorción de nitrógeno.....	24
6.2.2 Difracción de rayos X.....	24
6.2.3 Análisis termogravimétrico .....	25
6.2.4 Microscopia Electrónica de Barrido (SEM) .....	25
<b>6.3 Determinación de la influencia de las fracciones de material sintetizado, aglutinante y lubricante en la elaboración de membranas porosas “MDP’s”</b> .....	26
6.3.1 Diseño experimental 2 <sup>K</sup> .....	27

<b>6.4 Análisis de las propiedades estructurales de las membranas de disco porosas MDP's.</b>	30
6.4.1 Técnica de fisisorción de nitrógeno.....	30
6.4.2 Difracción de rayos X.....	30
6.4.3 Análisis FTIR (Espectrofotómetro infrarrojo por transformada de Fourier)	30
6.4.4 Microscopia Electrónica de Transmisión STEM (Scanning Transmission Electron Microscopy)	31
<b>6.5 Determinación de la eficiencia en la disminución de arsénico mediante el uso de membranas porosas MDP's.</b>	32
6.5.1 Cinética de remoción de arsénico en pruebas en continuo .....	32
<b>7. RESULTADOS Y DISCUSIÓN</b>	35
7.1 Síntesis de material adsorbente goethita sintética, FeOOH.....	35
7.2 Análisis de las propiedades estructurales del material sintetizado.....	36
7.2.1 Técnica de fisisorción de nitrógeno.....	36
7.2.2 Difracción de rayos X.....	37
7.2.3 Análisis termogravimétrico (TGA) .....	38
7.2.4 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) .....	40
<b>7.3 Determinación de la influencia de las fracciones de goethita sintética, aglutinante y lubricante en la elaboración de membranas porosas “MDP's”</b>	41
7.3.1 Determinación de tamaño de partícula .....	41
7.3.2 Selección del aglutinante .....	42
7.3.3 Selección del lubricante .....	42
7.3.4 Prensado .....	42
7.3.5 Sinterizado.....	42
7.3.6 Diseño experimental 2 <sup>k</sup> .....	43
<b>7.4 Análisis de las propiedades estructurales de las membranas de disco porosas MDP's.</b>	49
7.4.1 Técnica de fisisorción de nitrógeno.....	49
7.4.2 Difracción de rayos X.....	49
7.4.3 Análisis FTIR (Espectrofotómetro infrarrojo por transformada de Fourier)	50
7.4.4 Microscopia Electrónica de Transmisión STEM (Scanning Transmission Electron Microscopy)	51

<b>7.5 Determinación de la eficiencia en la disminución de arsénico mediante el uso de membranas porosas MDP's.....</b>	<b>53</b>
7.5.1 Cinética de remoción de arsénico en pruebas en continuo .....	53
<b>8. CONCLUSIONES .....</b>	<b>57</b>
<b>9. REFERENCIAS.....</b>	<b>58</b>

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> Diagrama de pourbaix de arsénico en solución acuosa (Lu y Zhu, 2011)	6
<b>Figura 2.</b> Proceso de adsorción en materiales (Dai y col., 2016)	14
<b>Figura 3.</b> Características para la aplicación de tecnología de membranas (D'Ambrosio, 2005)	18
<b>Figura 4.</b> Prototipo de prueba de membranas MDP's (Muciño, 2017)	32
<b>Figura 5.</b> Materia prima para la elaboración de membranas goethita sintética	35
<b>Figura 6.</b> Gráfica de adsorción y desorción de nitrógeno	37
<b>Figura 7.</b> Difractograma de goethita sintética	38
<b>Figura 8.</b> Gráfica de análisis termogravimétrico de la goethita sintética	39
<b>Figura 9.</b> Microscopía electrónica de barrido de la goethita sintética	40
<b>Figura 10.</b> Determinación de tamaño de partícula	41
<b>Figura 11.</b> Diagrama de Pareto de área superficial	46
<b>Figura 12.</b> Gráfica de efectos principales para área superficial	47
<b>Figura 13.</b> Características finales membranas MDP's	48
<b>Figura 14.</b> Difractograma de membrana MDP's condiciones óptimas	50
<b>Figura 15.</b> FTIR membrana 0.025 g C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub> (lubricante)	51
<b>Figura 16.</b> Micrografía membrana MDP6 sinterizada a 600°C	52
<b>Figura 17.</b> Cinética de membranas MDP's	54
<b>Figura 18.</b> Cinética pseudo segundo orden de membranas MDP's	55

## ÍNDICE DE CUADROS

<b>Cuadro 1.</b> Tipos de membranas y sus características (Osorio y col., 2010).....	11
<b>Cuadro 2.</b> Tecnologías para la remoción de arsénico (Garrido y col., 2006).....	12
<b>Cuadro 3.</b> Diseño experimental desarrollo de membranas MDP's .....	28
<b>Cuadro 4.</b> Matriz de diseño experimental MDP's.....	28
<b>Cuadro 5.</b> Resultado de SBET materia prima.....	36
<b>Cuadro 6.</b> Diseño experimental de membranas .....	43
<b>Cuadro 7.</b> Resultados diseño experimental área superficial.....	44
<b>Cuadro 8.</b> Análisis de varianza (ANOVA) .....	45
<b>Cuadro 9.</b> Estadístico R-cuadrada.....	45
<b>Cuadro 10.</b> Condiciones óptimas para la preparación de membranas MDP's.....	47
<b>Cuadro 11.</b> Caracterización de SBET para MDP6 sinterizada a 600 °C.....	49
<b>Cuadro 12.</b> Cinética de adsorción de membranas MDP's .....	53
<b>Cuadro 13.</b> Ecuación tendencia lineal de membranas MDP's .....	56
<b>Cuadro 14.</b> Constantes de adsorción ecuación de pseudo segundo orden .....	56

# 1. INTRODUCCIÓN

En los últimos años se han presentado diversos problemas acerca de la distribución de agua, la demanda de agua procede de su empleo en la agricultura, que representa un 70% del consumo global. El agotamiento de los recursos hídricos se ha triplicado en los últimos cincuenta años, lo cual implica que las aguas freáticas disminuyan, al no reestablecerse sus caudales (Fontana, 2013). El reto para el sector público y privado es disminuir los contaminantes que se derivan de los procesos industriales, extracción de materiales mineros entre otros. El arsénico es un elemento natural, que se encuentra en la corteza terrestre y resulta ser tóxico para el organismo, principalmente si se encuentra en su forma de As (III) o As (V) (Ramírez, 2013).

En la actualidad existen procesos y tecnologías que han sido valoradas para la remoción de arsénico del agua, procesos que comprenden desde tratamientos en plantas potabilizadoras convencionales y métodos domiciliarios, hasta tecnologías *in situ* (Francisca y Carro, 2014). Se han intentado aplicar tecnologías en la reducción de la contaminación de arsénico en agua, tales como la adsorción, precipitación química, intercambio iónico, filtración por membrana, destilación por membrana y procesos híbridos (Pal, 2015). La hematita, goethita y materiales de óxido de hierro e hidróxido férrico han sido utilizados como materiales para adsorción de arsénico ya que conducen a la baja lixiviación del arsénico adsorbido con respecto al adsorbente agotado (Ghanizadeh y col., 2010). Entre las mejores tecnologías para remoción de arsénico en agua se encuentra la adsorción, co-precipitación y adsorción sobre flóculos, procesos de membranas, adsorbentes como los óxidos de hierro modificados y la alúmina activada (Jadhav y col., 2015). En los últimos años el proceso de adsorción en conjunto con la tecnología de membranas ha sido de gran relevancia ya que estudios recientes han reportado la eficiencia en dicho proceso de microfiltración por medio de membranas donde el arsénico es removido (Sklari, 2015). El objetivo de este proyecto de investigación es el desarrollo de membranas MDP's, conformadas por minerales con contenido de óxidos e hidróxidos de hierro para la disminución de arsénico en agua.

## 2. MOTIVACIÓN DE LA PROPUESTA

El arsénico es un metaloide que se encuentra de manera natural en la corteza terrestre y su presencia depende principalmente de la formación geológica, se encuentra en la naturaleza en forma de minerales que contienen azufre como el realgar ( $\text{As}_4\text{S}_4$ ), oropimente ( $\text{As}_4\text{S}_6$ ) arsenopirita ( $\text{FeAsS}$ ), escorodita ( $\text{FeAsO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) (Jiménez, 2001; Lenntech y col., 2007; Apaza y Calcina, 2014). De igual forma la presencia de arsénico en el ambiente no depende únicamente de las fuentes naturales, sino también como resultado de actividades antrópicas como, lixiviados de minas, efluentes industriales y por el uso de plaguicidas. Desde el punto de vista de toxicidad, el arsénico se puede encontrar como  $\text{As}^{3+}$  y  $\text{As}^{5+}$ , considerando el primer estado de oxidación más toxico; en la mayoría de los casos puede encontrarse en agua subterránea y acumulado en alimentos cosechados (Sayago y col., 2012) dicho metaloide ingresa al organismo por vía bucal y su absorción depende de la lipo solubilidad del compuesto. Sin embargo el consumo prolongado de agua y alimentos contaminados con especies arsenicales, produce alteraciones dermatológicas y viscerales denominadas HACRE (Hidroarsenicismo Crónico Regional Endémico) el cual puede ser causa de la exposición crónica, aguda y sub aguda, los pacientes que presentan la enfermedad de Hidroarsenicismo generalmente inician con enfermedades como cáncer visceral, especialmente de pulmón, laringe, tráquea, faringe y gastrointestinal (esófago, estómago, hígado) (Ceccotti y col., 2007).

Con respecto a lo citado anteriormente sobre la contaminación por arsénico en agua subterránea, en países como; Argentina, Chile, China, México, Taiwán, Bangladesh y Tailandia se han reportado concentraciones elevadas de arsénico por encima del límite máximo permisible que establece la Organización Mundial de la Salud (OMS), (Manahan, 2007) el cual se ha reducido de 0.05 a 0.01 mg/L.

En México se han presentado problemas de contaminación por arsénico en Coahuila y Durango donde se localiza La Comarca Lagunera y zonas mineras de los estados de Hidalgo, Guanajuato, Chihuahua, San Luis Potosí, Querétaro y zonas geotermales de Michoacán y Puebla (Armienta y col., 2001; Armienta y Segovia,

2008). En relación a la información anterior, se ha considerado el uso de diversas tecnologías convencionales para la remoción de arsénico, entre las cuales se puede mencionar oxido-reducción, co-precipitación, coagulación y filtración, adsorción en materiales, intercambio iónico y tecnologías de membrana (Litter y col., 2010). El factor más importante para la selección de tecnologías de remoción de arsénico depende de la cantidad de población y principalmente del acceso a dichas tecnologías, ya que las localidades aisladas y rurales con escasos medios económicos presentan dificultad para implementar dichas tecnologías.

Las tecnologías presentadas anteriormente han sido implementadas, sin embargo los gastos de operación suelen ser elevados en comparación con técnicas de adsorción por medio de materiales sintéticos como la goethita y la hematita caracterizadas por contener óxidos e hidróxidos de hierro los cuales favorecen el proceso de adsorción. El uso de membranas cerámicas porosas para la remoción de contaminantes ha sido empleado como una tecnología que proporciona ventajas en cuestión de costos y eficiencia en remoción de arsénico en agua.

### **3. FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA**

#### **3.1 Agua en México**

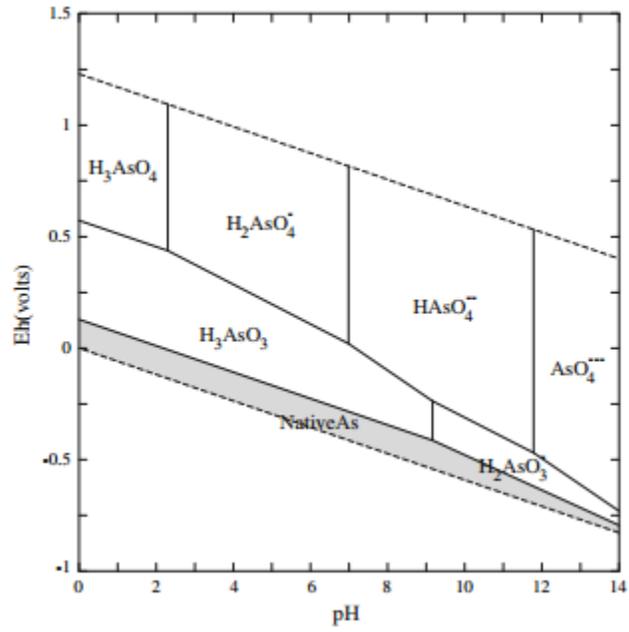
En la actualidad se ha considerado sumamente importante el uso y manejo del agua, así como la importancia en conocer los factores que limitan la obtención de este recurso. Elementos que incluyen el crecimiento de la población, inversiones de infraestructura y distribución así como el uso de reformas y cambios que impliquen tecnologías sustentables y adecuadas para abastecer los usos domésticos, industriales y ambientales (Rosegrant y col., 2014).

La distribución de agua potable en México ha sido uno de los grandes problemas a los cuales se ha enfrentado el país en estos tiempos, se han encontrado 459 acuíferos en 340 regiones geo hidrológicas, que podrían abastecer las necesidades demandadas por las comunidades cercanas a estas zonas, por lo contrario no toda el agua almacenada en estos sitios puede ser utilizada, debido a la profundidad a la que se encuentra, así como la calidad que tiene (Bazant, 2012). A nivel federal la Comisión Nacional del Agua (CONAGUA) es el organismo principal encargado de la planeación, financiamiento y el planteamiento estratégico del sector del agua (OCDE, 2013). El agua es distribuida y empleada de diversas maneras, en uso agrícola con un volumen concedido de 76.6 %, abastecimiento público con 14.5%, industrial autoabastecida con 4.0% y energía eléctrica excluyendo hidroelectricidad con 4.9% como es notorio el uso que representa mayor uso es el agrícola, el cual es utilizado principalmente como riego. Sin embargo el 61.6% del agua utilizada para uso consecutivo proviene de fuentes superficiales (ríos, arroyos y lagos), mientras que el 38.4% restante corresponde a aguas subterráneas (acuíferos) (CONAGUA, 2013). El agua subterránea es aquella que se encuentra por debajo del nivel freático y formaciones geológicas, su calidad se determina por los constituyentes químicos, físicos o biológicos presentes es esta.

### 3.2 Arsénico

Elementos como el arsénico predominan principalmente en aguas termales y aguas subterráneas, y de igual forma puede encontrarse en aguas superficiales, algunas veces en menores concentraciones; dicho metaloide, proviene de rocas volcánicas y sedimentarias, su uso a nivel industrial se deriva de la fabricación de vidrio, pigmentos, laser y plaguicidas (Tuesca y col., 2015), es componente fundamental de diversos minerales en forma de sulfuros, siendo el más común la arsenopirita o pirita arsenical ( $\text{FeAsS}$ ) con un 46.01% de arsénico en su composición, oropimente  $\text{As}_2\text{S}_3$  con 60.91% y rejalgar ( $\text{AsS}$ ) con 70% (Burriel y col., 2008). Es complejo caracterizar el arsénico, ya que se presenta en diversas especies arsenicales como arsénico trivalente ( $\text{As}^{+3}$ ) y arsénico pentavalente ( $\text{As}^{5+}$ ) como primer grupo procedente del arsénico trivalente se encuentra el trióxido de arsénico, el tricloruro de arsénico y el arsenito sódico, y como derivado del arsénico pentavalente, el pentóxido de arsénico, ácido arsénico y arseniatos, en el segundo grupo se encuentran los compuestos orgánicos, las formas metiladas, tales como el ácido monometilarsónico, el ácido dimetilarsínico, óxido de trimetilarsina, arsenobetaína, arsenocolina y arsenoazúcares. De igual forma se encuentra un tercer grupo formado por el gas arsina o arseniuro de hidrógeno (Sayago y col., 2012).

El arsénico es encontrado principalmente en aguas naturales en forma de oxianiones, predomina en estado de oxidación trivalente As (III) y pentavalentes As (V), y su movilidad es controlada por condiciones redox (potencial redox, Eh) y el pH. En condiciones oxidantes es comúnmente encontrado como As (V) en compuestos como  $\text{H}_2\text{AsO}_4^-$  a valores de pH inferiores a 6.9, mientras que en pH altos la especie predominante será  $\text{AsO}_4^{3-}$ . En pH ácidos puede encontrarse la especie  $\text{H}_3\text{AsO}_4^0$  y en pH básicos es posible encontrar  $\text{AsO}_4^{3-}$  (Chávez y col., 2011). En la Figura 1 se muestra el diagrama de pourbaix del arsénico en solución acuosa a 25° C y 1 bar.



**Figura 1.** Diagrama de pourbaix de arsénico en solución acuosa (Lu y Zhu, 2011)

### 3.3 Toxicidad de arsénico

La toxicidad del arsénico y el modo de actuar de dicho contaminante en el organismo se produce a través de la inhibición de los sistemas enzimáticos dependientes del grupo sulfhídrido en el organismo (Orozco y col., 2011).

Las principales fuentes de exposición al arsénico pueden presentarse al ingerir cantidades pequeñas de arsénico acumulado en los alimentos y el agua, al inhalar aserrín o el humo que proviene de madera quemada que haya sido tratada con arsénico, vivir en áreas con niveles inusualmente altos de arsénico en las rocas, así como trabajar en áreas que impliquen la producción de arsénico o fundición de algunos metales como el cobre y el plomo. Los efectos toxicológicos que puede causar la inhalación a niveles altos de arsénico inorgánico engloban enfermedades en garganta y pulmones. La ingestión o inhalación prolongada de niveles bajos de arsénico puede causar oscurecimiento de la piel y aparición de pequeños callos en las palmas de las manos, las plantas de los pies y el torso. Estudios han demostrado que la ingestión de arsénico inorgánico podría aumentar el riesgo de padecer cáncer de piel, hígado, vejiga y pulmones. Es por ello que el Departamento de Salud y Servicios Humanos (DSSH) y la EPA han determinado al arsénico inorgánico como cancerígeno en los seres humanos, (ATSDR, 2007).

En México se han presentado casos en poblaciones que presentan enfermedades causadas por consumir agua contaminada con arsénico, tal es el caso de comarca lagunera ubicada entre los estados de Tamaulipas y Durango, Hidalgo y Querétaro entre otros estados (Mejía y col., 2014).

El hidroarsenicismo es la enfermedad desarrollada por consumir agua contaminada con este metaloide. Algunos signos de intoxicación incluyen lesiones dérmicas tales como la hiper pigmentación e hipo pigmentación, neuropatía periférica, cáncer de piel y lesiones dérmicas. Estos síntomas se presentan después de 5 años de haber consumido agua contaminada con este metaloide. En consecuencia de las enfermedades presentadas por consumir agua contaminada con arsénico, se ha estimado un límite de concentración tolerable recomendado por la Organización Mundial de la Salud de 0.01 mg/L, (WHO, 2011).

### 3.4 Tecnologías utilizadas para la eliminación del arsénico

Las tecnología aplicables para remover arsénico en agua, se basan en procesos químicos aplicados, entre los cuales se pueden encontrar; oxido-reducción, adsorción, intercambio iónico, precipitación, separación sólido-líquido. Generalmente las tecnologías mencionadas anteriormente resultan ser eficientes para la eliminación de arsénico pentavalente, si hay presencia de arsénico trivalente es recomendable aplicar un proceso oxidativo previamente (Litter y col., 2010).

#### Oxidación-reducción

Generalmente las tecnologías de remoción de arsénico aplicadas, son eficientes en los casos que el arsénico se encuentre como As (V) ya que cuando se encuentra como As (III) su pH suele encontrarse por arriba de 9. Por tal razón si se tiene arsénico (III) es necesario aplicar un proceso de oxidación utilizando agentes químicos como cloro gaseoso, hipoclorito, ozono, permanganato, peróxido de hidrogeno, óxidos de manganeso y proceso fentón. Sin embargo debe tenerse precaución del uso de cloro, ya que es un oxidante efectivo pero puede reaccionar con la materia orgánica, produciendo trihalometanos tóxicos como subproductos. Es recomendable utilizar ozono (Newcombe y Möller, 2008).

#### Coagulación-Floculación

El proceso de coagulación-floculación resulta ser efectivo para remover As (V) el cual se adsorbe sobre los flóculos coagulados. Este proceso desestabiliza los coloides del agua al neutralizar las cargas eléctricas de la superficie de éstos, lo que permite que las partículas coloidales se aglomeren formando flóculos que al unirse formen aglomerados que son capaces de sedimentarse. Usualmente se utiliza sulfato de aluminio, cloruro de hierro (III) y sulfato de hierro (III) como coagulantes. Siendo las sales de hierro las que permiten mejor remoción de arsénico a diferente pH (Jain y Singh., 2012). Estudios de tratamiento de coagulación-floculación

utilizando mozone como floculante y sulfato de aluminio como coagulante mostraron una remoción del 98% utilizando una concentración de 250 mg/L (Rojas y col., 2015).

#### Adsorción sobre medios naturales y sintéticos

El uso de materiales adsorbentes como el carbón activado para remoción de arsénico ha sido utilizado en tratamiento de agua en EE.UU. En estudios previos se ha reportado que la capacidad de adsorción del carbón activado para adsorber los aniones de Selenio VI, Arsénico V y Flúor es baja debido a que los carbones activados no poseen suficientes sitios activos donde puedan adsorberse dichos aniones (Leyva, 2007). La adsorción en fase líquida-sólido ocurre por la interacción entre el soluto en solución y los sitios activos en la superficie del adsorbente. La capacidad de adsorción dependerá de aquellas variables o factores que influyen en estas interacciones (pH, temperatura, propiedades de textura y fisicoquímicas del adsorbente y características fisicoquímicas del adsorbato (Litter y col., 2010). El proceso de adsorción por medio de materiales que contienen hierro ha sido investigado de manera efectiva para la remoción de arsénico en agua. Además de permitir alta eficiencia en la remoción de arsénico también suele considerarse como una tecnología de bajo costo para aplicación en zonas rurales (Sabbatini y col., 2009).

#### Intercambio iónico

Entre las tecnologías aplicables para remoción de arsénico se encuentra el intercambio iónico en el cual los iones mantenidos por fuerzas electrostáticas a grupos funcionales se colocan en la superficie de un sólido. Estos iones se transfieren de una fase superficial en la cual son cambiados por iones de carga similar de una disolución a un sólido inmerso. Esta tecnología además de ser usada para remoción de metales, se utiliza para eliminación de dureza del agua.

El mecanismo de intercambio iónico junto con el uso de membranas ha sido utilizado para desalinización de agua como un proceso de ultrafiltración y nanofiltración (Walter y Weber, 2003; Pérez y col., 2013).

### Separación por membranas

La adsorción y la filtración por membranas son la combinación de dos tecnologías utilizadas para remover arsénico en agua, cada una de estas tecnologías presenta ventajas y desventajas que son de gran importancia en cuanto a su aplicación (Zaspalis y col., 2007). Las membranas están formadas por una película delgada que separa dos fases y actúa como barrera selectiva al transporte de materia. La osmosis inversa es utilizada como tecnología para remoción de arsénico. Sin embargo resulta ser costosa y pocas veces utilizada en zonas rurales (Osorio y col., 2010). Otro caso es el uso de membranas de nanofiltración con propiedades entre la ultrafiltración y la osmosis inversa. El uso de membranas de nanofiltración es utilizado principalmente en procesos de desalinización y tratamiento de agua potable y se considera como un proceso innovador y completo cuando se incorporan nano partículas y otros aditivos para mejorar su eficiencia (Mohammad y col., 2015).

En los últimos años se han diseñado membranas tubulares y membranas de disco plano sin embargo se han obtenido resultados de baja relación en área/volumen, características que tienden a reducir su aplicación a escala industrial. El uso de materiales naturales como la bauxita ha sido eficiente en la aplicación de membranas cerámicas, por poseer bajo costo y estar compuesta por alúmina en su composición la cual beneficia la estructura mecánica de las membranas (Li y col., 2016).

El desarrollo que se ha alcanzado con la tecnología de membranas hoy en día permite clasificarlas con respecto a su capacidad de separación y tamaño de poro de partícula, tal como se muestra en el Cuadro 1.

**Cuadro 1.** Tipos de membranas y sus características (Osorio y col., 2010)

	Ósmosis inversa	Nanofiltración	Ultrafiltración	Microfiltración
<b>Membranas</b>	Asimétrica	Asimétrica	Asimétrica	Simétrica-Asimétrica
<b>Grueso</b>	150 mm	150 mm	150-250 mm	10-150 mm
<b>Capa superficial</b>	1 mm	1 mm	1 mm	1 mm
<b>Tamaño de poro</b>	0.002 mm	0.002 mm	0.05-0.2 mm	0.2-5 mm
<b>Rechazos</b>	HMWC LMWC Cloruro Sodio, glucosa Aminoácidos Proteínas	HMWC, mono, di y oligo-sacáridos, aniones polivalentes	Macromoléculas. Proteínas, polisacáridos y virus	Partículas barro, bacterias
<b>Materiales de membrana</b>	CA capa delgada	CA capa delgada	Cerámica, PSO, CA, PVDF, capa delgada	Cerámica, Pp, PSO, PVDF
<b>Módulo de membrana</b>	Tubular, enrollada en espiral y planas	Tubular, enrollada en espiral y planas	Tubular, enrollada en espiral, de fibra hueca y planas	Tubular, fibra hueca y planas
<b>Presión</b>	15-150 bars	5-35 bars	1-10 bars	2 bars

En el Cuadro 2 se pueden observar las tecnologías utilizadas principalmente en tratamiento de agua potable, así como sus ventajas y desventajas en su aplicación.

**Cuadro 2.** Tecnologías para la remoción de arsénico (Garrido y col., 2006)

Tecnología	Ventaja	Desventaja
<p><b>Co-precipitación</b></p> <p>Coagulación</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Sulfato de aluminio <math>Al_2(SO_4)_3</math></li> <li>• Cloruro férrico <math>FeCl_3</math></li> <li>• Ablandamiento con cal</li> </ul>	<p>-Efectivo para eliminar <math>As^{5+}</math></p> <p>-Productos químicos simples de costo relativamente bajo</p> <p>-Bajos costos de capital</p>	<p>-Problemas a corto plazo con lodos generados</p> <p>-La operación requiere personal calificado</p>
<p><b>Adsorción</b></p> <p>Adsorbentes</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Alúmina activada (AA)</li> <li>• Materiales con óxidos/hidróxidos de hierro</li> <li>• Zeolitas recubierta de óxidos de hierro</li> </ul>	<p>-No hay generación de lodos diariamente</p>	<p>-Se requiere monitorear el punto de ruptura en el lecho</p> <p>-Requiere de una regeneración periódica o cambio del medio adsorbente</p>
<p><b>Resinas de intercambio iónico</b></p>	<p>-Eliminación eficiente de arsénico</p> <p>-Las resinas son un medio bien definido, así como su capacidad de adsorción.</p>	<p>-La operación y el mantenimiento requieren personal calificado</p> <p>-La regeneración crea un problema de disposición de lodos</p>
<p><b>Membranas</b></p> <p>Tipos de membranas:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Ósmosis inversa (OI)</li> <li>• Electrodialisis</li> <li>• Nanofiltración</li> </ul>	<p>-Su funcionamiento se encuentra bien definido</p> <p>-Alta eficiencia en eliminación</p> <p>-No genera residuos sólidos tóxicos.</p> <p>-Requiere de poco espacio</p> <p>-Capaz de eliminar otros componentes</p>	<p>-Altos costos de inversión</p> <p>-Altos costos de operación</p> <p>-Generación de residuos líquidos tóxicos</p> <p>-Se requiere un pre tratamiento del agua</p>

### 3.5 Adsorción

Las reacciones en las superficies sólidas dependen principalmente de la adhesión de partículas a una superficie, este proceso es llamado adsorción; donde interviene una sustancia que se fija, conocida como adsorbato y el material que lo retiene llamado adsorbente. La adsorción es un fenómeno de superficie; ya que las moléculas, átomos o iones adsorbidos se encuentran adheridos a la superficie de los poros del sólido unidos por fuerzas de van der Waals, o por enlaces químicos, un claro ejemplo es la isoterma de adsorción de Langmuir ya que ha sido utilizada en sistemas de sólido-líquido, sólido-vapor, sólido gas y líquido-líquido (Costa y col., 1991; Sandoval y col., 2015)

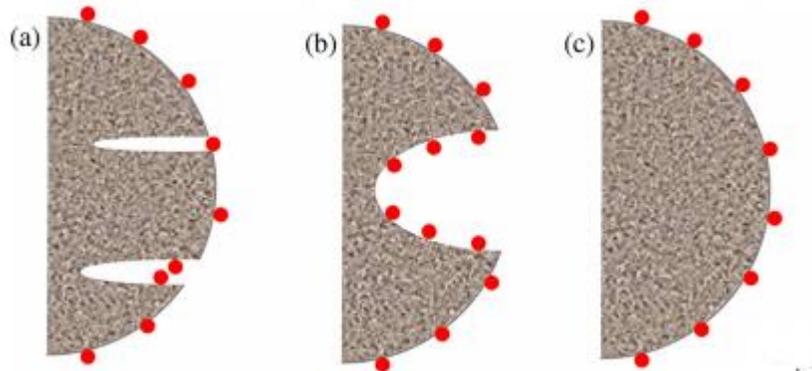
Existe la adsorción física en la cual se lleva a cabo una intervención de fuerzas de Van der Waals entre el adsorbato y el adsorbente. Dichas interacciones suelen tener largo alcance pero son débiles y la energía liberada cuando una molécula es fisisorbida es del mismo orden de magnitud que la entalpía de condensación. Por otra parte existe la quimisorción en la cual las moléculas o átomos se adhieren a la superficie formando enlaces químicos, que generalmente suelen ser enlaces covalentes, una molécula adsorbida químicamente se puede romper debido a la demanda de valencias libres de los átomos superficiales, y la existencia de fragmentos moleculares en la superficie, un ejemplo de estos materiales son los carbonos activados los cuales han sido utilizados y seleccionados para procesos de adsorción debido a su área superficial, la distribución de sus poros (micro y macro) y su porosidad, es utilizado en el tratamiento del agua potable y aguas residuales, en las cuales remueve sustancias orgánicas tales como los fenoles, pesticidas, aminas, nitratos y metales pesados (Atkins y De Paula, 2008; Lavado y col., 2010). La adsorción es un fenómeno superficial de gran importancia así como la tensión superficial y la capilaridad. Existen dos tipos de adsorción: Adsorción física y adsorción química, el proceso que mejor describe este mecanismo es a partir de la isoterma de Langmuir. Sin embargo para que el proceso de adsorción sea eficiente, es necesario tener en cuenta factores tales como; la naturaleza del adsorbente, existencia de sitios activos así como distancia entre los

sitios y las moléculas retenidas en la superficie y por último la competencia entre las moléculas del adsorbente y las de la fase líquida o gaseosa (adsorbato) por ocupar los sitios activos (Valcárcel y Gómez, 1988; Corona, 2015).

Es necesario mencionar que solo los sólidos que posean una superficie específica elevada serán utilizados como medios adsorbentes tales como; goethita, hematita, carbón activado, gel de sílice, alúmina activada entre otros.

En la Figura 2 podemos observar el proceso de adsorción en el cual las esferas rojas representan al ion de arsénico y la superficie gris se refiere al medio adsorbente. El mecanismo puede clasificarse de la siguiente manera:

- a) Poros pequeños
- b) Poros grandes
- c) Nano poros



**Figura 2.** Proceso de adsorción en materiales (Dai y col., 2016)

### 3.6 Medios adsorbentes

El uso de materiales adsorbentes ha tenido aplicaciones en áreas ambientales. En base a las investigaciones realizadas se ha demostrado que algunos adsorbentes han sido aprovechados para la eliminación de aniones en soluciones acuosas. El uso de estos medios proviene de seleccionarlos por su contenido de óxidos/hidróxidos metálicos (óxidos de hierro), con una porosidad específicamente alta para favorecer la adsorción del contaminante así como la capacidad de adsorción que dichos materiales tengan con diversos metales (Glibota, 2005).

Entre los medios adsorbentes más utilizados para remoción de arsénico, se encuentran:

- Alúmina activada
- Goethita natural y sintética
- Hematita (óxidos de hierro)
- Zeolitas recubiertas de óxidos de hierro

#### 3.6.1 Alúmina activada

El uso de alúmina activada como medio adsorbente, en el proceso de remoción de arsénico es utilizado por su capacidad de adsorción de flúor y arsénico ya que es un material mesoporoso constituido principalmente de óxido de aluminio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), se considera uno de los principales materiales adsorbentes más utilizado por su facilidad de proveer así como por su costo. Sin embargo existen otros medios adsorbentes que se han desarrollado tal es el caso de fibras de carbón activado, nanotubos de carbono, materiales nano estructurados, residuos agrícolas naturales y modificados, arcillas y zeolitas naturales modificadas con algún surfactante catiónico (Litter y col., 2010).

### 3.6.2 Goethita

La goethita ( $\alpha$ -FeOOH) es un mineral proveniente de la familia de las limonitas su color es pardo amarillento y se considera como uno de los minerales más frecuentes en suelo y sedimentos. En diversos estudios es utilizada en la remoción de arsénico ya que posee gran afinidad a este metaloide (Hao y col., 2014). La presencia de goethita en condiciones ambientales puede ser indicativo de la existencia de sulfuros a cierta profundidad (Gómez, 2015).

El mineral goethita ha sido utilizado para diferentes propósitos, uno de los usos principales en los que se ha utilizado es como medio adsorbente para remover diversos contaminantes entre ellos arsénico y cromo. Se han obtenido porcentajes de remoción de arsénico superiores del 98% en altas concentraciones lo cual hace que dicho material sea una alternativa como medio adsorbente en el caso de eliminar arsénico del agua (Tang y col., 2010).

### 3.6.3 Hematita

La hematita ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) conocida como óxido de hierro III es paramagnética y aislante eléctrica, sus plaquetas tienen forma hexagonal y octagonales. Su color varía entre marrón rojizo a negra. El uso de la hematita ha llegado a la industria de pigmentación, cosmética, biotecnología y en ingeniería ambiental como material adsorbente (Castaño y Arroyave, 1998; Vaughn y col., 2013). Membranas de sol-gel fabricadas a partir hematita han sido eficientes en procesos de fotocatalisis para la degradación del azul de metileno (Ksapabutr y col., 2016). La hematita es usada como material adsorbente en el caso de disminuir arsénico en agua. Su formación se deriva a partir de la descomposición térmica de la goethita, la cual es sometida a un proceso térmico por arriba de 300 °C y la reacción es la siguiente (Dai y col., 2016).



Estudios realizados con hematita han mostrado que dicho material presenta mayor eficiencia de remoción hasta un 80% trabajando a pH entre 4 – 6.5. Los materiales naturales y sintéticos conformados por óxidos de hierro (magnetita, hematita y goethita) han mostrado ser efectivos en la adsorción de arsénico en agua (Aredes y col., 2012; Gallegos y col., 2012).

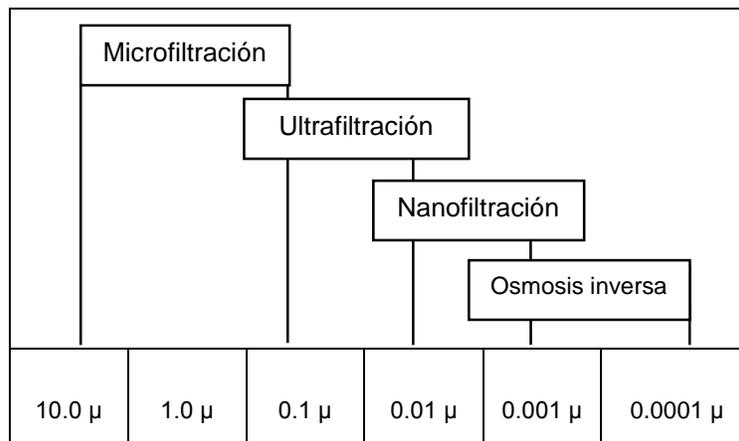
#### 3.6.4 Zeolitas recubiertas

Las zeolitas naturales son aluminosilicatos hidratados cristalinos que debido a su alta capacidad de intercambio iónico de cationes tales como iones de amonio y metales pesados. Las zeolitas han sido utilizadas como adsorbentes en el tratamiento de agua, algunas ocasiones se han sometido a modificaciones como tratamiento con ácido, funcionalización, recubriéndolas de hierro para usarlas como medio de adsorción de arsénico (Wang y Peng, 2010).

Las zeolitas han sido estudiadas con el fin de proponerlas como soportes eficaces, para la eliminación de metales y metaloides. Se han presentado diversos procesos para la eliminación y recuperación de metales tóxicos a base de zeolitas, estos procesos enfocan principalmente, la modificación de la superficie de la zeolita para permitir la adsorción directa de oxianiones; tal es el caso del arsénico, o por la combinación de agentes reductores que permitan el intercambio iónico con la especie a estudiar (Figueiredo y Quintelas, 2014).

### 3.7 Desarrollo de membranas

Entre los criterios que se deben considerar para la clasificación de membranas, se encuentran sus características, tomando como referencia (la estructura interna, el mecanismo de transporte y las aplicaciones para las que fueron diseñadas, etc.). La Figura 3 muestra el diámetro de poro que tienen las membranas según su clasificación.



**Figura 3.** Características para la aplicación de tecnología de membranas (D'Ambrosio, 2005)

#### 3.7.1 Membranas cerámicas

Las membranas cerámicas porosas ofrecen una alternativa de larga duración en los procesos de ultrafiltración y microfiltración, las propiedades que influyen en la obtención de membranas son térmicas y mecánicas, debido que los métodos convencionales que se han utilizado consumen energía y tiempo que atribuye altos costos de capital. Es por ello que la técnica de inversión de fase y sinterización combinado es un método utilizado para la fabricación de membranas cerámicas, reduciendo el número de pasos que se realizaban anteriormente (Lee y col., 2015).

El proceso de sinterización consiste en aglutinar por efecto de la temperatura un material granular o pulverulento con el objetivo de construir una membrana porosa, frecuentemente la mezcla del material es sometida a una fuerte compresión,

en el caso de membranas diseñadas con carbón activado el proceso de sinterizado mejora la fuerza mecánica de la membrana (Hernández y col., 1990; Wey y col., 2014). Se han desarrollado tecnologías de síntesis de diversos tipos de membranas sobre materiales porosos que permiten intensificar su uso en el tratamiento de aguas residuales y potables. Las membranas son láminas muy delgadas de polímeros, geles, vidrio, metal, cerámica, carbón o mezcla de estos compuestos, tienen alta permeabilidad y estructura uniforme de poros con tamaños que oscilan entre varios micrómetros y fracciones de nanómetros. Son utilizadas para la separación de componentes, sustancias, elementos, compuestos, metales, entre otros contaminantes (Delgado y col., 2013) y la IUPAC clasifica las membranas de la siguiente manera.

Clasificación IUPAC	Tamaño
Macroporosos	50 nm
Mesoporosos	2 nm ≤ 50 nm
Microporos	≤ 2 nm

Para realizar la obtención de membranas cerámicas se utilizan polvos cerámicos adecuados que serán el soporte de la membranas, seguido de un proceso de conformado o deposición, secado y sinterizado. Los factores que determinan la estructura final de la membrana son el tamaño de grano y los aditivos añadidos:

- Ligantes, confieren resistencia mecánica al material.
- Lubricantes, favorecen el deslizamiento entre partículas (importante en el caso de la extrusión) (Benito, 2004).

### 3.7.1.1 Aglutinante

#### Alúmina Activada

La alúmina activada conocida por óxido de aluminio, es un material poroso. Es utilizado en el tratamiento de agua potable para remoción de flúor y arsénico. El proceso que se lleva a cabo a partir de este material es el mecanismo de adsorción y de intercambio iónico (Salamanca, 2016). El uso de alúmina activada como aglutinante es indispensable para la fabricación de membranas ya que es necesario determinar formulaciones basadas en óxidos metálicos que le confieran resistencia mecánica a la membrana. Existen otros aglutinantes comerciales como es el caso de la alúmina activada, titanio, zirconia y caolín, con los que se puedan obtener mayores cohesiones químicas entre las partículas y baja densificación para que pueda servir como soporte (Camargo y Galindo, 2005).

### 3.7.1.2 Lubricantes

El lubricante en el diseño de membranas es de gran importancia este tiene como función darle resistencia a la fragmentación determinada por la densidad global obtenida en función de la concentración del lubricante. Entre los lubricantes que se han utilizado existe el grafito y el alcohol polivinílico, ácido esteárico y estearato de zinc, estos aditivos han sido propuestos por Pérez y col., 2004.

El uso de lubricantes como el ácido esteárico tiene como finalidad disminuir las fricciones que existen entre el deslizamiento de las partículas y el molde que comprime el material o producto que se desea obtener. Generalmente se utilizan cantidades entre 0.5% a 2% (Mendoza y col., 2013). La mayoría de ácidos grasos tienen en su estructura grupos carboxilo y existe la posibilidad de presentar carboxilatos que pueden aparecer a partir de la transformación de aditivos utilizados en el proceso. Un carboxilato es el producto de la reacción entre un ácido orgánico y un ión metálico además los carboxilatos de metales son insolubles en agua (Galán, 2009).

## **4. HIPÓTESIS**

Las Membranas de Disco Porosas MDP's disminuirán el arsénico en agua, debido a su contenido de óxidos de hierro, así como por sus propiedades estructurales porosas.

## **5. OBETIVOS**

### **5.1 Objetivo general**

Desarrollar membranas de disco porosas MDP's a partir de materiales sintéticos con contenido de hierro para la adsorción de arsénico en agua.

### **5.2 Objetivos particulares**

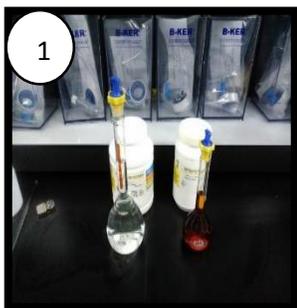
- 1.- Sintetizar material adsorbente goethita,  $\text{FeOOH}$ .
- 2.- Analizar las propiedades estructurales del material adsorbente sintetizado.
- 3.- Determinar la influencia de las fracciones de goethita sintética, aglutinante y lubricante en la elaboración de membranas de disco porosas MDP's.
- 4.- Analizar las propiedades estructurales de las membranas de disco porosas MDP's.
- 5.- Determinar la eficiencia de disminución de arsénico en agua mediante el uso de membranas de disco porosas MDP's.

## 6. METODOLOGÍA

### 6.1 Síntesis de material adsorbente goethita sintética, FeOOH

#### Metodología para la síntesis de goethita sintética (Garrido y Romero, 2015)

1. Preparar una solución de nitrato de hierro  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  (1M) y una solución de hidróxido de Potasio KOH (5M). Verter 100 mL de solución de nitrato férrico en una botella de poliuretano de 2L.
2. Posteriormente añadir 750 mL de agua destilada y colocar la botella cerrada a  $70^\circ\text{C}$  durante 60 h en una estufa se utilizó un horno marca Felisa Modelo FE-292, serie 0806021.
3. Filtrar la solución restante y lavar el precipitado con agua destilada hasta que la solución alcance una conductividad  $< 3 \mu\text{S}/\text{cm}$  (utilizar centrifuga para separar el medio liquido del precipitado si es necesario).
4. Secar el filtrado en una estufa a  $40^\circ\text{C}$ .
5. Conservar el medio obtenido protegido de la luz, en botellas de poliuretano. Se obtuvieron aproximadamente 5.7 g de medio sintético en cada síntesis.



## 6.2 Análisis de las propiedades estructurales del material sintetizado

Se caracterizó el material sintetizado para conocer las propiedades estructurales que lo conforman. Entre las técnicas utilizadas se mencionan las siguientes:

### 6.2.1 Técnica de fisisorción de nitrógeno

La técnica de fisisorción de nitrógeno se llevó a cabo para determinar el área superficial total del material, diámetro de poro y volumen de poro, en particular las propiedades texturales de este. Se llevó a cabo la técnica de fisisorción de nitrógeno. La técnica de fisisorción de nitrógeno se llevó a cabo haciendo la relación gas/sólido mantenido a temperatura constante (T) por debajo de la temperatura crítica del gas, el volumen (V) de gas adsorbido por unidad de masa de adsorbente depende de la presión relativa del gas (Rojas, 2015), dicha técnica se llevó a cabo en el equipo de Autosorb-IQ2 de la marca Quantachrome Instruments.

### 6.2.2 Difracción de rayos X

La difracción de rayos X es una técnica que se utiliza para determinar la cristalinidad y el arreglo de átomos de los compuestos sólidos y para medir las longitudes y los ángulos de enlace. El fenómeno de difracción es la diferencia entre las ondas que se generan cuando hay un objeto en su trayecto (Atkins y Jones 2006). En la técnica de difracción más común se utiliza la muestra pulverizada o policristalina que consiste en muchas partículas diminutas y orientadas al azar las cuales se exponen a una radiación de rayos x monocromática. El método de difracción de rayos x permite el estudio de la estructura interna de las moléculas cristalinas (Fabio y col., 2006). Para la presente técnica se utilizó un difractómetro D8 Advance de la marca Bruker utilizando una radiación  $\text{Cu K}\alpha$  ( $\lambda=0.15406$  nm) en el rango de  $10-80^\circ$  en  $2\theta$ .

### 6.2.3 Análisis termogravimétrico

La termogravimetría es utilizada como una técnica de análisis térmico para determinar la pérdida de masa de la muestra en función de la temperatura (Sierra y col., 2010). Para conocer la estabilidad térmica del material sintetizado se utilizó el equipo TA Instruments Thermal Analysis, programa Universal V4.7<sup>a</sup>.

### 6.2.4 Microscopia Electrónica de Barrido (SEM)

La morfología y el arreglo de poros del material fue determinada mediante la técnica de microscopia electrónica de barrido (SEM) con el objetivo de evaluar las características micro-estructurales, incluyendo topografía de la superficie y la química superficial del material (Inkson, 2016). El equipo que se utilizó fue el microscopio JEOL JSM-7800F.

### **6.3 Determinación de la influencia de las fracciones de material sintetizado, aglutinante y lubricante en la elaboración de membranas porosas “MDP’s”**

El material goethita se tamizó el equipo granulométrico modelo RX-812, serie 17-1577 con el objetivo de determinar el tamaño de partícula entre la malla 50-100. Se desarrolló un diseño experimental 2K para determinar las fracciones de goethita, aglutinante y lubricante en la obtención de las membranas. Se estableció como variable de respuesta el área superficial. Se realizaron 3 repeticiones del diseño obteniendo 24 membranas.

A continuación se muestra la metodología de la elaboración de membranas tipo pastilla propuesta por Pérez y col., 2004.

1. Determinación del tamaño de partícula
2. Selección de aglutinante
3. Selección de lubricante
4. Prensado
5. Tratamiento térmico
6. Obtención de la membrana

#### **Determinación de tamaño de partícula**

Se tamizó el material FeOOH con el propósito de determinar el tamaño de partícula. En el caso de este proyecto se determinó un tamaño de partícula de 0.5 mm del material FeOOH (goethita sintética) entre la malla 50-100.

#### **Selección del aglutinante**

El aglutinante seleccionado para este proyecto, fue la alúmina activada ( $Al_2O_3$ ) además de ser buen aglutinante también es utilizado como medio de adsorción para la remoción de arsénico en agua.

## **Selección del lubricante**

El lubricante utilizado para la formación de las membranas fue ácido esteárico.

## **Prensado**

Se realizó un prensado uniaxial y el polvo fue compactado en una prensa metálica mediante presión aplicada en una sola dirección (Callister, 2002). La porosidad abierta se reduce si se aplican mayores presiones de trabajo ya que al compactar el material se puede minimizar su macro porosidad (Pérez y col., 2004). Se utilizó una prensa hidráulica Carver modelo 3851-0, serie 140288 y las membranas fueron prensadas a 1.5 toneladas.

## **Sinterizado**

Posteriormente de llevar a cabo el proceso de prensado de las membranas se realizó un proceso de calcinación (Callister, 2002), con el fin de darle resistencia mecánica a la pastilla prensada y eliminar la presencia del lubricante (ácido esteárico). El equipo utilizado para este proceso térmico fue una mufla marca Felisa modelo FE-360 y -Thermo scientific modelo F6020C. La temperatura que se trabajó en la sinterización de las membranas fue de 600 °C.

### **6.3.1 Diseño experimental 2<sup>K</sup>**

Se llevó a cabo un diseño factorial 2<sup>3</sup> para la formación de las membranas. Se utilizó el programa estadístico Statgraphics Centurion XV de donde se obtuvo una matriz que consta de 8 pruebas experimentales.

Los niveles con los que se trabajó fueron +1 y -1 y 3 factores A, B y C los cuales se muestran en el cuadro 3.

**Cuadro 3.** Diseño experimental desarrollo de membranas MDP's

<b>Factores</b>	<b>1</b>	<b>-1</b>
<b>A</b> Material FeOOH (g)	2.1	1.975
<b>B</b> Aglutinante (g)	0.45	0.375
<b>C</b> Lubricante (g)	0.075	0.025

En el cuadro 4 se muestra la matriz de diseño que contiene 8 pruebas experimentales realizadas para la obtención de las condiciones óptimas en la formación y desarrollo de membranas.

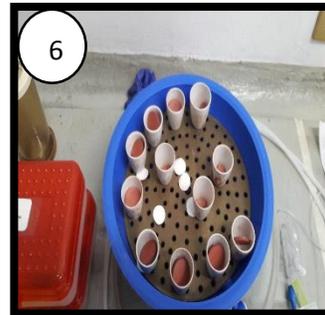
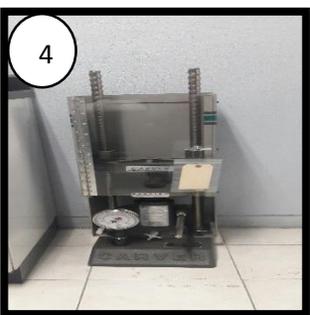
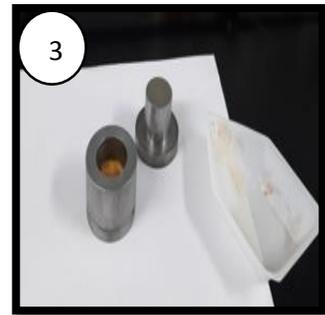
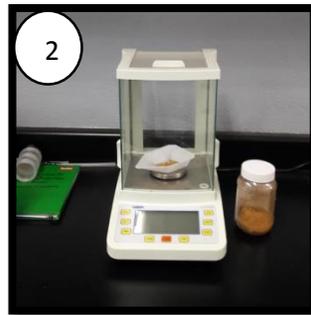
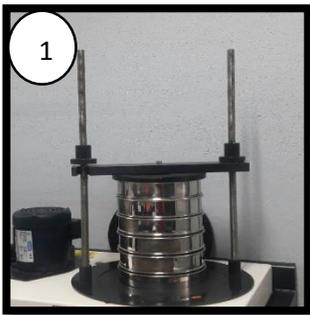
**Cuadro 4.** Matriz de diseño experimental MDP's

<b>Prueba</b>	<b>Material FeOOH (g)</b>	<b>Aglutinante (g)</b>	<b>Lubricante (g)</b>
<b>1</b>	1.975	0.45	0.025
<b>2</b>	2.1	0.375	0.075
<b>3</b>	2.1	0.45	0.075
<b>4</b>	2.1	0.375	0.025
<b>5</b>	1.975	0.375	0.025
<b>6</b>	2.1	0.45	0.025
<b>7</b>	1.975	0.375	0.075
<b>8</b>	1.975	0.45	0.075

Para la obtención de las membranas se pesó cada uno de los aditivos en una balanza analítica posterior a la mezcla de aditivos el material resultante de cada membrana fue prensado a 1.5 toneladas convirtiéndolo en membrana de disco y posteriormente se sinterizó cada lote a 600 °C.

## Metodología para el desarrollo de membranas MDP's

1. Tamizar materia prima con el objetivo de definir un diámetro de partícula.
2. Pesar fracciones de materia prima (goethita sintética), aglutinante (alúmina activada) y lubricante (ácido esteárico).
3. Colocar en el molde el material y los aditivos mezclados que se pesaron anteriormente.
4. Colocar el molde a la prensa hidráulica y prensar a 1.5 toneladas, posteriormente desmoldar la membrana.
5. Sinterizar a 600 °C las membranas obtenidas a partir del prensado con el objetivo de eliminar residuos de lubricante (ácido esteárico).
6. Obtención de las membranas MDP's.



## **6.4 Análisis de las propiedades estructurales de las membranas de disco porosas MDP's.**

Posterior a la calcinación de membranas, se realizó la caracterización de sus propiedades estructurales así como la comparación entre el material sintetizado que se caracterizó previamente y las propiedades de la membrana prensada.

Las membranas se analizaron considerando el área superficial, su cristalinidad y morfología, para lo cual se utilizaron las siguientes técnicas:

### 6.4.1 Técnica de fisisorción de nitrógeno

Las muestras de las membranas se analizaron en el equipo de área superficial y porosidad marca Micrometrics modelo ASAP 2020 en el Instituto Potosino de Investigación Ciencia y Tecnología (IPICYT).

### 6.4.2 Difracción de rayos X

Se caracterizó la membrana seleccionada de acuerdo a lo obtenido en el diseño experimental, el cual nos permitió conocer las condiciones óptimas para la prueba de remoción de arsénico. El análisis de difracción de rayos x realizado en el difractor D8 Advance de la marca Bruker nos permitió conocer la composición cristalográfica de la membrana obtenida posteriormente del proceso térmico.

### 6.4.3 Análisis FTIR (Espectrofotómetro infrarrojo por transformada de Fourier)

La espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier nos permite detectar compuestos contaminantes, subproductos de degradación de aceites y algunos aditivos que conformen nuestra membrana. Se utilizó el equipo IRRAFINITY marca SHIMADZU, para realizar la caracterización de la membrana seleccionada con las características óptimas del diseño experimental.

#### 6.4.4 Microscopia Electrónica de Transmisión STEM (Scanning Transmission Electron Microscopy)

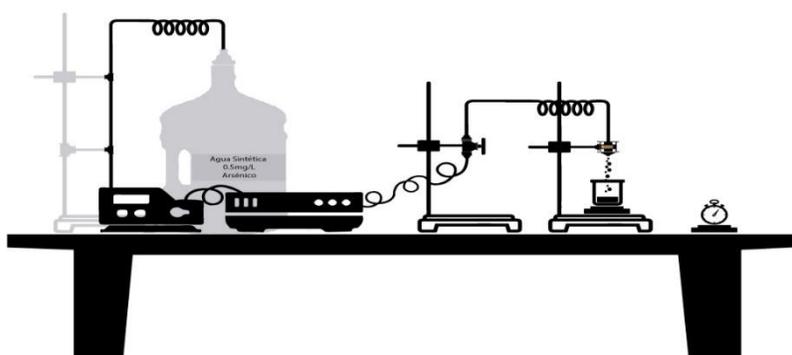
Se utilizó en microscopio electrónico modelo JEOL JSM-6060 LV. Las imágenes obtenidas por medio de un microscopio electrónico de transmisión (TEM) nos ofrecen información sobre la estructura de la muestra, en caso que sea amorfa o cristalina, en el caso que nuestra estructura sea cristalina hay posibilidad de clasificar a la familia de los planos y conocer la distribución de los cristales (Acuña y Echeverría, 2007).

## 6.5 Determinación de la eficiencia en la disminución de arsénico mediante el uso de membranas porosas MDP's.

En base a los resultados que se obtuvieron en el diseño experimental para la determinación de las fracciones de material  $\text{FeOOH}$ , aglutinante y lubricante, de acuerdo a los resultados de la variable de respuesta establecida como área superficial se procedió a estudiar la eficiencia en la disminución de arsénico de las membranas. Se llevaron a cabo pruebas en continuo de 4 membranas con el objetivo de conocer su eficiencia en la remoción de arsénico en agua. Cada una de las pruebas se realizó a las mismas condiciones con la finalidad de conocer su capacidad y estabilización en el proceso de adsorción.

### 6.5.1 Cinética de remoción de arsénico en pruebas en continuo

Se llevó a cabo la cinética de adsorción de 4 membranas de las cuales se realizaron procesos en continuo con las mismas propiedades y condiciones para cada una de ellas. Las variables a controlar fueron: pH, flujo (mL/min) y concentración de arsénico (mg/L), el prototipo se describe en la Figura 4.



**Figura 4.** Prototipo de prueba de membranas MDP's (Muciño, 2017)

El prototipo se conforma por un recipiente de alimentación (A), una bomba (B), un regulador de flujo (R), Un soporte para la manguera que conducía el líquido (S) y finalmente el dispositivo que contenía la membrana (D).

#### 6.5.2 Análisis en la medición de arsénico

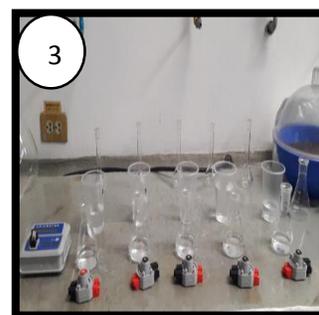
El equipo para medición de arsénico es un fotómetro de campo que lee la coloración producida en la reacción. El fotómetro se utiliza en los rangos de arsénico total de 0.002 a 0.1 mg/L en el caso de utilizar concentraciones de 0.1 a 0.5 mg/L se debe hacer una dilución con el objetivo de que el rango de concentración a medir se encuentre entre los rangos de medición del equipo. El método para medición de arsénico por arsenator ha sido aprobado y seleccionado por la UNICEF y la OMS para la cuantificación de arsénico. En el caso de la cuantificación de arsénico se utilizó el equipo Arsenator digital Wagtech (Garrido y col., 2009; Avilés y col., 2013).

## Metodología para medición de arsénico Wagtech photometer method

Para la medición de arsénico se utilizó el equipo Arsenator Wagtech photometer method. El equipo se basa en el método de Gutzeit en el cual se utilizan dos sobres A1  $\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$  (ácido sulfámico) y A2  $\text{NaBH}_4$  (Borohidruro de sodio) y dos filtros uno negro revestido con bromuro de mercurio ( $\text{Br}_2\text{Hg}$ ) y un filtro rojo revestido con yoduro de potasio (KI).

En el caso de la medición se muestra la siguiente metodología para cuantificación de arsénico.

1. Filtrar muestra (filtro 0.45  $\mu\text{m}$ ) y aforar la muestra en 50 mL, posteriormente colocar en el matraz Erlenmeyer graduado en 100 mL del kit Arsenator Wagtech.
2. Colocar filtro negro y filtro rojo en la plantilla de remoción y detección del kit Arsenator Wagtech.
3. Adicionar el reactivo A1 y diluir en el matraz, posteriormente adicionar reactivo pastilla A2 dentro del matraz Erlenmeyer 100 mL y colocar tapón. Esperar 20 minutos para leer.



## 7. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 7.1 Síntesis de material adsorbente goethita sintética, FeOOH.

En el siguiente apartado se hablará acerca de los resultados obtenidos a partir de la síntesis del material que se utilizó como materia prima para la formación de membranas.

En la Figura 5 se presenta la goethita sintetizada.

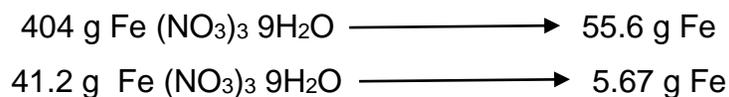


**Figura 5.** Materia prima para la elaboración de membranas goethita sintética

El rendimiento del material sintetizado fue de 5.67 gramos de FeOOH por cada síntesis realizada.

Estos cálculos se muestran a continuación:

Rendimiento:



## 7.2 Análisis de las propiedades estructurales del material sintetizado

El material sintetizado se tamizó para determinar el tamaño de partícula, de igual forma se analizaron sus propiedades estructurales de dicho material con respecto a su área superficial, pérdida de masa y su cristalinidad, para lo cual se utilizaron las siguientes técnicas:

### 7.2.1 Técnica de fisisorción de nitrógeno

Se realizó la caracterización del medio sintético goethita con respecto al área superficial y porosidad, y los resultados obtenidos se describen en el cuadro 5.

**Cuadro 5.** Resultado de SBET materia prima

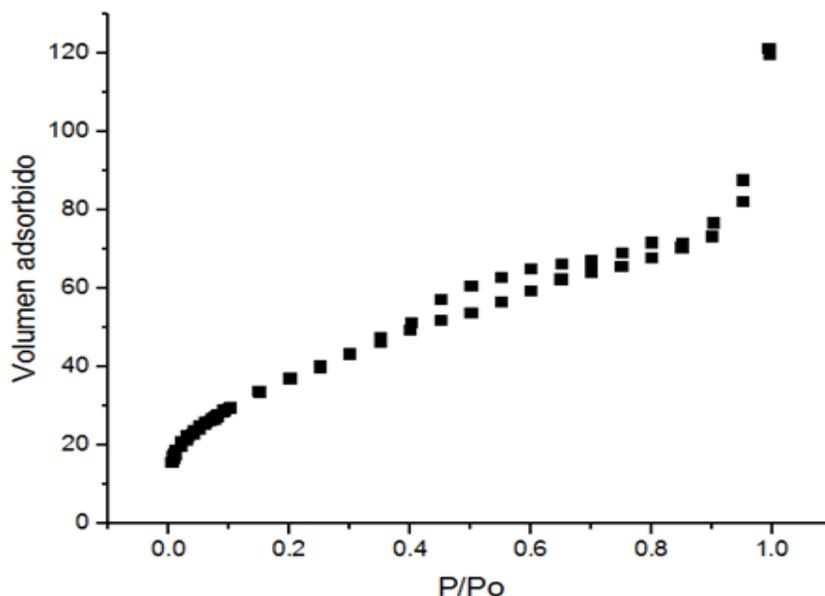
<b>Análisis</b>	<b>Valores</b>	<b>Unidades</b>
Área superficial	55.005	m <sup>2</sup> /g
Volumen de poro	0.137	cm <sup>3</sup> /g
Diámetro de poro dV/d	34.11	Å

De acuerdo a la clasificación de la IUPAC el material sintetizado es mesoporoso. Es importante mencionar que a partir del área superficial obtenida así como el diámetro de poro de material, se define si es un material recomendable para el proceso de membranas, ya que hay una relación entre el diámetro de poro y extensión de área superficial para remoción de iones específicos.

Con respecto a estudios anteriores el área superficial obtenida en la síntesis de goethita reportada en este trabajo de investigación fue 1.27 veces mayor que lo reportado por Garrido y Romero, 2015.

Se puede observar en la Figura 6 la gráfica de adsorción y desorción de nitrógeno. De acuerdo a la clasificación de Isotermas BET el material sintetizado tiene un

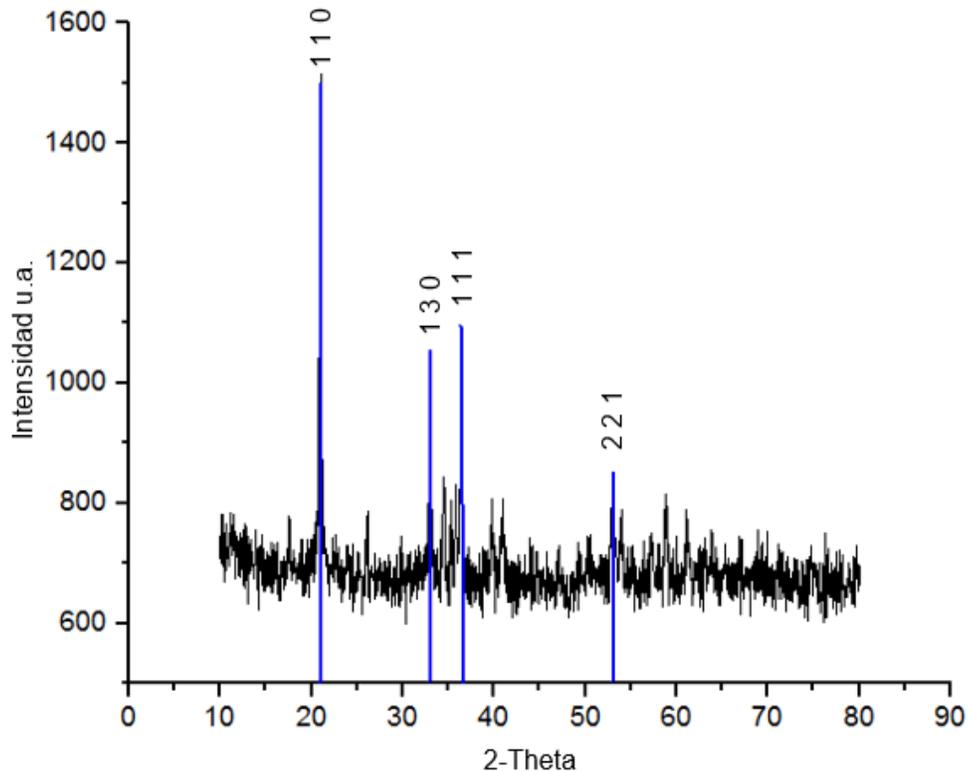
isoterma tipo IV que corresponde a un sólido mesoporoso con una curva de histéresis tipo IV.



**Figura 6.** Gráfica de adsorción y desorción de nitrógeno

### 7.2.2 Difracción de rayos X

De acuerdo al Centro Internacional de difracción (Centre Diffraction Data ICDD) que se dedica a distribuir datos de difracción de polvos para la identificación de materiales cristalinos y el PDF 29-0713 se obtuvo el difractograma DRX del material goethita sintética ( $\text{FeOOH}$ ). En la Figura 7 se muestra que el material tiene una estructura cristalina de clasificación ortorrómbica. Así como se puede observar las principales reflexiones en las posiciones de 21.223, 33.242, 36.650 y 53.238 de la goethita, entre los planos cristalográficos 110, 130, 111 y 221. Jaiswal y col., 2013 reportó un difractograma en el cual las posiciones de cada una de las reflexiones se ajustan a lo presentado anteriormente.

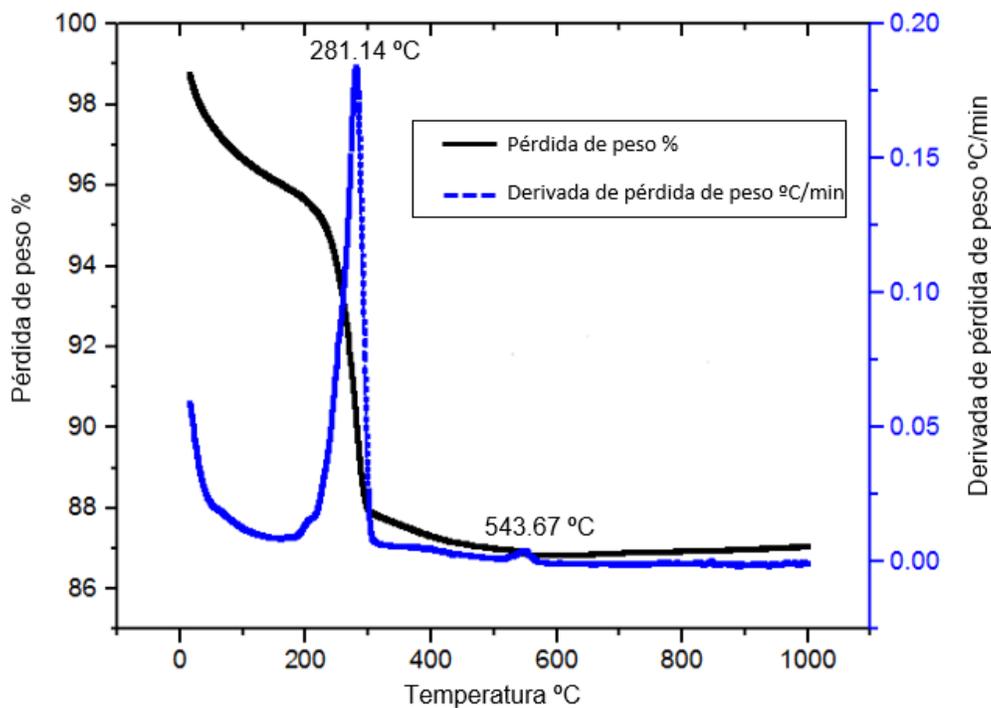


**Figura 7.** Difractograma de goethita sintética

### 7.2.3 Análisis termogravimétrico (TGA)

La termogravimetría (TGA) es una técnica de análisis térmico en la cual se determina la pérdida de masa de la muestra en función a la temperatura (Sierra y col., 2010). En la Figura 8 se muestra la gráfica de pérdida de masa que corresponde al análisis de TGA donde podemos discutir que a medida que aumenta la temperatura a partir de 192.05 °C. Existe una pérdida de masa la cual se corrobora con la derivada de pérdida de peso °C/min. En la gráfica se observa que a partir de 281.14 °C hay un cambio en el total de la masa la cual es atribuida a la pérdida de hidróxidos de la goethita sintética (FeOOH). Es por ello que al comparar con lo reportado por Gleason, 2008 se muestra que la goethita sintética tiende a cambiar de fase y composición química al someterse a temperaturas por arriba de

281 °C. Lo reportado por dicho autor mostró las fases de descomposición de goethita sintética (FeOOH) a partir de un análisis térmico, en el cual se observó que el material cambia de fase a partir de los 281 °C convirtiéndose en Hematita (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>).

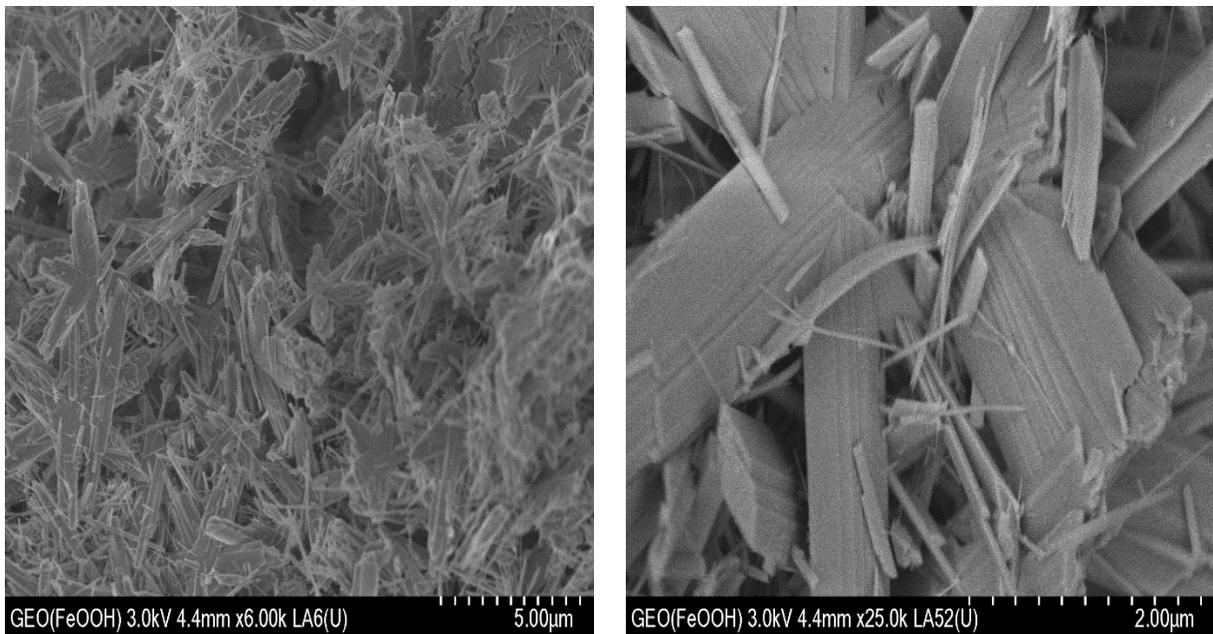


**Figura 8.** Gráfica de análisis termogravimétrico de la goethita sintética

En el caso de este trabajo de investigación y de acuerdo a lo obtenido en el termograma se decidió trabajar con una temperatura de 600 °C para la sinterización de las membranas con el objetivo de eliminar residuos de ácido esteárico (lubricante) utilizado para el proceso de prensado de las membranas (Galán, 2009). En pruebas previas se pudo observar que la adición del lubricante tiene un efecto en la formación de membranas, sin embargo de igual forma la presencia de este compuesto formaba una capa hidrófoba en la superficie de la membrana.

#### 7.2.4 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

La morfología del material sintetizado fue determinada mediante la técnica de microscopía electrónica de barrido (SEM), que corresponde a las imágenes presentadas en la Figura 9, con el objetivo de evaluar las características microestructurales del material sintetizado, incluyendo topografía de la superficie, tamaño de poro y la química superficial del material.



**Figura 9.** Microscopía electrónica de barrido de la goethita sintética

De acuerdo a la magnificación de 2 y 5 μm se observa un aglomerado de partículas apiladas y aciculares las cuales corresponden a la morfología de poro típico de la goethita sintética.

### **7.3 Determinación de la influencia de las fracciones de goethita sintética, aglutinante y lubricante en la elaboración de membranas porosas “MDP’s”**

Se realizó el diseño de las membranas de acuerdo a la metodología que se presenta a continuación:

#### **7.3.1 Determinación de tamaño de partícula**

El material sintetizado se tamizó con el propósito de determinar el tamaño de partícula que se usó para el diseño de membranas. La Figura 10 muestra el proceso de tamizado y determinación de tamaño de partícula.



**Figura 10.** Determinación de tamaño de partícula

### 7.3.2 Selección del aglutinante

Para la fabricación de membranas fue necesario determinar formulaciones basadas en óxidos metálicos como aglutinantes. El aglutinante seleccionado para este proyecto, fue la alúmina activada utilizando un porcentaje de 15% a 18% el cual equivale a 0.375 g y 0.450 g del peso total de la membrana.

### 7.3.3 Selección del lubricante

Las membranas cerámicas fueron diseñadas a partir de un lubricante el cual tiene como función darle resistencia a la fragmentación, determinada por la densidad global obtenida en función de la concentración del lubricante. El lubricante utilizado fue ácido estérico en un porcentaje de 1% a 3% equivalente a 0.025 g y 0.075 g en peso total de la membrana.

### 7.3.4 Prensado

Se realizó un prensado uniaxial en el cual el polvo fue compactado en una prensa metálica mediante presión aplicada en una sola dirección, la presión que se probó fue de un rango de 1 ton a 8 toneladas. En el caso de las membranas diseñadas se trabajó con una presión de 1.5 toneladas.

### 7.3.5 Sinterizado

Posterior a un procedimiento de prensado del material se llevó a cabo un proceso de calcinación de la membrana (Callister, 2002). Sin embargo con respecto a literatura se utilizó una temperatura de 600 °C para eliminar el ácido esteárico (lubricante) presente en la membranas.

### 7.3.6 Diseño experimental 2<sup>k</sup>

Se realizó un diseño factorial 2K (cuadro 6) en el cual se realizaron tres repeticiones en total 24 membranas en las que se observó que las membranas eran frágiles en el caso de utilizar cantidades bajas de lubricante.

**Cuadro 6.** Diseño experimental de membranas

PRUEBA	REPETICIONES DE DISEÑO EXPERIMENTAL 2K		
	Repetición 1	Repetición 2	Repetición 3
1	COMPLETA	COMPLETA	FISURAS
2	COMPLETA	COMPLETA	COMPLETA
3	COMPLETA	COMPLETA	FISURAS
4	COMPLETA	SE QUEBRO	SE QUEBRO
5	SE QUEBRO	SE QUEBRO	SE QUEBRO
6	COMPLETA	COMPLETA	FISURAS
7	COMPLETA	SE ROMPE	COMPLETA
8	SE QUEBRO	SE QUEBRO	FISURAS

En el cuadro 6 se observa cada una de las combinaciones en las pruebas así como la variable de respuesta establecida en el diseño experimental para la formación de las membranas. Entre las variables que se utilizaron para conocer las condiciones óptimas se consideraron tres aditivos con material FeOOH, aglutinante y lubricante.

En el cuadro 7 se puede observar la matriz de diseño con su respectiva variable de respuesta que corresponde al área superficial BET.

**Cuadro 7.** Resultados diseño experimental área superficial

No. De prueba	DISEÑO EXPERIMENTAL			ÁREA SUPERFICIAL (m <sup>2</sup> /g)
	Material FeOOH (g)	Aglutinante (g)	Lubricante (g)	RESPUESTA BET
1	1.975	0.450	0.025	48.50
2	2.100	0.375	0.075	38.26
3	2.100	0.450	0.075	39.31
4	2.100	0.375	0.025	44.70
5	1.975	0.375	0.025	43.02
6	2.100	0.450	0.025	49.44
7	1.975	0.375	0.075	36.25
8	1.975	0.450	0.075	40.47

#### 7.3.6.1 Análisis diseño experimental

Al analizar los datos obtenidos en el desarrollo de cada prueba del diseño de experimentos con el programa estadístico Statgraphics Centurion XV, se obtuvo el siguiente análisis de varianza ANOVA, el cual se presenta en el cuadro 8.

La tabla ANOVA nos proporciona la variabilidad de área superficial obtenida en cada membrana para cada uno de los factores (A, B y C) que conforman el diseño.

Es importante conocer que si existe un efecto con valor-P menos a 0.05 (nivel de confianza), se debe considerar como un elemento que es estadísticamente significativo.

En el cuadro 8 se observa un valor menor a 0.05, este valor se atribuye al ácido esteárico el cual mostró un valor-P de 0.0492 que nos dice que existe un valor estadísticamente significativo diferente de cero con un nivel de confianza de 95.0 %. En la formación de membranas el lubricante tuvo un efecto significativo en la variable de respuesta (área superficial) debido a que la presencia de este aditivo saturó los poros del material así como disminuyó los sitios activos presentes en la superficie del material.

Es importante mencionar que a medida que se utilizan temperaturas elevadas el ácido esteárico se acompleja formado carboxilatos insolubles.

**Cuadro 8.** Análisis de varianza (ANOVA)

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
<b>A:FeOOH</b>	1.50511	1	1.50511	2.04	0.3889
<b>B:Aglutinante</b>	29.9925	1	29.9925	40.63	0.0991
<b>C:Lubricante</b>	123.01	1	123.01	166.65	<b>0.0492</b>
<b>AB</b>	1.91101	1	1.91101	2.59	0.354
<b>AC</b>	0.391613	1	0.391613	0.53	0.5992
<b>BC</b>	3.06281	1	3.06281	4.15	0.2905
<b>Error total</b>	0.738112	1	0.738112		
<b>Total (corr.)</b>	160.611	7			

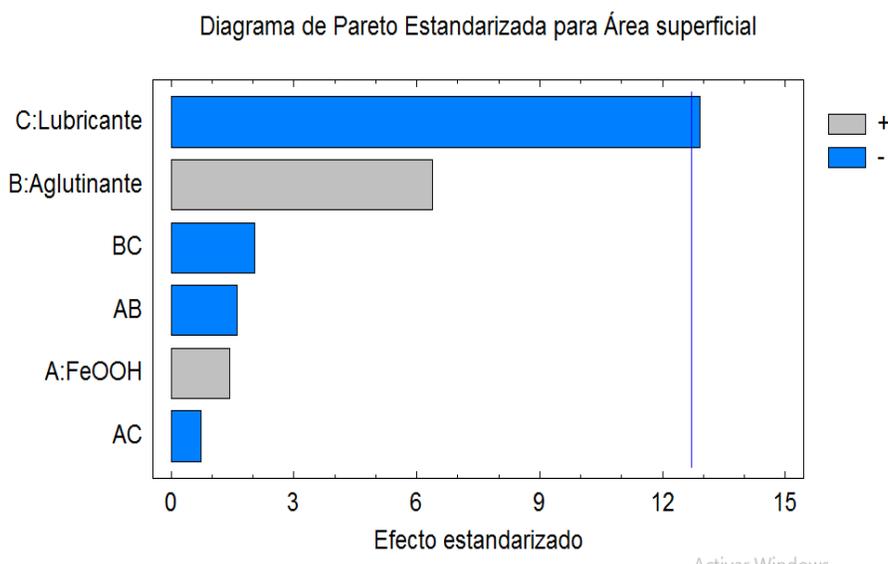
El cuadro 9 muestra una R- cuadrada del modelo que indica la variabilidad del valor de área superficial en un 99.5404%.

Sin embargo la R-cuadrada que mejor se ajusta a este diseño de experimentos corresponde a un 96.783.

**Cuadro 9.** Estadístico R-cuadrada

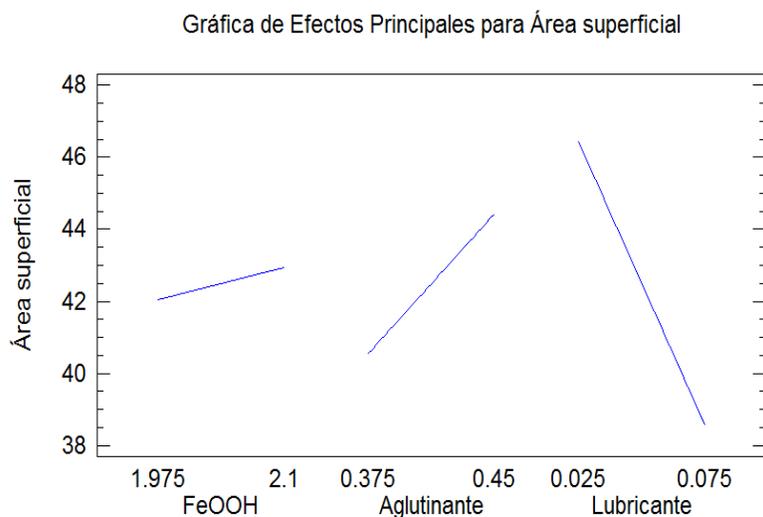
<b>R-cuadrada = 99.5404</b> por ciento
<b>R-cuadrada (ajustada por g.l.) = 96.783</b> por ciento
Error estándar del est. = 0.859135
Error absoluto medio = 0.30375
Estadístico Durbin-Watson = 2.5
Autocorrelación residual de Lag 1 = -0.375

En la Figura 11 Se presenta el diagrama de Pareto y se observa que el factor **C** que corresponde al lubricante (ácido esteárico) tiene un efecto significativo en la obtención de la variable de respuesta que es el área superficial. El nivel de significancia  $\alpha$  corresponde a la línea vertical que se encuentra en el diagrama, sin embargo las barras que sobre pasan el nivel de significancia se conocen como estadísticamente significativas en cuestión a  $\alpha$ .



**Figura 11.** Diagrama de Pareto de área superficial

En la Figura 12 se observa que a medida que se utiliza mayor cantidad del material FeOOH y de aglutinante, así como menor cantidad de lubricante tendremos una mayor área superficial para el rendimiento de las membranas en la remoción de arsénico. Y en caso de utilizar la cantidad máxima de lubricante como se muestra en el gráfico, se corre el riesgo de minimizar el área superficial así como la capacidad de la membrana de remover arsénico.



**Figura 12.** Gráfica de efectos principales para área superficial

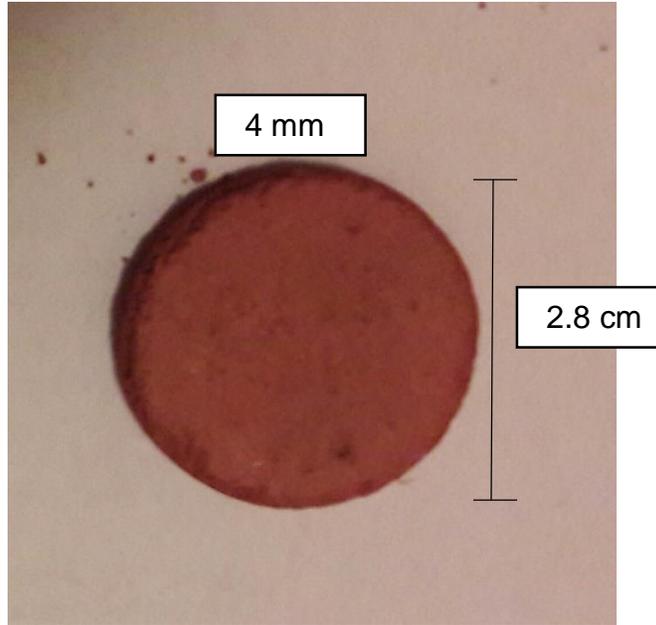
En el cuadro 10 se muestran las condiciones óptimas para la preparación de las membranas MDP's para el caso de obtener mayor área superficial en la variable de respuesta.

**Cuadro 10.** Condiciones óptimas para la preparación de membranas MDP's

	<b>Factores</b>	<b>Alto</b>	<b>Bajo</b>	<b>Óptimo</b>
<b>A</b>	Material FeOOH (g)	2.1	1.975	2.1
<b>B</b>	Aglutinante (g)	0.45	0.375	0.45
<b>C</b>	Lubricante (g)	0.075	0.025	0.025

Posterior al diseño experimental se obtuvieron 24 membranas que fueron evaluadas de forma cualitativa y cuantitativa. Las membranas finales obtenidas a partir del diseño experimental correspondían a las siguientes características presentadas a 1.5 toneladas

. En la Figura 13 se muestran las características de las membranas obtenidas a partir del diseño experimental.



**Figura 13.** Características finales membranas MDP's

Diámetro: 2.8 cm

Espesor: 4 mm

Peso: 2.57 gramos

## 7.4 Análisis de las propiedades estructurales de las membranas de disco porosas MDP's.

### 7.4.1 Técnica de fisisorción de nitrógeno

Con respecto a los resultados obtenidos en la caracterización de la membrana seleccionada para análisis en la remoción de arsénico se obtiene que de acuerdo al análisis de área superficial de la membrana seleccionada a partir del diseño experimental por sus condiciones óptimas obtuvo un área superficial de 49.44 m<sup>2</sup>/g y al aplicar el proceso térmico se obtuvo la caracterización que se muestra en el cuadro 11. El arsenato tiene una forma tetrahédrica, el radio del ión arsenato es más pequeño que del ión arsenito: As<sup>3+</sup>, H<sub>3</sub>AsO<sub>4</sub>: 4.16 Å, H<sub>2</sub>AsO<sub>3</sub><sup>3-</sup>: 4.80 Å y H<sub>3</sub>AsO<sub>3</sub>: 4.80 Å. As<sup>5+</sup> HAsO<sub>4</sub><sup>2-</sup>: 3.97 Å, H<sub>2</sub>AsO<sub>4</sub><sup>-</sup>: 4.16 Å referente a lo reportado por Min y col., 2006. En el caso del presente trabajo, la especie más abundante es As<sup>+5</sup> (HAsO<sub>4</sub><sup>2-</sup>), el cual tiene un tamaño de radio de 3.97 Å, lo cual nos muestra que de acuerdo al diámetro de poro la molécula de arsénico se puede retener en nuestra membrana calcinada a una temperatura de 600 °C.

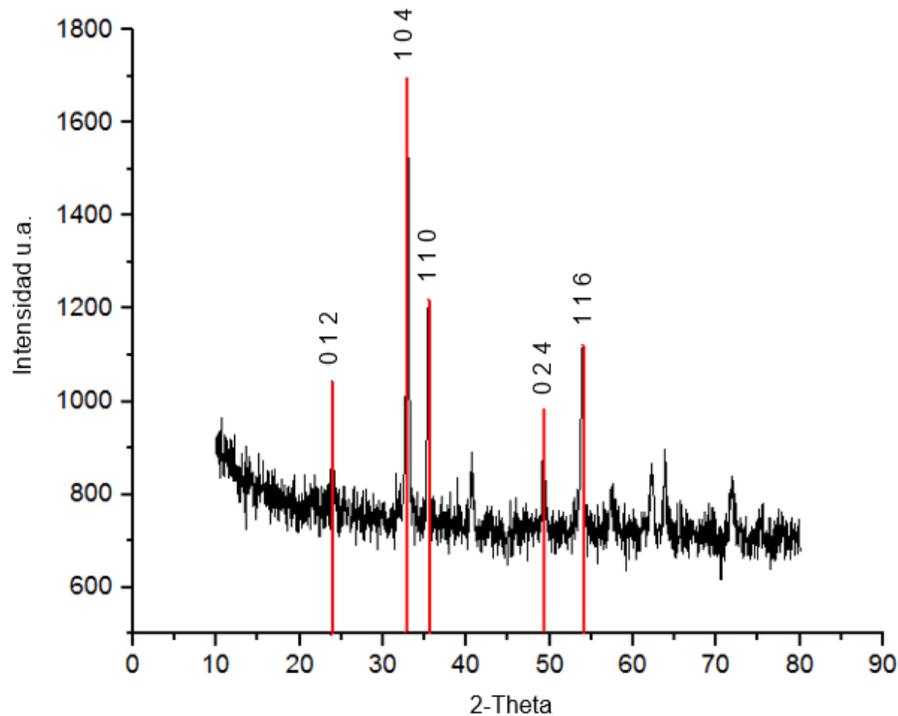
**Cuadro 11.** Caracterización de SBET para MDP6 sinterizada a 600 °C

Análisis	Valores	Unidades
Área superficial	39.4249	m <sup>2</sup> /g
Diámetro de poro dV/d	83.0154	Å

### 7.4.2 Difracción de rayos X

Se analizó la membrana seleccionada a partir del diseño experimental y posterior a realizar un proceso térmico de sinterización de 600 °C, con el fin de conocer su composición química así como su cristalinidad a partir del proceso de la formación de la membrana. En la Figura 14 podemos observar que de acuerdo al

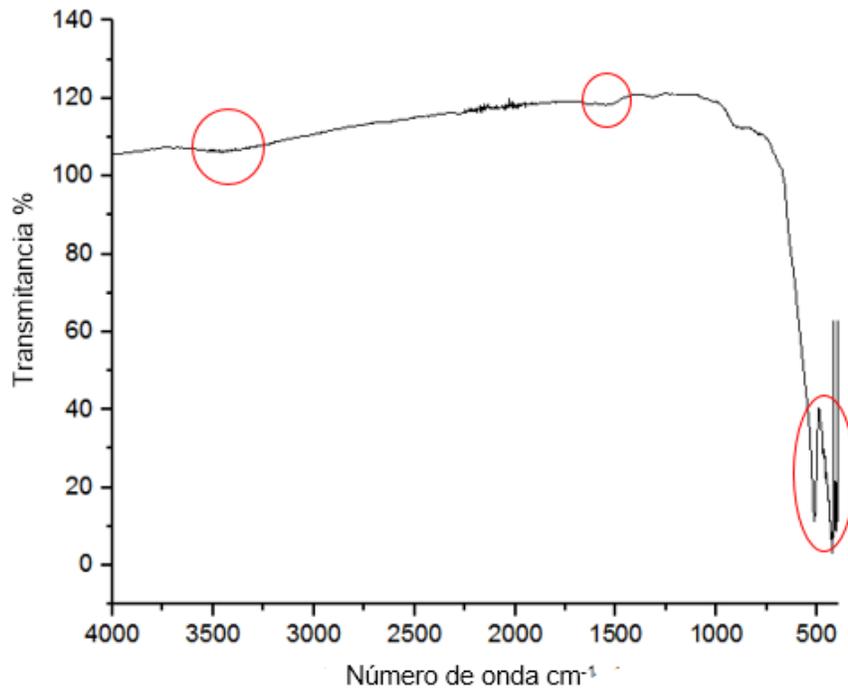
PDF 03-6664 el material es hematita ya que se caracteriza por las reflexiones principales en la posiciones 24.138, 33.153, 35.612, 49.480 y 54.091 con los planos cristalográficos de 012, 104, 110, 024 y 116. De acuerdo a lo reportado por Zhang y col., 2017; Gaviría y col., 2007, autores que reportan los planos cristalográficos de la reflexión más pronunciada que aparece en 33.153 en 2-theta y planos cristalográficos de 1 0 4.



**Figura 14.** Difractograma de membrana MDP's condiciones óptimas

#### 7.4.3 Análisis FTIR (Espectrofotómetro infrarrojo por transformada de Fourier)

En base a la caracterización que se realizó a la membrana que contenía 0.025 g de ácido esteárico (lubricante) se obtuvo lo siguiente que se presenta en Figura 15.

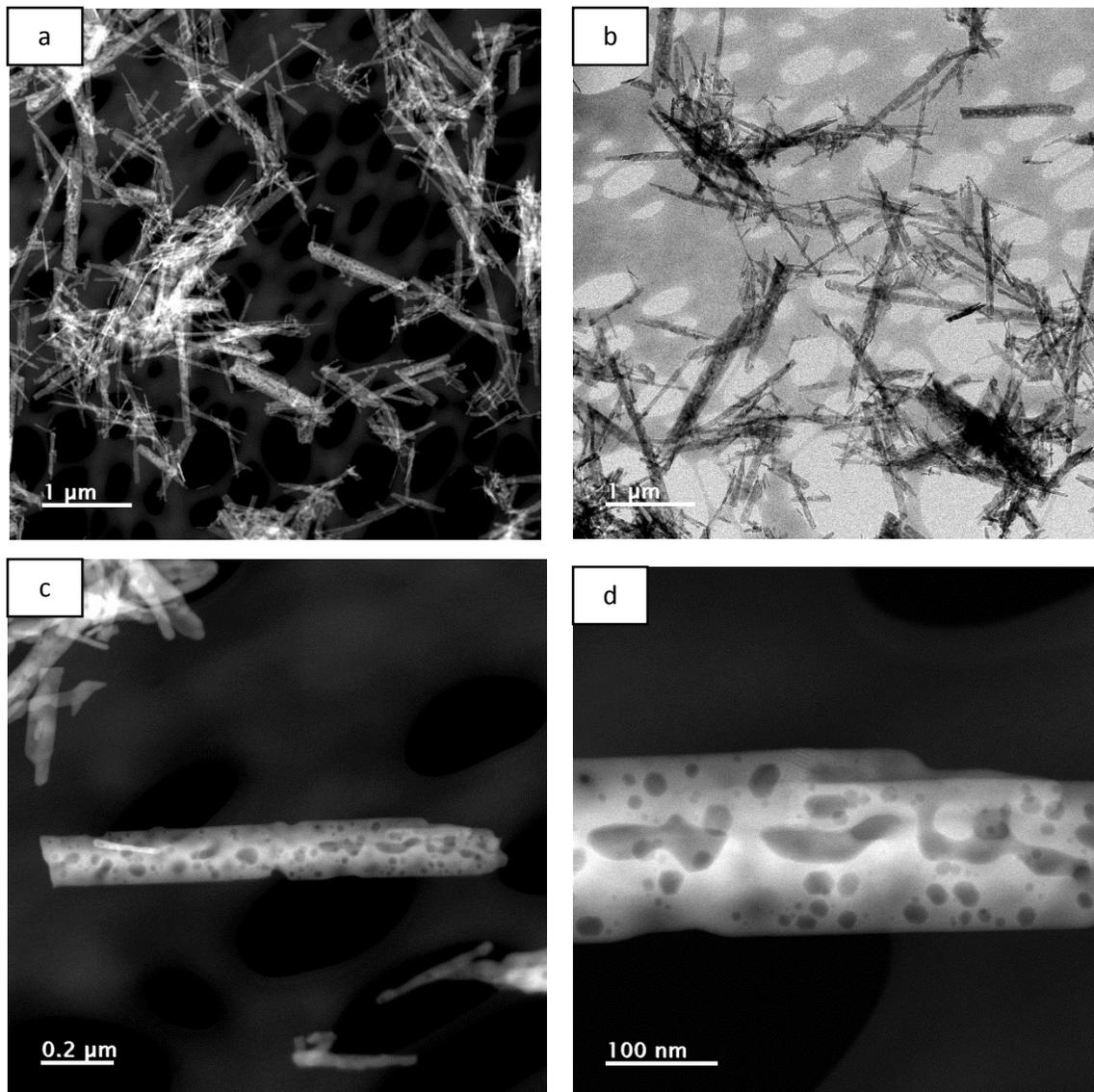


**Figura 15.** FTIR membrana 0.025 g C<sub>18</sub>H<sub>36</sub>O<sub>2</sub> (lubricante)

Con respecto a lo que se muestra en el espectro FTIR de la Figura 15 podemos observar la primera señal entre el número de onda 3642 – 3285 el cual se debe a la pérdida de humedad de la muestra. Posteriormente se observa una señal en el número de onda de 1696 – 1482 lo cual se atribuye a la presencia de un ácido carboxílico (torsión o estiramiento del carboxilo). Finalmente se observa una señal en 760 – 493 que se atribuye a la presencia de hematita y al enlace de hierro con oxígeno e hidrógeno (Fe- O-H) de acuerdo a lo que establece Palacios et al., 2012.

#### 7.4.4 Microscopia Electrónica de Transmisión STEM (Scanning Transmission Electron Microscopy)

En la Figura 16 se pueden observar las micrográficas obtenidas en el análisis de Microscopia electrónica de transmisión.



**Figura 16.** Micrografía membrana MDP6 sinterizada a 600°C

De acuerdo a lo que se puede ver en las micrografías de STEM en la Figura 16 a y b las partículas aciculares son típicas de los óxidos de hierro. Las partículas presentes como tubos o varillas de la Figura 16 c y d a 0.2 μm y 100 nm puede formarse mediante núcleos precursores compuesto cada uno de 2-3 celdas unitarias (cada celda con 1.5 nm) de acuerdo a lo reportado por Acuña y Echeverría, 2007 de igual forma se reporta que de acuerdo al cambio de fase que ocurre en nuestro material, es posible que el tamaño de cristal se conserve constante.

## 7.5 Determinación de la eficiencia en la disminución de arsénico mediante el uso de membranas porosas MDP's.

Se seleccionó la combinación de las fracciones de la membrana MDP6 de acuerdo al diseño experimental y las condiciones óptimas para preparar cinco membranas con características iguales (goethita 2.1 g, aglutinante 0.450 g y lubricante 0.025 g).

### 7.5.1 Cinética de remoción de arsénico en pruebas en continuo

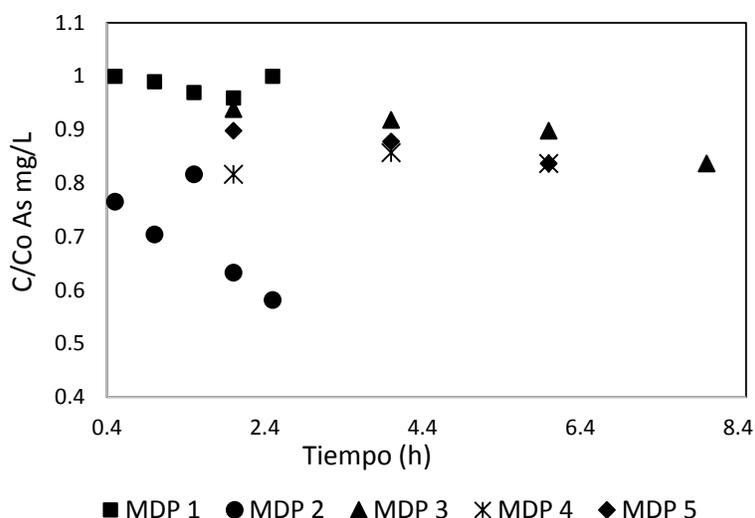
Una vez obtenidas las membranas se realizó una cinética de adsorción para observar su comportamiento en la remoción de arsénico. Se preparó agua sintética con arseniato de sodio 98% pureza Sigma Aldrich. La concentración de arsénico fue seleccionada a partir de lo reportado en diversos estados de la república mexicana y en el caso de este trabajo de investigación se trabajó con una concentración de 0.49 mg/L. En el cuadro 12 se observa la cinética de adsorción de cada una de las membranas que se probaron. Cada una de las membranas utilizadas consistían en 2.1 g de FeOOH, 0.450 g de aglutinante y 0.025 g de lubricante (ácido esteárico) de acuerdo a la selección de la membrana MDP6 del diseño experimental.

**Cuadro 12.** Cinética de adsorción de membranas MDP's

Tiempo (h)	MDP 1	MDP 2	MDP 3	MDP 4	MDP 5
0	0.49	0.49	0.49	0.49	0.49
0.5	0.49	0.375	-	-	-
1	0.485	0.345	-	-	-
1.5	0.475	0.4	-	-	-
2	0.47	0.31	0.46	0.4	0.44
2.5	0.49	0.285	-	-	-
4	-	-	0.45	0.42	0.43
4.5	0.49	0.375	-	-	-
6	-	-	0.44	0.41	0.41
7.5	0.49	0.395	-	-	-
8	-	-	0.41	-	-
11.5	0.49	0.405	-	-	-

La cinética de adsorción para la membrana MDP1 y MDP2 se realizó al inicio del tiempo cada 30 minutos lo equivalente a 0.5 h, posteriormente a partir de las 2 horas y media se decidió tomar muestra cada 2 horas, ya que el proceso de adsorción no mostraba cambio al paso del tiempo. En el caso de las membranas MDP3, MDP4 y MDP5 se tomó muestra cada 2 horas, con el fin de conocer su eficiencia en la remoción de arsénico en tiempos extensos.

En la Figura 17 se puede observar que las cinco membranas tienen un comportamiento similar en las 8 primeras horas, sin embargo en la prueba de la membrana MDP2 se obtuvo una remoción de 0.285 mg/L al equilibrio. Para la membrana MDP2 Cada muestra fue tomada cada 30 minutos, obteniendo la mejor remoción a las 2.5 horas. Todas las membranas fueron fabricadas con la cantidad mínima de ácido esteárico con el fin de proporcionar a cada una área superficial considerable para la remoción de arsénico. Las condiciones en que se realizaron las pruebas fueron: concentración de arsénico 0.49 mg/L, flujo de 5 mL/min y pH de 4.



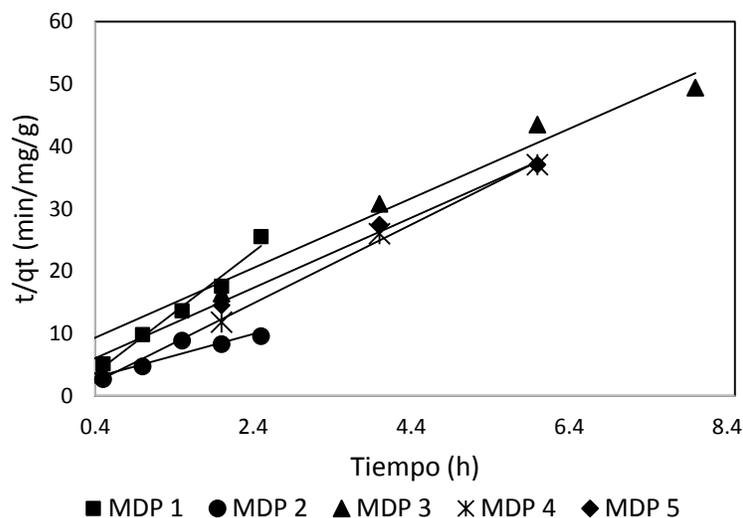
**Figura 17.** Cinética de membranas MDP's

En este proyecto de investigación se logró observar la influencia del ácido esteárico en la formación de membranas y los inconvenientes que tiene el uso de

este para obtener porcentajes de remoción favorables al utilizar membranas conformadas por hematita ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ).

Se llevó a cabo una prueba con dos membranas que contenían 2.1 g de  $\text{FeOOH}$ , 0.450 g de aglutinante y 0.075 g de lubricante (ácido esteárico), las cuales no mostraron eficiente capacidad de adsorción ya que al pasar agua a través de éstas se pudo observar que ambas membranas formaban una capa hidrófoba en su superficie, evitando el paso de flujo de agua. Esto se atribuye a la presencia de lubricante (ácido esteárico).

La cinética que se ajusta al modelo de pseudo segundo orden. El orden de la cinética se determinó a partir de la relación que existe entre la capacidad de adsorción en el equilibrio con respecto al tiempo.



**Figura 18.** Cinética pseudo segundo orden de membranas MDP's

A partir de los resultados obtenidos en el desarrollo de la cinética de adsorción se aplicó la ecuación de pseudo segundo orden en cada una de las membranas las ecuaciones se observan en el cuadro 13 y en el cuadro 14 se observan las constantes obtenidas.

**Cuadro 13.** Ecuación tendencia lineal de membranas MDP's

MDP's	Ecuación					R <sup>2</sup>
<b>MDP1</b>	Y=	8.2316	x	+	1.2321	0.9976
<b>MDP2</b>	Y=	3.4825	x	+	3.3044	0.8503
<b>MDP3</b>	Y=	5.5838	x	+	7.0867	0.97
<b>MDP4</b>	Y=	6.3181	x	-	0.3471	0.9949
<b>MDP5</b>	Y=	5.6361	X	+	3.7647	0.9931

**Cuadro 14.** Constantes de adsorción ecuación de pseudo segundo orden

Masa	(g)	2.5 g	Peso de la membrana
<b>q<sub>e</sub></b>	(mg/g)	0.287	MDP2
<b>k<sub>ad</sub></b>	(mg/min)	3.67	
<b>h</b>	(mg/g)	0.303	

En las constantes de adsorción la MDP2 fue la que presentó mayor constante de velocidad de adsorción 3.67 mg/min y una capacidad de adsorción al equilibrio de 0.287 mg/g. Con respecto al análisis de los datos la capacidad de adsorción de la membrana conformada por materiales con contenido de hierro en el caso de la hematita el proceso tuvo una remoción del 41% a concentraciones bajas. Lo reportado por Dai y col., 2016 la capacidad de adsorción en hematita fue 2.9 veces más que lo que se reporta en este proyecto con el proceso de membranas conformadas por hematita Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. En dicho artículo el material se encontraba en forma de partículas lo cual es importante mencionar que en el caso de hacer preparación de membranas con dicho material se debe considerar la cantidad de los aditivos utilizados.

## 8. CONCLUSIONES

- De acuerdo a la caracterización del material se observó que la goethita sintética resulto ser un material mesoporoso y se conforma por una estructura cristalina, así como el material es estable a temperaturas por debajo de 281 °C.
- El lubricante es de gran importancia en la formación de membranas MDP's, sin embargo el uso de cantidades por encima de 0.075 g provoca superficies hidrófobas en la membrana así como la posibilidad de formar complejos que disminuyen la capacidad de adsorción de la hematita.
- El material de goethita sintética y hematita en este proyecto de investigación disminuye su capacidad de adsorción, debido a la presencia de ácido esteárico en las membranas.
- La membrana MDP2 conformada por hematita tuvo una capacidad de adsorción al equilibrio de 0.287 mg/g lo cual equivale a un 41% de remoción con una concentración inicial de 0.49 mg/L de arsénico.

## 9. REFERENCIAS

- Acuña, J. C., & Echeverría, F. E. (2007). Síntesis de óxidos de hierro nanoparticulados. *Scientia et Technica*, 1(36).
- Apaza, R., & Calcina, M. (2014). Contaminación natural de aguas subterráneas por Arsénico en la zona de Carancas y Huata, Puno. *Rev Investig Altoandín*, 16(1), 51-8.
- Aredes, S., Klein, B., & Pawlik, M. (2012). The removal of arsenic from water using natural iron oxide minerals. *Journal of Cleaner Production*, 29, 208-213.
- Agency for Toxic Substances and Disease Registry. US Department of Health and Human Services (2007). Agency for Toxic Substances and Disease Registry (ATSDR). Toxicological Profile for Arsenic (Update). Update.
- Armienta, M. A., G. Villaseñor, R. Rodríguez, L. K. Ongley & H. Mango. (2001). The role of arsenic-bearing rocks in groundwater pollution at Zimapán Valley, Mexico. *Environmental Geology*. 40(4-5):571-581.
- Armienta, M., A. & Segovia, N. (2008). Arsenic and Fluoride in the groundwater of México, *Environmental Geochemistry and Health* 30 (4), 345-353.
- Atkins, P. W., & Jones, L. (2006). Principios de química: los caminos del descubrimiento. Ed. Médica Panamericana.
- Atkins, P., & De Paula, J. (2008). Química Física (8 Edición ed.). Buenos Aires: Médica Panamericana.
- Avilés, M.; Sofía, E.G.; José, S.; de La, P.; Cristina, N.; Ma, V.E. Removal of groundwater arsenic using a household filter with iron spikes and stainless steel. *J. Environ. Manag.* 2013, 131, 103–109.
- Bazant, J. (2012). Hacia un desarrollo urbano sustentable: problemas y criterios de solución. Editorial Limusa.
- Benito, J. M., Conesa, A., & Rodríguez, M. A. (2004). Membranas cerámicas. Tipos, métodos de obtención y caracterización. *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, 43(5), 829-842.
- Burriel, F., Lucena, F., Arribas, S., & Hernández, J. (2008). Química Analítica Cualitativa. Madrid España. Paraninfo S.A.

- Callister, W.D. (2002). Introducción a la ciencia e ingeniería de los materiales. Barcelona España. Reverté.
- Camargo Vargas, G., Galindo, V., & Martín, H. (2005). Estudio de la obtención de sustratos cerámicos para membranas inorgánicas. Ingeniería e Investigación, 25(2), 62-70.
- Castaño, J. G., & Arroyave, C. (1998). La funcionalidad de los óxidos de hierro. Revista de metalurgia, 34(3), 274-280.
- Ceccotti, E. (2007). El Diagnóstico en Clínica Estomatológica. Buenos Aires.. Editorial Panamericana.
- Chávez Quijada, M. L., & Miglio Toledo, M. (2011). Remoción de arsénico por oxidación solar en aguas para consumo humano. Revista de la Sociedad Química del Perú, 77(4), 307-314.
- CONAGUA. (2013). Estadísticas del agua en México . México: Comisión Nacional del Agua.
- Costa, J., Cervera, S., Cunill, F., Esplugas, S., Mans, C., & Mata, J. (1991). Curso de Ingeniería Química. España. Reverté S.A. de C.V.
- Corona, L. Área superficial del carbón activado usando la isoterma de adsorción de Langmuir.
- Dai, M., Xia, L., Song, S., Peng, C., & Lopez-Valdivieso, A. (2016). Adsorption of As (V) inside the pores of porous hematite in water. Journal of hazardous materials, 307, 312-317.
- D'Ambrosio C. Evaluación y selección de tecnologías disponibles para remoción de arsénico. Memorias. IV Congreso Hidrogeológico Argentino. Río Cuarto, Argentina. pp 1-11. 2005.
- Delgado, B. C., Marchese, J., Fernández, A., Lubian, T., & Salgado, I. (2013). Desarrollo de membranas ceramicas a partir del empleo de minerales. Artículos Científicos, INFOMIN, 2-12.
- Fabio, H., Martínez, P. N., & Albeiro, H. (2006). Fundamentos de cristalografía. Colombia. Ediciones Elizcom.
- Figueiredo, H., & Quintelas, C. (2014). Tailored zeolites for the removal of metal oxyanions: Overcoming intrinsic limitations of zeolites. Journal of hazardous materials, 274, 287-299.

- Francisca, F. M., & Carro Pérez, M. E. (2014). Remoción de arsénico en agua mediante procesos de coagulación-floculación. *Revista internacional de contaminación ambiental*, 30(2), 177-190.
- Fontana, J. (2013). Los usos de la Historia: una reflexión sobre el agua. *Vínculos de la Historia*, 115-125.
- Gallegos, G. M., Ramírez, M. K., & Song, S. (2012). Arsenic removal from water by adsorption using iron oxide minerals as adsorbents: a review. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review*, 33(5), 301-315.
- Galán Cerrillo, J. J. (2009). Síntesis de carboxilatos metálicos.
- Garrido, S., Avilés, M., Pargaru I., De la Paz J., Segura, N. (2006). Pruebas de tratabilidad para remoción de arsénico del agua de suministro municipal de Gómez Palacio, Dgo., utilizando el sistema DesEl.
- Garrido, S.; Avilés, M.; Ramírez, A.; Calderón, C.; Ramírez-Orozco, A.; Nieto, A.; Shelp, G.; Seed, L.; Cebrian, M.; Vera, E. Arsenic removal from water of Huautla, Morelos, Mexico using Capacitive deionization. In *Natural arsenic in Groundwaters. of Latin. America*; Taylor & Francis Group: London, UK, 2009; pp. 665–676.
- Garrido-Hoyos, S., & Romero-Velazquez, L. (2015). Synthesis of Minerals with Iron Oxide and Hydroxide Contents as a Sorption Medium to Remove Arsenic from Water for Human Consumption. *International journal of environmental research and public health*, 13(1), 69.
- Gaviria, J. P., Bohe, A., Pasquevich, A., & Pasquevich, D. M. (2007). Hematite to magnetite reduction monitored by Mössbauer spectroscopy and X-ray diffraction. *Physica B: Condensed Matter*, 389(1), 198-201.
- Ghanizadeh, G., Ehrampoush, M. H., & Ghaneian, M. T. (2010). Application of iron impregnated activated carbon for removal of arsenic from water. *Iranian Journal of Environmental Health Science & Engineering*, 7(2), 145.
- Gleason, A. E., Jeanloz, R., & Kunz, M. (2008). Pressure-temperature stability studies of FeOOH using X-ray diffraction. *American Mineralogist*, 93(11-12), 1882-1885.
- Glibota, G. S. A., Fernández, C., & Peña, P. R. S. (2005) Avances en opciones para eliminación de arsénico en aguas. Argentina. Universidad Nacional del Nordeste.
- González-A., Fagundo-Castillo, J. R., Carrillo-Rivera, J. J., & Rodríguez-Estrella, R. (2012). Geoquímica de los sistemas de flujo de agua subterránea en rocas

sedimentarias y rocas volcanogénicas de Loreto, BCS, México. *Boletín de la Sociedad Geológica Mexicana*, 64(3), 319-333.

- Gómez, E. G. (2015). La mineralogía en el negocio minero metálico. *Revista del Instituto de Investigación de la Facultad de Ingeniería Geológica, Minera, Metalúrgica y Geográfica*, 18(35).
- Hao, L., Ouyang, T., Lai, L., Liu, Y. X., Chen, S., Hu, H., ... & Wang, J. J. (2014). Temperature effects on arsenate adsorption onto goethite and its preliminary application to arsenate removal from simulative geothermal water. *RSC Advances*, 4(94), 51984-51990.
- Hernández, A., Tejerina, F., Arribas, J. I., Martínez, L., & Martínez, F. (1990). *Procesos de transporte y separación en membranas: Microfiltración, Ultrafiltración y Osmosis inversa*. Madrid España. Compobell, S.A. Murcia.
- Ho, Y.S., McKay G, Wase Daj y foster CF (2000) study of the sorption of divalent metal ions on to peat. *Adsorp. Sci. Technology* 18 639-650.
- Inkson, B.J. (2016). *Materials Characterization Using Nondestructive Evaluation (NDE) Methods*, Cap. 2 Scanning electron microscopy (SEM) and transmission electron microscopy (TEM) for materials characterization (pag. 17-43).
- Jadhav, S. V., Bringas, E., Yadav, G. D., Rathod, V. K., Ortiz, I., & Marathe, K. V. (2015). Arsenic and fluoride contaminated groundwaters: a review of current technologies for contaminants removal. *Journal of environmental management*, 162, 306-325.
- Jain, C.K. & Singh, R.D. (2012). Technological options for the removal of arsenic with special reference to South East. *Asia Journal of Environmental Management*, 107, 1-18.
- Jaiswal, A., Banerjee, S., Mani, R., & Chattopadhyaya, M. C. (2013). Synthesis, characterization and application of goethite mineral as an adsorbent. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 1(3), 281-289.
- Jiménez, B. E. (2001). *La contaminación ambiental en México: causas, efectos y la tecnología apropiada*. México D.F. Limusa S.A. de C.V.
- Ksapabutr, B., & Panapoy, M. (2016). Freestanding hematite nanofiber membrane for visible-light-responsive photocatalyst. *Ceramics International*, 42(3), 3864-3875.
- Lavado M, C., Sun Kou, M. D. R., & Bendezu, S. (2010). Adsorción de plomo de efluentes industriales usando carbones activados con H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>. *Revista de la Sociedad Química del Perú*, 76(2), 165-178.

- Lee, M. W., & Li, K. (2015). 2 – Advances in ceramic membranes for water treatment. *Advances in Membrane Technologies for Water Treatment*, 43-82.
- Lenntech, R. (2007). Arsénico, propiedades químicas y efectos sobre la salud y el medio ambiente. Holanda.(en línea). Consultado: 17 marzo 2014.
- Leyva-Ramos, R., & Moreno-Piraján, J. C. (2007). Importancia y aplicaciones de la adsorción en fase líquida. *Sólidos Porosos, Preparación, Caracterización y Aplicaciones*. Ediciones Uniandes, Facultad de Ciencias, Departamento de Química, 155-211.
- Li, L., Chen, M., Dong, Y., Dong, X., Cerneaux, S., Hampshire, S., ... & Liu, J. (2016). A low-cost alumina-mullite composite hollow fiber ceramic membrane fabricated via phase-inversion and sintering method. *Journal of the European Ceramic Society*, 36(8), 2057-2066.
- Litter, M. I., Morgada, M. E., & Bundschuh, J. (2010). Possible treatments for arsenic removal in Latin American waters for human consumption. *Environmental Pollution*, 158(5), 1105-1118.
- Litter, M., & Bundschuh, J. (2010). Situación del arsénico en la región ibérica e iberoamericana. Posibles acciones articuladas e integradas para el abatimiento del arsénico en zonas aisladas.
- Lu, P., & Zhu, C. (2011). Arsenic Eh–pH diagrams at 25 C and 1 bar. *Environmental Earth Sciences*, 62(8), 1673-1683.
- Manahan, S. E. (2006). *Introducción a la química ambiental*. México D.F. Reverté S.A. de C.V.
- Mejía-González, M. Á., González-Hita, L., Briones-Gallardo, R., Cardona-Benavides, A., & Soto-Navarro, P. (2014). Mecanismos que liberan arsénico al agua subterránea de la Comarca Lagunera, estados de Coahuila y Durango, México. *Tecnología y ciencias del agua*, 5(1), 71-82.
- Mendoza, A. F. F., Chávez, A. H., Vázquez, J. A. T., & González, E. V. D. (2013). Formas farmacéuticas. Excipientes y vehículos. *Farmacología general: una guía de estudio*, 37.
- Min Jang, Soo-Hong Min, Tak-Hyun Kim, Jae Kwang Park. (2006). *Removal of arsenite using hydrous ferric oxide incorporated into naturally occurring porous diatomite*, *Environmental science & technology*, Vol 40, No 5.
- Mohammad, A. W., Teow, Y. H., Ang, W. L., Chung, Y. T., Oatley-Radcliffe, D. L., & Hilal, N. (2015). Nanofiltration membranes review: Recent advances and future prospects. *Desalination*, 356, 226-254.

- Muciño, N. E.D., (2017). Illustrator program, Version CS6. Licencia de prueba.
- Newcombe, R. L., Rule, R. A., Hart, B. K., & Möller, G. (2008). Phosphorus Removal from Municipal Wastewater by Hydrous Ferric Oxide Reactive Filtration and Coupled Chemically Enhanced Secondary Treatment: Performance. *Water Environment Research*, 80(3), 238-247.
- OCDE, (2013) Hacer posible la reforma de la gestión del agua en México, OECD Publishing. <http://dx.doi.org/10.1787/9789264188075-en.com>.
- Osorio, F., Torres, J. C., & Sánchez, M. (2010). Tratamiento de aguas para la eliminación de microorganismos y agentes contaminantes. Aplicación de procesos industriales a la reutilización de aguas residuales. España: Días de Santos.
- Orozco, C., Pérez, a., Gonzáles, M. N., Rodríguez, F. J., & Alfayate, J. M. (2011). Contaminación ambiental. Una visión desde la química. Madrid , España: Paraninfo S.A.
- Palacios, P. R., De Los Santos Valladares, L., Bustamante, A., & González, J. C. (2012). Estudio de la deshidroxilación en el óxido férrico hidratado denominado limonita. *Revista de la Sociedad Química del Perú*, 78(3), 198-207.
- Pal, P. (2015). Groundwater Arsenic Remediation: Treatment Technology and Scale UP. Butterworth-Heinemann.
- Pérez, M. V., Castro, A. J., & Balmori, R. H.(2004). Characterization and preparation of porous membranes with a natural Mexican zeolite. *Journal of Physics: Condensed Matter*,16 (22), S2345.
- Ramírez, A. V. (2013). Exposición ocupacional y ambiental al arsénico: actualización bibliográfica para investigación científica. In *Anales de la Facultad de Medicina* (Vol. 74, No. 3, pp. 237-248). UNMSM. Facultad de Medicina.
- Rojas, M. L. (2015). Diseño y síntesis de materiales "a medida" mediante el método sol-gel . Madrid España: Universidad Nacional de Educación a Distancia.
- Rosegrant, M. W., Cai, X., & Cline, S. A. (2004). PANORAMA GRLOBAL DEL AGUA HASTA EL AÑO 2025. Washington , D.C., EE.UU.: Copyright 2004 International Food Policy Research Institute.
- Sabbatini, P., Rossi, F., Thern, G., Marajofsky, A., & de Cortalezzi, M. F. (2009). Iron oxide adsorbers for arsenic removal: a low cost treatment for rural areas and mobile applications. *Desalination*, 248(1), 184-192

- Sklari, S., Pagana, A., Nalbandian, L., & Zaspalis, V. (2015). Ceramic membrane materials and process for the removal of as (iii)/as (v) ions from water. *Journal of Water Process Engineering*, 5, 42-47.
- Salamanca, E. (2016). Tratamiento de aguas para el consumo humano. *MÓDULO ARQUITECTURA CUC*, 17(2), 29-48. ISO 690.
- Sandoval-Ibarra, F. D., López-Cervantes, J. L., & Gracia-Fadrique, J. (2015). Ecuación de Langmuir en líquidos simples y tensoactivos. *Educación química*, 26(4), 307-313.
- Sayago, A., Cameán, a. M., Reppeto, M., & Asuero, A. G. (2012). *Toxicología Alimentaria*. Madrid: Ediciones Díaz Santos.
- Sierra, I., Gómez-Ruiz, S., Pérez-Quintanilla, D., & Morante, S. (2010). Análisis instrumental. Algunas herramientas de enseñanza-aprendizaje adaptadas al Espacio Europeo de Educación Superior.
- Tang, Y., Wang, J., & Gao, N. (2010). Characteristics and model studies for fluoride and arsenic adsorption on goethite. *ScienceDirect*, 1689-1694.
- Tuesca, R., Ávila, H., Sisa, A., & Pardo, D. (2015). Fuentes de abastecimiento de agua para consumo humano: Análisis de tendencia de variables para consolidar mapas de riesgo. Barranquilla, Colombia: Universidad del Norte.
- Valcárcel C.M & Gómez H.A. (1988). *TÉCNICAS ANALÍTICAS DE SEPARACIÓN*. España. Reverté S.A. de C.V.
- Vaughn, K. J., Van Gijseghem, H., Linares Grados, M., & Eerkens, J. W. (2013). Minería de hematita en la costa sur del Perú: investigaciones arqueológicas en Mina Primavera. *Chungará (Arica)*, 45(1), 131-142.
- Walter, J., & Weber, J. (2003). *Control de la calidad del agua Procesos fisicoquímicos*. (R. Areal, Trad.) Barcelona: Reverté S.A. de C.V.
- Wang, S., & Peng, Y. (2010). Natural zeolites as effective adsorbents in water and wastewater treatment. *Chemical Engineering Journal*, 156(1), 11-24.
- Wey, M. Y., Tseng, H. H., & Chiang, C. K. (2014). Improving the mechanical strength and gas separation performance of CMS membranes by simply sintering treatment of  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  support. *Journal of Membrane Science*, 453, 603-613.
- WHO-World Health Organization. *Guidelines for Drinking Water Quality*. 4th ed. Geneva, Switzerland. 2011, [564 pag].

- Zaspalis, V., Pagana, A., & Sklari, S. (2007). Arsenic removal from contaminated water by iron oxide sorbents and porous ceramic membranes. *Desalination*, 217(1-3), 167-180.
- Zhang, Y., Dong, K., Liu, Z., Wang, H., Ma, S., Zhang, A., ... & Li, Y. (2017). Sulfurized hematite for photo-Fenton catalysis. *Progress in Natural Science: Materials International*, 27(4), 443-451.

## Abreviaturas

<b>MDP's</b>	Membranas de Disco Porosas
<b>HACRE</b>	Hidroarsenicismo Crónico Endémico
<b>DSSH</b>	Departamento de Salud y Servicios Humanos
<b>EPA</b>	Agencia de Protección Ambiental
<b>OMS</b>	Organización Mundial de la Salud
<b>IUPAC</b>	Unión Internacional de Química Pura y Aplicada
<b>TGA</b>	Análisis Termogravimétrico
<b>SEM</b>	Microscopía Electrónica de Barrido
<b>FTIR</b>	Espectroscopia de Infrarrojo Transformada de Fourier
<b>DRX</b>	Difracción de Rayos X

## Nomenclatura

<b>FeOOH</b>	Hidróxido de hierro (goethita)
<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	Óxido de hierro (Hematita)
<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	Óxido de Aluminio (Alúmina)
<b>C<sub>18</sub>H<sub>36</sub>O<sub>2</sub></b>	Ácido octadecanoico (ácido esteárico)

