Universidad Nacional de Ingeniería

Área del Conocimiento de Agricultura

DESARROLLO DE MEMBRANAS CERÁMICAS DE MICROFILTRACIÓN PARA LA REMOCIÓN DE As (V) EN AGUA CRUDA DE LA LAGUNA DE APOYO, MASAYA, NICARAGUA.

Trabajo Monográfico para optar al título de
Ingeniero Químico

Elaborado por:

Br. Sergio Antonio Bustamante Centeno Carné 2012-41956

Tutor:

M en C. Rolando Antonio Guevara Arróliga

18 de febrero del 2026
Managua, Nicaragua

Agradecimientos

En primer lugar, quiero agradecer a Dios y a mi familia, especialmente a mi mamá, la Sra. Rosa Estherlina Centeno Solórzano y a mi papá, el Sr. Sergo Antonio Bustamante Corea (q.e.p.d) por los valores y principios que me han sostenido en esta larga jornada investigativa. Así mismo, y de forma muy especial, a mi abuela, la Sra. Esmeralda Solórzano Téllez (q.e.p.d) por su cariño y apoyo incondicional a lo largo de mi carrera, y de la misma manera, a mi hermano, el Ing. Jimmy Roy Bustamante Centeno.

Agradezco a mi tutor, el M. en C. Rolando Antonio Guevara Arróliga y a mi asesor, el Dr. Léster Javier Espinoza Pérez ya que sin su paciencia, apoyo, consejo y orientación no habría sido posible la culminación del presente trabajo.

Agradezco a mis amigos y docentes, en especial al Ing. Pedro Leiva, el Ing. Pedro Sirias, el Ing. Aaron Navarro, la Ing. Romarlen Castillo, el Ing. Leonardo Pereira y al Ing. Kevin Ramírez quienes han sido un apoyo fundamental y cuyos aportes directos e indirectos han contribuido enormemente y de forma desinteresada para la realización de esta investigación. También agradezco de forma especial al M.Phil. Ing. Rodolfo Agenor Espinosa Morales por sus valiosos y significativos aportes, su asesoramiento oportuno, guía y cariño incondicional.

Por último, agradezco a la Universidad Nacional de Ingeniería, a la Dirección del Área de Conocimiento de Agricultura, así como el Programa de Investigación de Estudios Nacionales y Servicios del Ambiente por haberme permitido el acceso a sus laboratorios especializados y equipos para el desarrollo de este trabajo monográfico.

Dedicatoria

Este trabajo monográfico se lo dedico a **Dios** primeramente por las fuerzas, resiliencia y sabiduría provistas durante todas las etapas de esta investigación, desde su concepción hasta la culminación del mismo. En segundo lugar, le dedico este trabajo a mi mamá, la **Sra. Rosa Estherlina Centeno Solórzano** y a mi abuela, la **Sra. Rosa Esmeralda Solórzano** (q.e.p.d) por su apoyo y cariño incondicional.

RESUMEN

La presente investigación consistió en el desarrollo de membranas cerámicas de microfiltración fabricadas a partir de pumicita y ceniza de bagazo de caña de azúcar (CBCA). La caracterización granulométrica reveló que la morfología vesicular de la pumicita y la estructura acicular de la CBCA determinan la fracción másica aprovechable, la cual se optimizó mediante molienda hasta alcanzar un 90 %. El proceso de conformado se realizó mediante el método de colaje tradicional de pastas (paste casting) con un 15 % de humedad, seguido de un sinterizado a 800 °C. Se identificó un fenómeno de vitrificación superficial derivado de la difusión interna de metasilicato de sodio y ácido bórico hacia los bordes, dejando un núcleo poroso libre de fundentes.

Los resultados operativos mostraron flujos de agua pura (PWF) entre 1.818×10^3 y $3.190 \times 10^3\ L/(m^2 \times h)$. En las pruebas de remoción de partículas (PRT), las membranas alcanzaron eficiencias de remoción de turbidez 95 % y de color de hasta el 88 %, confirmando un mecanismo de tamizado físico efectivo para sólidos suspendidos. Mediante un análisis de optimización, se determinó el potencial de producir membranas con una porosidad máxima del 71.77 % y un diámetro de poros de 35 μm. Sin embargo, la permeabilidad hidráulica presentó una dependencia no lineal con las variables de sinterizado, indicando que el control de la microestructura es el principal factor limitante para el desempeño hidráulico.

Finalmente, la remoción de arsénico (V) asistida por quitosano se situó entre el 14.70 % y el 18.80 %. Esta eficiencia, inferior a los estándares de sistemas híbridos, se atribuyó a la naturaleza no estandarizada del biopolímero (potencial bajo grado de desacetilación) y a las limitaciones del método colorimétrico del azul de molibdeno frente a posibles interferencias iónicas. No obstante, el estudio valida la viabilidad técnica de estas membranas como una alternativa de bajo costo para la clarificación y el pretratamiento de aguas contaminadas.

OPINIÓN DEL CATEDRÁTICO GUÍA

Tengo a bien presentar ante el honorable jurado al bachiller Sergio Bustamante, autor del trabajo monográfico titulado “Desarrollo de membranas cerámicas a partir de pumicita y ceniza de bagazo de caña de azúcar para aplicaciones en procesos de separación por microfiltración”, el cual ha sido desarrollado como requisito para optar al título de Ingeniero Químico.

El presente trabajo se enmarca en una de las áreas de mayor relevancia actual dentro de la Ingeniería Química: el desarrollo de tecnologías de separación más eficientes, sostenibles y económicamente viables. En particular, la investigación aborda la fabricación de membranas cerámicas empleando ceniza de bagazo de caña de azúcar (CBCA), promoviendo la valorización de residuos agroindustriales como materia prima alternativa en la obtención de materiales funcionales.

Uno de los aportes más significativos de esta investigación radica en el análisis sistemático del proceso de conformación y sinterizado, evaluando la influencia de la composición y de las variables térmicas sobre la microestructura del material, específicamente en parámetros como diámetro de poro, porosidad total y permeabilidad hidráulica. El estudio permitió establecer relaciones claras entre las condiciones de procesamiento y el desempeño funcional de las membranas obtenidas, contribuyendo al entendimiento del diseño de materiales cerámicos para aplicaciones en separación.

El uso de CBCA como fase formadora de poros demuestra el potencial de integración entre economía circular y desarrollo tecnológico, generando materiales con propiedades adecuadas para procesos de microfiltración. La aplicación experimental del material en la remoción de contaminantes en agua permitió validar su comportamiento operativo, confirmando la viabilidad de las membranas desarrolladas como alternativa dentro del campo de tratamiento de fluidos mediante separación por membranas.

Considero que el trabajo realizado presenta rigor metodológico, coherencia técnica y un aporte significativo en el área de materiales y procesos de separación, fortaleciendo el vínculo entre investigación aplicada y desarrollo sostenible.

Por lo anteriormente expuesto, estimo que el presente trabajo cumple con los requisitos académicos establecidos, por lo que solicito respetuosamente al honorable jurado su aceptación como requisito final para optar al título de Ingeniero Químico, y se otorgue al bachiller Sergio Bustamante el grado correspondiente.

Rolando Antonio Guevara Arróliga
M. en C. Ing. Químico

Índice general

RESUMEN III

1. INTRODUCCIÓN 1

2. OBJETIVOS 3
2.1. Objetivo General . . . 3
2.2. Objetivos Especificos . . . 3

3. MARCO TEÓRICO 4
3.1. Tecnología de membranas . . . 4
3.1.1. Aspectos generales de la separacion por membranas . . . 4
3.1.2. Tipos membranas: membranas cerámicas . . . 5
3.1.3. Procesos de separación por membrana . . . 6
3.1.4. Modelos de transporte para membranas MF . . . 7
3.1.5. Proceso de elaboración de membranas cerámicas . . . 10
3.1.6. Aplicaciones de la tecnología de membrana en el tratamiento de aguas. . . . 19
3.2. Caracterización de las membranas . . . 21
3.2.1. Estabilidad química . . . 21
3.2.2. Distribucion de poros: Método de punto burbuja . . . 21
3.2.3. Flux de agua pura (PWF) y factor de compactación (CF): Prueba de permeación con agua . . . 23
3.2.4. Permeabilidad hidráulica (P_m) y resistencia de la membrana (r_m) . 23
3.2.5. Contenido de agua en el equilibrio (EWC) . . . 24
3.3. El arsénico . . . 24
3.3.1. Descripción general del elemento y ocurrencia en los medios ambientales . . . 24
3.3.2. Método de transporte del arsénico a las fuentes de agua . . . 25
3.3.3. Afectaciones del Arsénico en la salud . . . 27
3.3.4. El arsénico en Nicaragua . . . 29
3.3.5. Regulaciones Nacionales para el Arsénico . . . 31
3.3.6. Métodos de detección de Arsénico . . . 31

4. METODOLOGÍA 32
4.1. Caracterización granulométrica de los polvos precursores y los agregados de la pasta cerámica . . . 32
4.1.1. Procesamiento de polvos: tamizado y molienda . . . 32
4.1.2. Preparación de las membranas cerámicas . . . 35
4.1.3. Caracterización de la membrana . . . 39
4.1.4. Determinación del contenido de agua en el equilibrio (EWC) . . . 40
4.1.5. Analisis de agua . . . 40
4.1.6. Aplicación de las membranas en un sistema MF . . . 41

4.1.7. Diseño experimental y Análisis estadístico 44

5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN **48**
5.1. Caracterización granulométrica de los polvos precursores y agregados . . 48
5.2. Análisis del proceso de conformación de las membranas cerámicas 49
5.3. Evaluación del efecto de las variables de sinterizado en las características de las membranas conformadas 52
5.3.1. Normalidad de datos experimentales 52
5.3.2. Análisis de varianza y jerarquización de efectos 54
5.3.3. Efectos principales e interacciones 60
5.3.4. Tendencias de los factores experimentales en las variables respuesta 65
5.3.5. Optimización de variables 69
5.4. Caracterización de la membranas conformadas 71
5.4.1. Pruebas de Microfiltración 71
5.4.2. Pruebas de rechazo de partículas (PRT) 75
5.4.3. Estabilidad quimica de las membranas 78
5.5. Evaluación de la eficiencia de separación y comparación con diferentes tipos de agua 79
5.6. Discusión de resultados 81
5.6.1. Caracterización granulométrica y proceso de conformación cerámica 81
5.6.2. Cinética de la porosidad 82
5.6.3. Evolución microestructural del poro 82
5.6.4. Efecto de las variables de sinterizado en la permeabilidad hidráulica 82
5.6.5. Optimización de variables de sinterizado 82
5.6.6. Remoción de arsénico 83

6. Conclusiones **84**

7. Recomendaciones **85**

References **89**

Índice de figuras

1. Esquema general de un sistema de membrana. Tomado de Drioli, et al. (2018) *Membrane Engineering* (P.2) DE GRUYTER. Figura 1.2 4
2. Arreglo de flujo en dos etapas. Tomado de McCabe, et al. (2007) *Operaciones unitarias en ingenieria quimica* (P.945). McGraw-Hill. Figura 26.11 . 5
3. Resumen de la principal clasificación de las membranas 6
4. Modelos de transporte a través de medios porosos. A la izquierda, la representación del modelo de poro-flujo y a la derecha, el modelo de solución-difusión. Tomado de Membrane technology and applications (P.29) por R. Baker, 2004, Wiley 8
5. Formación de torta en filtración ”Dead-end”. Adaptado de ’Ch.8: filtration’ por Z. Berk en *Food Process Engineering and Technology* (2009). P.199 . 9
6. Esquema de las etapas típicas del procesamiento de membranas cerámicas. Tomado de *Tendencias en el conformado de suspensiones cerámicas* (p.601) por R. Moreno, 2011, Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio. Todos los derechos reservados por el autor. CC-BY-NC-ND. 11
7. Clasificación de métodos de producción de soportes de membranas basadas en el estado de agregación del precursor. Adaptado de *Various fabrication methods of porous ceramic supports for membrane applications* (p. 358), por P. Monash, G. Pugazhenthi y P. Saravanan, 2013, De Gruyter. 14
8. Varios métodos de fabricación para preparar soportes cerámicos. Adaptado de *Insights on applications of low-cost ceramic membranes in wastewater treatment: A mini-review*, (p. 3), de S. I. Sandhya y R. V. Kumar, 2021, Elsevier, bajo la licencia CC By-NC-ND 15
9. Diferentes etapas en la remoción de agua en el proceso de secado. Tomado de *Fundamentals of Material Science and Engineering: An Integrated Approach* (P. 645), por W. Callister y D. Rethwish, 2015, Wiley & Sons. . . 16
10. Flujo de aire caliente en un horno convectivo de gravedad (a) y de convección forzada (b) en un horno de laboratorio. Tomado de ThermoFisher Scientific (2023) “*Lab Heating and Drying Ovens*”. 17
11. Descripción gráfica de las etapas del sinterizado. Asumiendo partículas esféricas que comienzan el proceso como una estructura de partículas sueltas. Tomado de *Geometric Trajectories during sintering* (P. 143), por R. German, 2014, Elsevier Inc. 18
12. Programa de tratamiento térmico típico para membranas cerámicas. Adaptado de *Insights on applications of low-cost ceramic membranes in wastewater treatment: A mini-review*, (p. 5), de S. I. Sandhya y R. V. Kumar, 2021, Elsevier, bajo la licencia CC By-NC-ND. 19
13. Procesos usados para la remoción de arsénico en el agua y algunos ejemplos de los cuatro procesos. Adaptado de Spellman, F. (2014) *Handbook of water and wastewater treatment plant operations* (P. 669). CRC Press. . 20

14. Curva teórica de flujo-presión para la prueba de punto burbuja **(a)** y una representación del movimiento de partículas en la prueba del punto burbuja **(b)**. Adaptado de V. Gitis & G. Rothenberg (2016) *Ceramic Membranes: New Opportunities and Practical Applications* (P.156). Wiley VCH. . . 22
15. Diagrama Pourbaix pE-pH para las especies de arsénico. Gráfico generado mediante el software gratuito para construcción de diagramas Medusa codificado por I. Puigdomenech. 27
16. Resumen de enfermedades causadas por la exposición de arsénico. Adaptado de Shaji et al., (2021) *Arsenic Contamination of Groundwater: A global synopsis with focus on the Indian Peninsula* (P.13). Geoscience frontiers. Todos los derechos reservados por el autor. CC-BY-NC-ND. 28

17. Estructura Metodológica general 33
18. Arreglo de tamices utilizados para el cribado de: A) Arena pómez y Ceniza de Bagazo de Caña de Azúcar (CBCA) y B) Reactivos. 34
19. Conformador de pastas cerámicas ZTMY-01 36
20. Programa de calentamiento para tasas de sinterizado variable para Temp = 800C y t = 4h 37
21. Esquema de preparación de membranas cerámicas 38
22. Esquema del sistema de microfiltración para ensayos de PWF 42
23. Diagrama de flujo para microfiltración a escala de laboratorio 43
24. Esquema del sistema de microfiltración directa 44

25. Curvas de distribución de tamaño de las materias primas 49
26. Pasta o suspensión cerámica 50
27. Vista amplificada 32x del efecto de la vitrificación en una membrana final sinterizada a través de un estereoscopio Zeiss Stemi DV4 51
28. Pulido de las membranas. A y B representan las caras superiores e inferiores respectivamente previo al pulido, mienras que C y D representan las caras superiores e inferiores respectivamente luego del proceso de pulido 51
29. Gráfico de Probabilidad de Porosidad 53
30. Gráfico de Probabilidad de Diámetro de poros 53
31. Gráfico de Probabilidad de Permeabilidad Hidráulica 54
32. Gráfica de los efectos para el diámetro de poros 56
33. Gráfico de pareto para Porosidad 57
34. Gráfica de los efectos para el diámetro de poros 58
35. Gráfico de pareto para diámetro promedio de poros 58
36. Gráfica de los efectos para la permeabilidad hidráulica 59
37. Gráfica de pareto para permeabilidad hidráulica 60
38. Gráfica de efectos principales para la porosidad 61
39. Gráfica de interacciones para la porosidad 61
40. Gráfica de efectos principales para el diámetro de poros 62
41. Gráfica de interacciones para el diámetro promedio de poros 63
42. Gráfica de efectos principales para la permeabilidad hidráulica 64
43. Gráfica de interacciones para la permeabilidad hidráulica 64
44. Gráfico de contorno para porosidad (M2) 65
45. Gráfico de contorno para porosidad (M4) 66
46. Gráfico de contorno para diámetro promedio de poros(M2) 66
47. Gráfico de contorno para diámetro promedio de poros(M4) 67
48. Gráfico de contorno para permeabilidad hidráulica(M2) 68
49. Gráfico de contorno para permeabilidad hidráulica(M4) 68

50. Resumen de optimización de variables 70
51. Prueba de microfiltración para membrana Z029 71
52. Prueba de microfiltración para membrana Z038 71
53. Prueba de microfiltración para membrana Z039 72
54. Prueba de microfiltración para membrana Z041 72
55. Prueba de microfiltración para membrana Z042 73
56. Prueba de microfiltración para membrana Z045 73
57. Prueba de microfiltración para membrana Z048 74
58. Prueba de microfiltración para membrana Z050 74
59. Prueba de rechazo de partículas para membrana de tipo M2 76
60. Prueba de rechazo de partículas para membrana de tipo M4 77
61. Porcentajes de rechazo en términos de turbidez 77
62. Porcentajes de rechazo en términos de color 78
63. Resultados de pruebas de estabilidad quimica 79
64. Resultados de remoción de As(V) 80

B.1. Prueba de microfiltración para membrana Z029 99
C.1. Curva CFD con 0 minutos de cribado 102
C.2. Curva CFD con 2.5 minutos de cribado 103
C.3. Curva CFD con 5 minutos de cribado 104
D.1. Conformador de membranas cerámicas ZTMY-01 106
D.2. Pasta cerámica en el conformador ZTMY-01 106
D.3. Ceniza de Bagazo de Caña de Azúcar 107
D.4. Pumicita 107
D.5. Membrana en verde posterior al proceso de secado al ambiente 108
D.6. Membrana en verde en el desecador 108
D.7. Membrana Sinterizada 109
D.8. Fracturas en membranas por condiciones de conformado inapropiadas . . 109
D.9. Membrana utilizada para microfiltración 110
D.10. Sistema de Microfiltración a nivel de laboratorio 111
D.11. Rangos de tamaños para sistema PRT 111
D.12. Ensayos para detección de Arsénico por el método de azul de molibdeno . 112
D.13. Partículas de 180 - 106 μm retenidas en la superficie de la membrana . . 112
D.14. Montaje de membranas en soportes y sellado para pruebas de filtración . 113

Índice de tablas

1. Procesos de membrana impulsados por la presión 7
2. Composición química de la Pumicita. (Continua) 12
3. (Cont.) Composición química de la Pumicita. 12
4. Composición química de la CBCA. (Continua) 13
5. (Cont.) Composición química de la CBCA. 13
6. (Cont.) Composición química de la CBCA. 13
7. Concentraciones de arsénico en medio ambiental 25
8. Algunos trabajos realizados para la determinación de As a nivel nacional. VMA: Valor Máximo Admisible 30

9. Composición de las membranas desarrolladas 35
10. Codificación de factores y variables respuestas 44
11. Variables para la etapa B 45
12. Factores constantes del Diseño Experimental 46
13. Factores experimentales y sus niveles de variación para DOE de la etapa B 47

14. Análisis de varianza (ANOVA) para la porosidad 56
15. Análisis de varianza (ANOVA) para el diámetro promedio de poro 57
16. Análisis de varianza (ANOVA) para la permeabilidad hidráulica 59
17. Resumen de optimización 69
18. Resumen de las propiedades de las membranas evaluadas 75
19. Características del agua previo al filtrado 75
20. Características fisicoquímicas de las muestras de la laguna 79
21. Porcentajes de remoción alcanzados 81

B.1. Valores experimentales de absorbancia obtenidos para tres réplicas 98
B.2. Análisis de varianza (ANOVA) para la regresión 98
C.1. Definición del diseño experimental 101

NOMENCLATURA

Abreviaciones

MF	Microfiltración	—
UF	Ultrafiltración	—
NF	Nanofiltración	—
OI	Ósmosis inversa	—
PWF	Flux de agua pura	L/(m²·h)
CF	Factor de compactación	adimensional
Pm	Permeabilidad hidráulica	L/(m²·h·bar)
Rm	Resistencia de la membrana	m^{-1}
EWC	Contenido de agua en equilibrio	%
PRT	Prueba de rechazo de partículas	%
DOE	Diseño de Experimentos	—
ANOVA	Análisis de Varianza	—
UNT	Unidades Nefelométricas de Turbidez	UNT
pt-co	Color Platino-Cobalto	pt-co
CBCA	Ceniza de Bagazo de Caña de Azúcar	—
VMA	Valor Máximo Admisible	—

Letras mayúsculas y minúsculas

Ww	Peso de la membrana mojada	g
Wd	Peso de la membrana seca	g
Wa	Peso de la membrana en aire	g
Wi	Peso de la membrana en inmersión	g
R	Coeficiente de rechazo	%
C1	Concentración en alimentación	mg/L o µg/L
C2	Concentración en permeado	mg/L o µg/L
Ji	Flujo del componente i	L/(m²·h)
Di	Coeficiente de difusión	m²/s
dCi/dx	Gradiente de concentración	mol/m³·m

Letras griegas

ΔP	Presión transmembrana	bar
ε	Porosidad de la membrana	adimensional (0–1)
r	Radio de poro	µm
η	Viscosidad dinámica	Pa·s
τ	Factor de tortuosidad	adimensional
θ	Ángulo de contacto	grados (°)
σ	Tensión superficial	N/m

I. INTRODUCCIÓN

Existe una alta demanda de agua dulce a nivel global, ya que es un recurso sumamente necesario para el desarrollo poblacional, agrícola e industrial. De acuerdo al último reporte de UNESCO publicado en 2025, durante el período 2000 - 2021, las extracciones mundiales de agua dulce aumentaron en un 14 %, lo que equivale a una tasa media de crecimiento del 0.7 % por año (UNESCO, 2025, p 2). Esta creciente demanda ha motivado al desarrollo e investigación de tecnologías que permitan el tratamiento del agua, transformando fuentes con calidad deficiente a fuentes de alta calidad para los diferentes usos.

Una de las tecnologías que más destacan son las tecnologías de separación por membrana, principalmente por su alta eficiencia de separación y selectividad, modularidad y escalabilidad para diferentes procesos, y por su capacidad para ser integrada a tecnologías y procesos existentes. Estas tecnologías se caracterizan por el uso de una barrera que separa selectivamente los iones o partículas en un fluído a alta presión. De esta manera, los procesos que emplean presiones elevadas utilizan membranas más densas como las de ósmosis inversa o separación de gases y los que emplean presiones menos elevadas utilizan membranas más porosas como las de microfiltración o últrafiltración.

Los procesos de microfiltración se caracterizan por tener el menor requerimiento energético, ya que la presión necesaria para la separación de especies suele ser de uno a dos bar, y su mecanismo se basa en la exclusión por tamaño de partículas. A su vez, Las membranas utilizadas para estos procesos suelen retener partículas entre 0.1 a 10 micras (μ m) (Baker, 2012, p 275), por lo que son membranas macroporosas y fabricadas con materiales orgánicos (membranas poliméricas) o inorgánicos (membranas metálicas, vítreas, zeolíticas o cerámicas).

Las membranas inorgánicas, en contraposición con las membranas orgánicas, destacan por su alta estabilidad térmica y resistencia en medios químicos agresivos, especialmente para las membranas de tipo cerámica, lo que favorece su limpieza química y filtración de fluídos a altas temperaturas. Sin embargo, el costo asociado a la extracción y procesamiento de los óxidos metálicos, de los cuales están fabricadas las membranas cerámicas, propician que el uso de este tipo de membranas en los diferentes procesos industriales sea limitado. Por esta razón, se han desarrollado diferentes investigaciones en los últimos años orientadas al desarrollo de membranas cerámicas a partir de geomateriales como la ceniza volante (Saffaj et al., 2004), el polvo de apatita (Masmoudi et al., 2007), la arcilla natural (Saffaj et al., 2005) y el caolín (Almandoz et al., 2004).

Una de las mayores áreas de aplicación de la tecnología de membranas es en el tratamiento de aguas, ya sea como un pretratamiento para etapas posteriores o como un componente principal en la separación selectiva de iones, sales o metales pesados. De esta forma, algunos metales pesados como el arsénico, que se encuentran disueltos en el agua y representan un riesgo para la salud, pueden ser removidos selectivamente mediante tecnologías de separación por membranas de forma directa o indirecta. La forma directa involucra el uso de membranas densas como las de ósmosis inversa (OI) y na-

nofiltración (NF) en las cuales, debido al mecanismo de separación por difusión a través de la estructura porosa, se pueden retener iones y metales disueltos, obteniendo agua libre de contaminantes. Por su parte, la forma indirecta involucra el uso de coagulantes o aglomerantes que atrapan a los iones o metales que se desean remover, creando flóculos de gran tamaño que pueden ser retenidos por las membranas en procesos de microfiltración (MF) y ultrafiltración (UF).

Existen diversas tecnologías disponibles para la remoción de arsénico en el agua, de las cuales, las tecnologías más utilizadas en el país son aquellas que se basan en procesos adsortivos y de filtración con arena para su remoción (Arévalo, 2005; Castillo, 2011; García & Ulloa, 2020; Mendieta, 2008; Téllez, 2019).

Un estudio llevado a cabo por M. Arévalo (2005) en la Universidad Nacional de Ingeniería de Nicaragua, determinó que era posible remover arsénico usando quitosano, disponiendo de este biopolímero como relleno de columnas de adsorción. En el estudio se obtuvieron porcentajes de remoción mayores al 98 %. Además, se concluyó que factores como el pH y tiempo de retención son importantes para obtener altos porcentajes de remoción.

Otro estudio realizado por E. Mendieta (2008) en la misma universidad en 2008, con columnas de adsorción, ahora usando carbón activado obtenido a partir de la semilla de nancite, como relleno, fue empleado para la remoción de arsénico con concentraciones de hasta 500 μg/L. Pese a que los detalles de los porcentajes de remoción alcanzados no son descritos claramente en el estudio. El estudio hace especial énfasis en el hecho de que la remoción del arsénico puede ser alcanzada con diferentes medios adsortivos como la semilla de nancite, dando valor agregado a la semilla de esta fruta, que tradicionalmente es desechada.

Por otro lado, el empleo de filtros KANCHAN y SONO filters para el tratamiento de aguas subterráneas con concentraciones entre 60 μg/L y 80 μg/L de arsénico fueron investigados por R. Castillo (2011) en la Universidad Nacional de Ingeniería en Nicaragua en 2011. Estos filtros se caracterizan por la utilización de diferentes medios granulares estratificados y una capa activa compuesta de clavos oxidados, para la remoción tanto de arsénico como de otras especies metálicas, alcanzando un porcentaje de remoción para el filtro KANCHAN de hasta el 97 % y un porcentaje de remoción del 42.6 % para los SONO filters.

Un estudio similar al anterior fue realizado por J. García y J. Ulloa (2020) en la Universidad Nacional de Ingeniería en Nicaragua, en el que se emplearon filtros KANCHAN modificados para remover concentraciones de hasta 232.267 μg/L de arsénico en pozos ubicados en una comunidad de La libertad, Chontales.

Una investigación centrada en la obtención de membranas cerámicas, utilizando materiales locales podría contribuir significativamente al desarrollo de nuevas tecnologías, uso y revalorización de algunos desechos agrícolas como la Ceniza de Bagazo de Caña de Azúcar (CBCA). A su vez, el análisis de las variables que intervienen en el proceso de sinterizado de un compósito elaborado a partir de CBCA y un geomaterial relativamente abundante como es la pumicita, sumado al desarrollo de pruebas de permeación para la evaluación de su desempeño y separación de partículas de gran tamaño, permitirán aportar al conocimiento científico tanto local como internacional.

II. OBJETIVOS

2.1. Objetivo General

Desarrollar una membrana cerámica obtenida a partir de un compósito de Pumicita y Ceniza de Bagazo de Caña de Azúcar (CBCA) mediante el método de colaje tradicional (paste casting) para su valoración en la remoción de arsénico, a través de un sistema de microfiltración (MF) a escala de laboratorio, en una muestra de agua cruda procedente la laguna de Apoyo, Masaya, Nicaragua.

2.2. Objetivos Especificos

- Determinar las características granulométricas de los polvos precursores y agregados para asegurar las condiciones adecuadas en la etapa de conformado de la membrana cerámica.
- Evaluar el efecto de las variables independientes: contenido de pumicita/CBCA, tasa de calentamiento, temperatura y tiempo de sinterizado; en las características de la membrana conformada: porosidad, tamaño promedio de poros y permeación hidráulica.
- Caracterizar la membrana conformada mediante análisis morfológicos, estructurales y de estabilidad química, para determinar su aplicabilidad en procesos de microfiltración en condiciones operativas de microfiltración, mediante la medición de parámetros como concentración de As(V) y turbidez en el permeado.
- Evaluar y comparar la eficiencia de separación de la membrana conformada para la remoción de arsénico con una matriz de agua sintética y agua cruda procedente de la laguna de Apoyo, Masaya, Nicaragua.

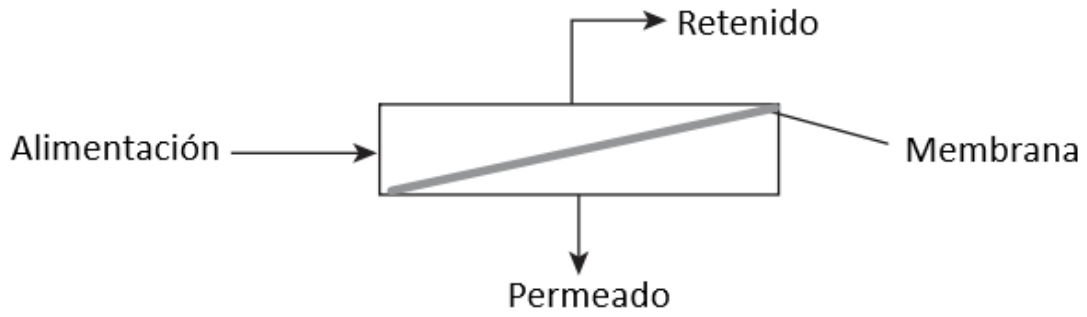
III. MARCO TEÓRICO

3.1. Tecnología de membranas

3.1.1. Aspectos generales de la separacion por membranas

Existen muchas definiciones para una membrana, sin embargo, de forma general, se define como una barrera delgada, situada entre dos fases o medios, lo que permite el paso selectivo de uno o más constituyentes de un medio a otro, en presencia de una fuerza impulsora apropiada, mientras se retiene el resto (A. Pabby et al., 2015, p. 3)

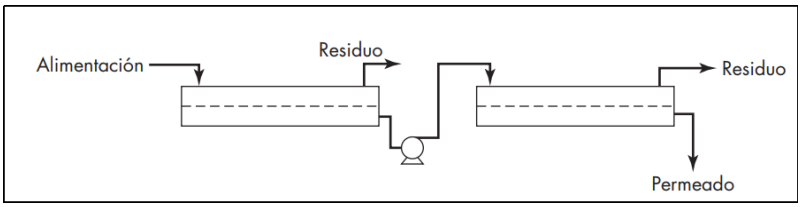
Figura 1
Esquema general de un sistema de membrana. Tomado de Drioli, et al. (2018) Membrane Engineering (P.2) DE GRUYTER. Figura 1.2



De forma general, un sistema de membranas está conformado por cuatros componentes: una corriente de alimentación, una membrana, una corriente de permeado, que contiene las especies que han pasado a través de la membrana y una corriente de retenido o residuo (también denominado concentrado), que contiene especies que han sido excluidas o retenidas, y que no han pasado a través de la estructura de la membrana (Singh, 2014, p 8). La representación esquemática general de un sistema de membrana se muestra en la Figura 1 con sus cuatro componentes.

Los arreglos para los sistemas de membranas son diversos. Un ejemplo de un arreglo sencillo en serie se muestra en la Figura 2 donde, a través de dos etapas, el permeado gaseoso, es comprimido y alimentado a la segunda etapa con el objetivo de elevar la pureza del permeado obtenido (McCabe, 2015, p 945).

Figura 2
Arreglo de flujo en dos etapas. Tomado de McCabe, et al. (2007) Operaciones unitarias en ingenieria quimica (P.945). McGraw-Hill. Figura 26.11



La eficiencia de la separación en un sistema de membranas depende de algunas variables como el tipo de membrana, el modelo de difusión, fuerza impulsora, obstrucción en la membrana, etc., sin embargo, de forma general, la eficiencia de la separación puede ser cuantificada mediante el coeficiente de rechazo (R) que indica la habilidad de separación del proceso de membrana y se puede obtener mediante la Ecuación 3.1 donde C1 representa la concentración del soluto en la alimentación del sistema y C2 representa la concentración del producto (Singh, 2014, p 13)

$$R = \left(\frac{C_1 - C_2}{C_1}\right) \times 100 \tag{3.1}$$

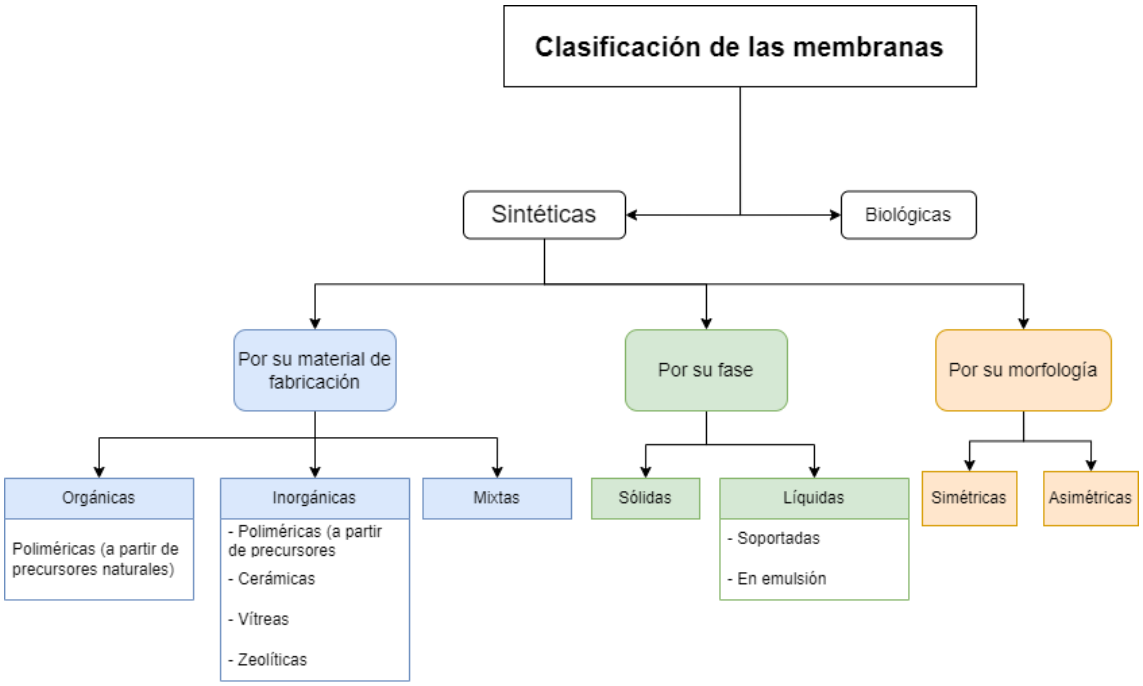
Sin embargo, para procesos de microfiltración, nanofiltración y ultrafiltración, el coeficiente de retención definido por la ecuación 3.1 presenta una mejor medida de selectividad si se considera C1 como la concentración del soluto en la superficie de la membrana y C2 como la concentración del producto en el permeado, debido a la acumulación de partículas de soluto en la superficie de la membrana ocasionada por la polarización de las concentraciones o capa de gel que afecta el transporte del soluto a través de la membrana (Singh, 2014, p 13).

3.1.2. Tipos membranas: membranas cerámicas

En lo que respecta a la clasificación de las membranas, una primera clasificación puede ser realizada en base a dos grupos importantes, las membranas biológicas y sintéticas. Las membranas biológicas son esenciales para la vida en la tierra. Cada célula viva está rodeada por una membrana, pero estas membranas difieren fundamentalmente en estructura, funcionalidad, etc., de las membranas sintéticas, las cuales son usadas para las aplicaciones de separación por membranas (Mulder, 1996, p 1).

Por su parte, las membranas sintéticas, pueden ser clasificadas de acuerdo a tres criterios principales que se resumen en la Figura 3. Las membranas cerámicas se encuentran dentro de la categoría de membranas inorgánicas, y pueden ser tanto simétricas como asimétricas, porosas o densas, en dependencia de la microestructura interna de la membrana.

Figura 3
Resumen de la principal clasificación de las membranas



Además, pueden haber combinaciones de dos o más tipos de membranas (porosas y densas, por ejemplo) a nivel de microestructura o morfología, que se caracterizan por tener una alta selectividad y fuerza estructural gracias a la combinación de estructuras densa y porosa, como la desarrollada por los Dr. Loeb y Sourirajan en 1960 para ósmosis inversa. A este tipo de membranas se les conocen como membranas compuestas o 'Anisotrópicas' (Baker, 2012, p 3).

3.1.3. Procesos de separación por membrana

Los procesos de separación por membrana se pueden clasificar de manera general en función de su fuerza impulsora, ya sea debido a un gradiente de presión, temperatura, concentración, potencial eléctrico o vacío.

Los procesos impulsados por la presión se muestran en la Tabla 1, donde las principales diferencias entre un proceso y otro son las presiones transmembrana con las que se operan para aumentar la velocidad del proceso de transporte y el rango de tamaño de partículas o solutos que son separados. Los procesos de Microfiltración (MF) se caracterizan por ser usualmente procesos de clarificación que separan las moléculas y partículas en base a su tamaño y solubilidad (Nath, 2017, p 7). Además, los procesos MF son los que tienen un menor requerimiento energético, en comparación con los demás procesos descritos en la Tabla 1, debido a que las membranas utilizadas poseen mayores tamaños de poros, lo que permite que se puedan operar a menores presiones.

Tabla 1
Procesos de membrana impulsados por la presión

Proceso de membrana	Presión transmembrana (bar)	Permeado	Retenido
Microfiltración	1 - 2	Solutos disueltos, agua	Partículas retenidas, agua
Ultrafiltración	1 - 5	Pequeñas moléculas, agua	Polímeros, proteínas, coloides particulados
Nanofiltración	5 - 15	Iones monovalentes, agua	Pequeñas moléculas, sales divalentes
Ósmosis inversa	15 - 100	Agua, pequeños solventes polares, sales	Todos los solutos, agua

Nota: Traducido de Membrane Technology in Separation Science (P. 6) de M. Purkait, R. Singh (2008). CRC Press y Membrane separation Processes (P.7) de K. Nath (2017) PHI Learning Private Limited.

3.1.4. Modelos de transporte para membranas MF

3.1.4.1. Consideraciones generales

Una de las características más importantes de las membranas es su habilidad para controlar la tasa de permeación de diferentes especies. Existen dos modelos utilizados para describir el mecanismo de permeación a través de las membranas: El modelo de solución-difusión y el modelo de poro-flujo (sorción-flujo capilar).

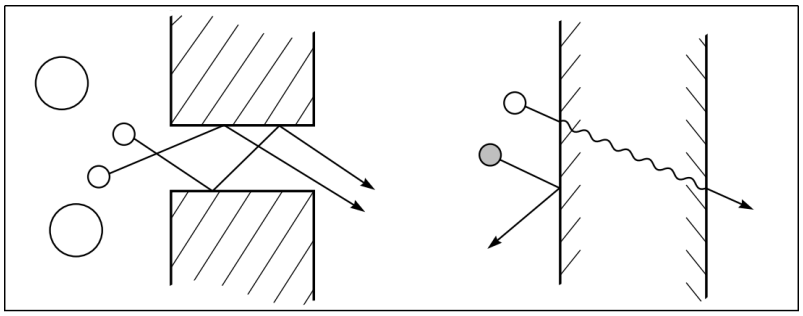
En el modelo de poro-flujo, la solución en la alimentación es transportada por un flujo convectivo impulsado por un gradiente de presión a través de pequeños poros en la superficie de la membrana porosa (Baker, 2012, p 15), de manera que, los componentes o partículas con tamaños mayores a los de los poros serán excluidos como se muestra en la Figura 4. Este último modelo es aplicable en membranas porosas como las de microfiltración o ultrafiltración, cuyo tamaño promedio de poros es mucho mayor al de las membranas usadas en los procesos como pervaporación, diálisis o separación de gases.

El flujo de permeado de un componente sobre unidad de tiempo y superficie de la membrana (o flux) para el modelo de solución-difusión, de forma generalizada, puede ser expresada mediante la (Ec. 3.2). Esta ecuación fue propuesta por Adolf Fick en 1855 y se conoce como la ley de difusión de Fick.

$$J_i = -D_i \frac{d_{Ci}}{dX} \tag{3.2}$$

Donde es la tasa de transferencia del componente i o flux ($g/\mathrm{cm}^2 \cdot S$) y dC_i/dx es el gradiente de concentración del componente i. El término D_i es el coeficiente de difusión

Figura 4
Modelos de transporte a través de medios porosos. A la izquierda, la representación del modelo de poro-flujo y a la derecha, el modelo de solución-difusión. Tomado de Membrane technology and applications (P.29) por R. Baker, 2004, Wiley



(cm^2/s) y mide la movilidad de las moléculas individuales. El signo negativo indica que la dirección del flujo es descendente con respecto al gradiente de concentración (Baker, 2012, p 16).

Sin embargo, para una membrana de microfiltración, de acuerdo con Purkait y Singh (2018), el flux puede ser descrito, de forma general, por la ecuación 3.3.

$$J_i = \alpha \cdot \Delta P \tag{3.3}$$

Donde α representa una constante de permeabilidad, y ΔP la presión transmembrana. Para un sistema de microfiltración, algunas aproximaciones como las de Hagen-Poiseuille y Kozeny-Carman pueden ser empleadas. Por un lado, cuando se asume que los poros de la membrana de microfiltración están bien conectados, simétricos y uniformemente cilíndricos, la relación de Hagen-Poiseuille puede ser empleada, reemplazando la constante de permeabilidad α de la (Ec. 3.3) por $\mu \mathrm{r}^2$, lo que resultaría en la (Ec. 3.4).

$$J_i = \frac{\mu \mathrm{r}^2}{8\eta\tau} \frac{\Delta P}{\Delta l} \tag{3.4}$$

Donde μ representa la porosidad de la membrana, r el radio del poro, η la viscosidad dinámica, Δl el espesor de la membrana, y τ el factor de turtuosidad.

Sin embargo, otra aproximación se puede obtener cuando se asumen que las partículas que se aglomeran en la superficie son esféricas. En dicho caso, la ecuación de Kozeny-Carman puede ser aplicada al sistema de microfiltración, modificando la (Ec. 3.4) en la (Ec. 3.5)

$$J_i = \frac{\mu^3}{\chi\eta \mathrm{A}^2} \frac{\Delta P}{\Delta X} \tag{3.5}$$

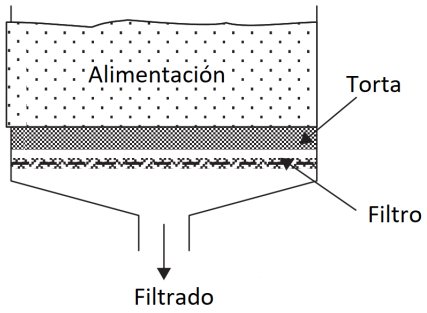
Donde χ representa la geometría del poro, la cual es dependiente de una constante adimensional y A que representa las partículas esféricas por unidad volumétrica de área superficial (Purkait & Singh, 2018, P 53).

3.1.4.2. Consideraciones referentes al modo de operación

Existen dos modos importantes de operación para procesos con membranas: filtración con flujo cruzado (transversal) y la filtración “dead-end”. En el primer modo de operación, la alimentación se da de forma paralela con respecto al sistema del proceso de membrana.

Sin embargo, en el modo de filtración “dead-end” la alimentación es dada en forma perpendicular al sistema o normal a la superficie de la membrana, lo cual implica una eficiencia de separación mayor con respecto al modo de flujo cruzado, pero a su vez, la formación de una torta en la superficie de la membrana como se muestra en la Figura 5.

Figura 5
Formación de torta en filtración ”Dead-end”. Adaptado de ’Ch.8: filtration’ por Z. Berk en Food Process Engineering and Technology (2009). P.199



En la filtración “dead-end” a medida que el fluido a ser filtrado (alimentación) pasa a través de la membrana, la longitud de la torta aumenta hasta que los poros son bloqueados completamente (Berk, 2009, P 199).

La formación de esta torta representa una resistencia hidráulica adicional al proceso de filtrado, lo cual a su vez provoca, por un lado, la disminución de flux a través de la membrana como lo sugiere la Ec. 3.5; cuando el término representa el espesor tanto de la membrana como de la torta formada a lo largo del tiempo de filtración, por su relación inversamente proporcional al valor del flux.

Por otro lado, la formación de la torta impide mantener una buena eficiencia de separación por períodos prolongados de tiempo, ya que la separación en membranas microporosas se da principalmente por el tamizado de partículas coloidales a través del medio poroso, lo cual no es posible si los poros se encuentran completamente bloqueados y existe una torta que impide el flujo del fluido a través de la membrana.

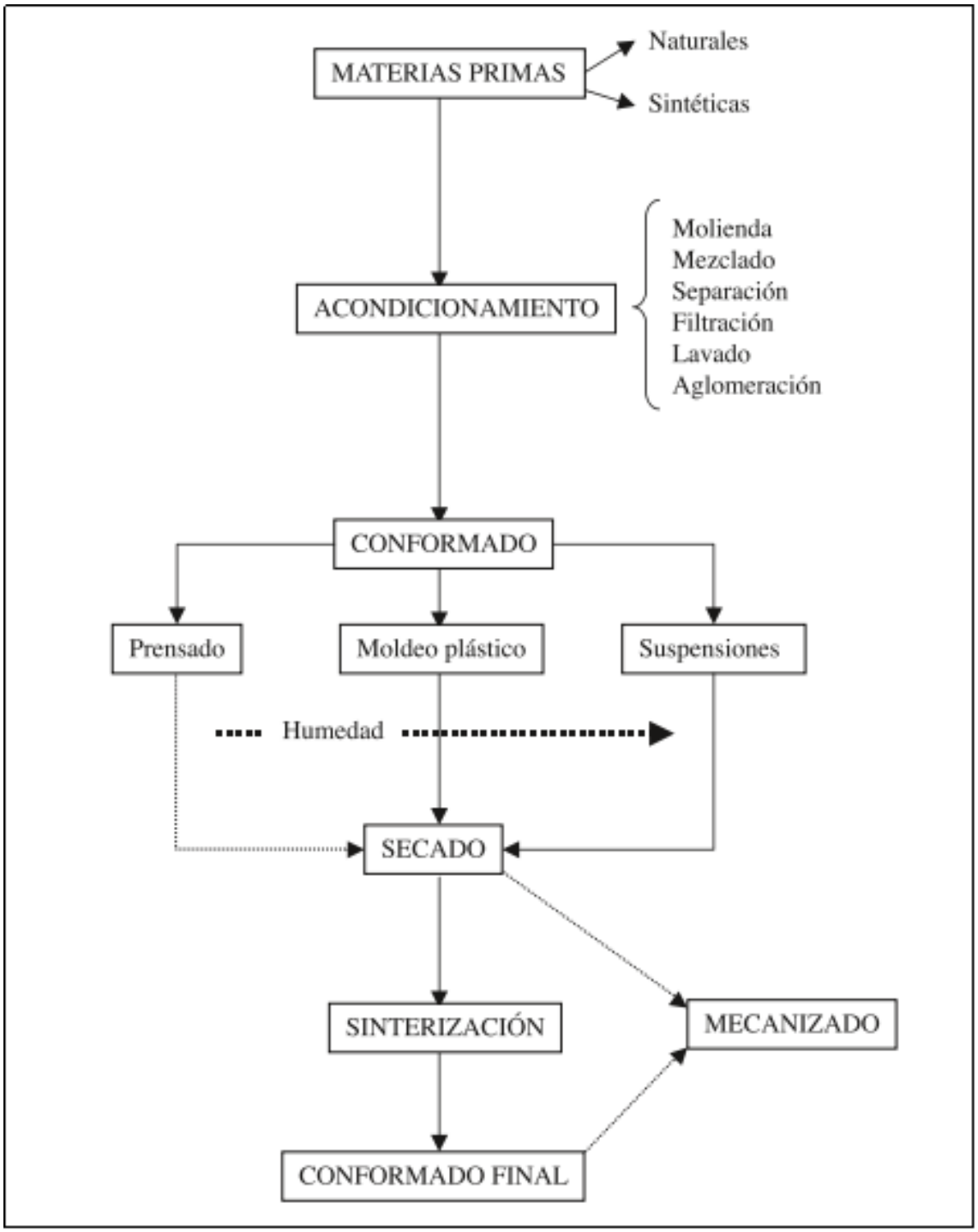
En consecuencia, algunos de los modelos teóricos desarrollados para explicar el bloqueo o ensuciamiento de los poros y la formación de torta en una membrana MF operada en filtración “dead-end”, como el modelo de bloqueo completo, son desarrollados a partir de ciertas consideraciones para explicar la tasa de bloqueo y los factores de mayor influencia.

3.1.5. Proceso de elaboración de membranas cerámicas

En la fabricación de membranas cerámicas, los principales pasos son: en primer lugar, la selección de materias primas y aditivos (si hay), seguido del procesamiento o acondicionamiento de estas materias primas, luego, la conformación de la membrana mediante la selección del método de fabricación más apropiado y, por último, el tratamiento térmico (Rani y Kumar, 2021). Un esquema de estos pasos es mostrado en la Figura 6 para el procesamiento de un conformado cerámico.

Figura 6

Esquema de las etapas típicas del procesamiento de membranas cerámicas. Tomado de Tendencias en el conformado de suspensiones cerámicas (p.601) por R. Moreno, 2011, Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio. Todos los derechos reservados por el autor. CC-BY-NC-ND.



3.1.5.1. Selección de la materia prima: Pumicita y CBCA

Las membranas cerámicas son elaboradas principalmente a partir de óxidos metálicos como el óxido de aluminio (Alúmina, $\mathrm{Al_2O_3}$), dióxido de silicio (sílice, $Si\mathrm{O_2}$), el dióxido de titanio (Titania, $Ti\mathrm{O_2}$), dióxido de circonio (circona, $Zr\mathrm{O_2}$) y zeolitas (aluminosilicatos cristalinos hidratados) además de los recientemente investigados geomateriales como la ceniza volante y caolín (Rawat y Bulasara, 2018). Estos materiales permiten la posibilidad de crear superficies porosas de diversos tamaños a membranas estables en ambientes hostiles, térmica y químicamente (Gitis y Rothenberg, 2016).

Uno de estos geomateriales es la pumita o pumicita, la cual es una roca volcánica vítrea, que consta de una textura rugosa altamente vesicular (Venezia et al., 1992). Esta fue investigada por el centro de investigación Pumice Research Center en la universidad Soleyman Denirel y su composición química fue investigada por Gunuz y Codd, cuyos resultados se muestran en las tablas 2 y 3.

Tabla 2
Composición química de la Pumicita. (Continua)

Pumicita				
Componentes	$Si\mathrm{O_2}$	$\mathrm{Al_2O_3}$	$Fe\mathrm{_2O_3}$	$Ti\mathrm{O_2}$
Composición, %	70.0 - 71.4	12.7 - 13.3	1.3 - 1.5	0.1 - 0.5

Tabla 3
(Cont.) Composición química de la Pumicita.

Pumicita				
Componentes	Na_2O	K_2O	CaO	MnO
Composición, %	3.2 - 3.5	4.0 - 4.3	0.8 - 1.2	0.1

Por su parte, en lo que respecta a la Ceniza de Bagazo de Caña de Azúcar (CBCA), en un estudio realizado por Gaitán y Tórrez (2013), sobre la ceniza generada en el Ingenio Monte Rosa, se empleó la técnica de Fluorescencia de Rayos X para analizar su composición química. Los resultados indicaron que los principales componentes de la ceniza son SiO_2, Al_2O_3 y Fe_2O_3. Un detalle de su composición se muestra en las tablas 4, 5, 6.

Tabla 4
Composición química de la CBCA. (Continua)

Ceniza de Bagazo de Caña de Azúcar (CBCA)					
Componentes	ZrO_2	Cl	SrO	MnO	TiO_2
Composición, %	0.006	0.017	0.031	0.095	0.395

Tabla 5
(Cont.) Composición química de la CBCA.

Ceniza de Bagazo de Caña de Azúcar (CBCA)					
Componentes	Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	MgO	SO_3
Composición, %	6.726	4.921	3.556	1.59	0.399

Tabla 6
(Cont.) Composición química de la CBCA.

Ceniza de Bagazo de Caña de Azúcar (CBCA)				
Componentes	Na_2O	K_2O	PPI	P_2O_5
Composición, %	0.509	4.145	14.13	1.15

3.1.5.2. Acondicionamiento y análisis de la materia prima

El acondicionamiento es la etapa en la cual los polvos cerámicos de partida son sometidos a procesos como mezclado, molienda, separación, filtración, lavado y aglomeración para alcanzar las características deseadas en el conformado cerámico final.

El análisis de las materias primas es necesario, ya que, de esto depende la incorporación de aditivos en el proceso de mezcla, así mismo, la plasticidad intrínseca de la estructura cristalina de los polvos cerámicos iniciales condicionará el empleo o no de plastificantes (Benito et al., 2004, p 835). Benito et al. (2004) clasifica los tipos de aditivos, en dependencia de la función que desempeñan para alcanzar la estructura deseada del conformado como se menciona a continuación:

"Los defloculantes evitan la formación de aglomerados y estabilizan la suspensión, los plastificantes aumentan la capacidad de deformación de los materiales después de su conformado, los ligantes confieren resistencia mecánica al material en verde y los lubricantes, favorecen el deslizamiento entre películas." (Benito et al., 2004, p 835)

Usualmente los derivados de celulosa son usados como ligantes (metilcelulosa, carboximetilcelulosa, hidroxietilcelulosa, etc.), los polímeros orgánicos (PVA, PAA, PEG, etc.) son usados como plastificantes o lubricantes, y los derivados de la levadura, en especial, la levadura de maíz, es usada como agente formador de poros (Monash et al., 2013).

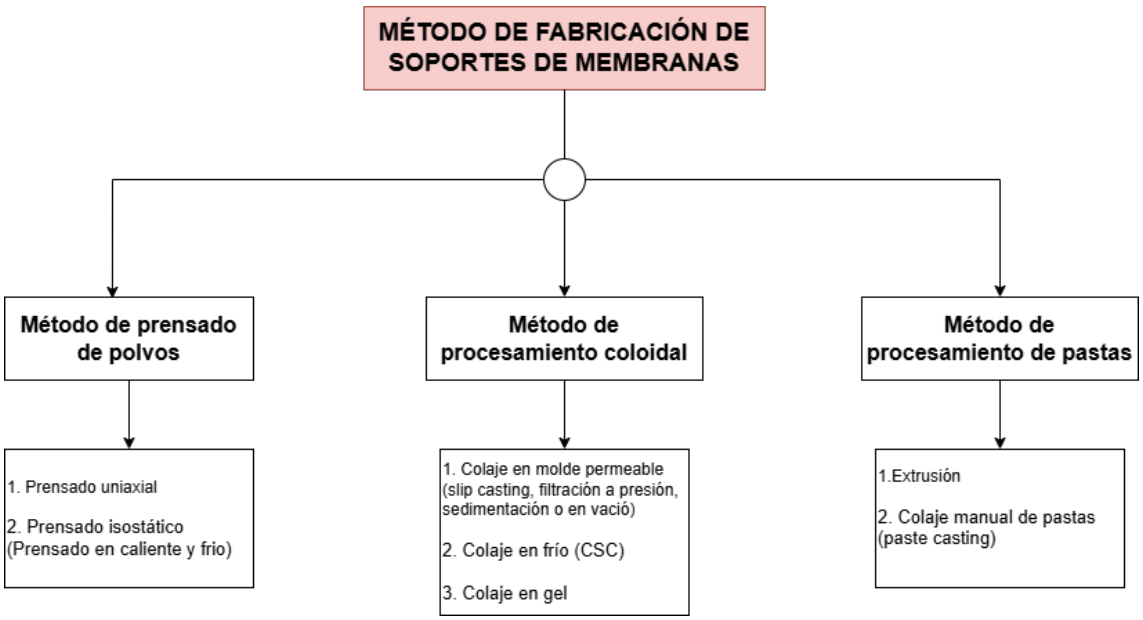
En lo que respecta al procesamiento de membranas cerámicas, existen, adicional a los antes mencionados, agregados que afectan las propiedades de la membrana como la adición de $CaCO_3$, la cual da a la membrana una alta porosidad, permeabilidad y estabilidad química, y Na_2CO_3 que da a la membrana valores de alta densidad y fuerza mecánica, de acuerdo a lo reportado por Rawat y Bulasara (2018).

3.1.5.3. Selección del procesamiento del conformado

La selección del método de fabricación más apropiado depende de diversos factores, como la escala de producción de la membrana (a escala de laboratorio o a escala industrial), uniformidad microestructural deseada en la membrana, forma de la membrana a producir, entre otros. El método de fabricación seleccionado define muchas de las propiedades de la membrana resultante (Rani y Kumar, 2021).

Los métodos de fabricación de las membranas cerámicas tienen similitud con los métodos de fabricación para soportes ya que, lo único que les diferencia es que los soportes son obtenidos usualmente para depositar sobre ellos, una capa adicional, con menor tamaño de poros en etapas posteriores al procesamiento y sinterizado del soporte cerámico. Monash et al. (2013) presentan una clasificación de los métodos de preparación de membranas y soportes cerámicos en dependencia del estado de agregación de la materia prima procedente de la etapa anterior, los cuales se presentan en la Figura 7.

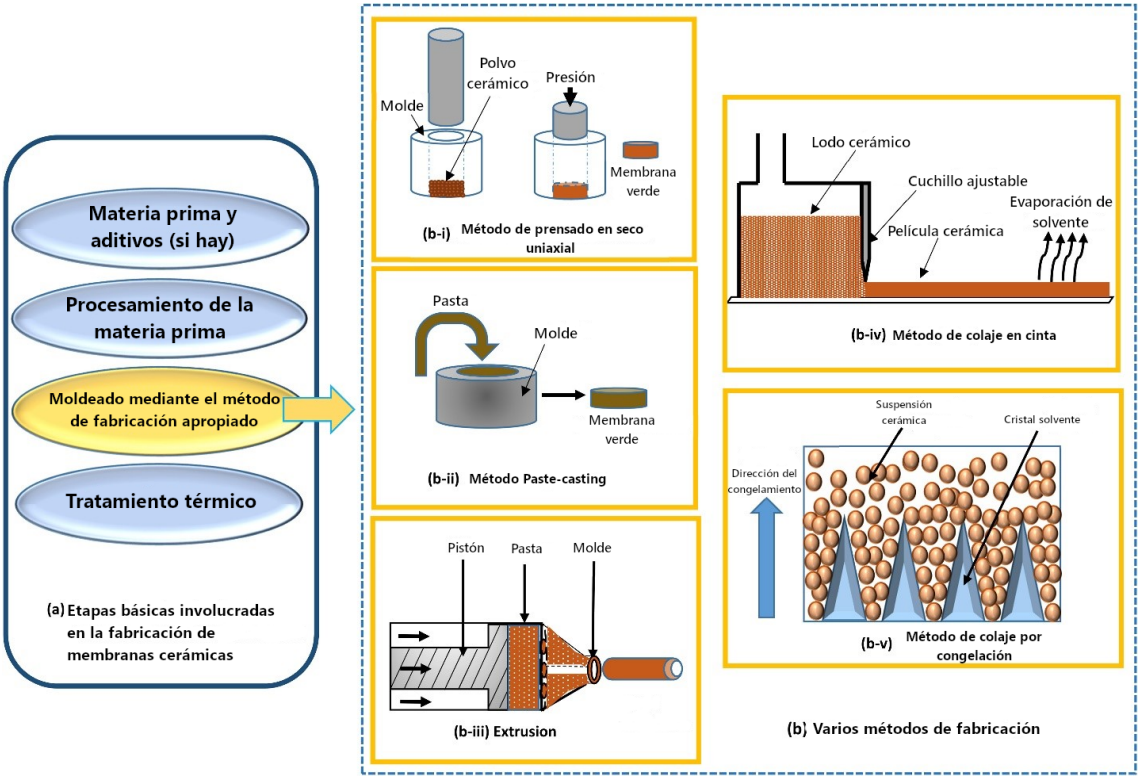
Figura 7
Clasificación de métodos de producción de soportes de membranas basadas en el estado de agregación del precursor. Adaptado de Various fabrication methods of porous ceramic supports for membrane applications (p. 358), por P. Monash, G. Pugazhenthi y P. Saravanan, 2013, De Gruyter.



El procesamiento de pastas es una de las técnicas mayormente usadas para la fabricación de membranas cerámicas tradicionales. Estos métodos requieren la obtención de una pasta cerámica homogénea para luego ser procesada.

Figura 8

Varios métodos de fabricación para preparar soportes cerámicos. Adaptado de Insights on applications of low-cost ceramic membranes in wastewater treatment: A mini-review, (p. 3), de S. I. Sandhya y R. V. Kumar, 2021, Elsevier, bajo la licencia CC By-NC-ND



Este método es representado en la Figura 8(b-ii), y es uno de los más fáciles, ya que no necesita de ningún instrumento especial como una prensa hidráulica. En este método, la materia prima es mezclada con una cantidad apropiada de agua desionizada para formar una pasta homogénea y gruesa. Luego, la pasta es envejecida, transferida a un molde (poroso o no poroso) y manualmente presionada para obtener una membrana en verde con la forma deseada. Luego, la membrana es secada naturalmente a temperatura ambiente por un período de tiempo cercano a las 24 h, seguido por el secado a través de un horno y el posterior sinterizado (Rani & Kumar, 2021, P 3-4).

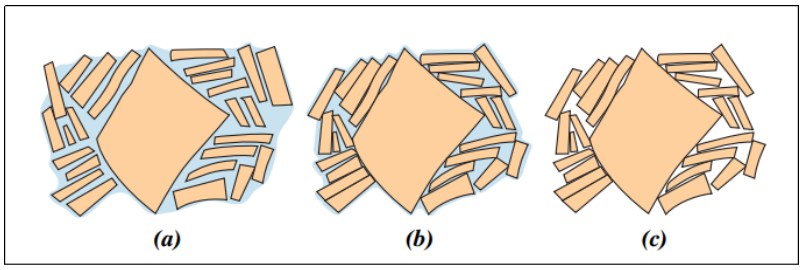
Benito et al. (2004) indican que, al obtener las pastas cerámicas, se deben tener en cuenta 3 aspectos importantes: la naturaleza del material, tamaño de partícula y contenido de agua (p.834).

3.1.5.4. Secado

A medida que un cuerpo cerámico se seca, también experimenta un ligero encogimiento. En las primeras etapas del secado, las partículas del material arcilloso son virtualmente rodeadas y separadas unas de otras por una delgada película de agua a como se muestra en la Figura 9. A medida que el secado avanza y el agua es removida y la separación entre las partículas disminuye, lo que se manifiesta como un encogimiento. Por lo que, el control del flujo de agua removida es un factor crítico.

Figura 9

Diferentes etapas en la remoción de agua en el proceso de secado. Tomado de Fundamentals of Material Science and Engineering: An Integrated Approach (P. 645), por W. Callister y D. Rethwish, 2015, Wiley & Sons.



El secado en las regiones internas del cuerpo es logrado por la difusión de moléculas de agua hacia la superficie, donde ocurre la evaporación. Si la tasa de evaporación es mayor que la tasa de difusión, la superficie de la pieza se secará (y encogerá como consecuencia) más rápidamente que en el interior, provocando una alta probabilidad de formación de defectos. La tasa o velocidad de evaporación superficial debe ser reducida a la tasa de difusión de agua, como máximo; la tasa de evaporación puede ser controlada por la temperatura, humedad y caudal de aire (Callister & Rethwisch, 2015, P 644).

Algunos factores que tienen mayor influencia el encogimiento en un cuerpo cerámico son el espesor del cuerpo, el contenido de agua y el tamaño de partículas. En lo que respecta al espesor del cuerpo, algunos efectos como el encogimiento no uniforme y la formación de defectos se encuentran de manera más pronunciada en piezas gruesas que en las delgadas. Así mismo, el contenido de agua en un cuerpo cerámico juega un papel muy importante, ya que entre mayor es el contenido de agua más extensivo es el encogimiento; por lo que, el contenido de agua o porcentaje de humedad de la pieza es mantenido tan bajo como sea posible.

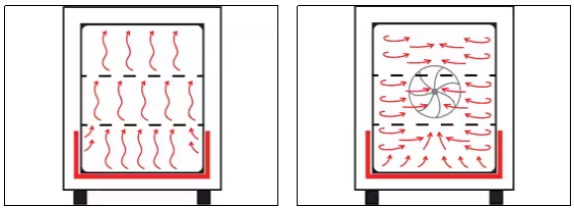
En una pieza cerámica, el tamaño de partículas también tiene una influencia muy importante, ya que el encogimiento es mejorado a medida que el tamaño de la partícula disminuye. Por lo tanto, para minimizar el encogimiento, el tamaño de las partículas debe aumentar o bien, se pueden adicionar materiales no plásticos de gran tamaño de partícula al material cerámico (Callister & Rethwisch, 2015, P 645).

Los equipos empleados en el secado de piezas cerámicas a nivel industrial son limitados, sin embargo, los más usados durante esta etapa son los de tipo túnel, de banda y Batch (Mujumdar, 2014, p 737).

Sin embargo, a nivel de laboratorio el secado de materiales cerámicos y de láminas delgadas suele realizarse en hornos convectivos de gravedad o de convección forzada como el que se muestra en la Figura 10 por el alto nivel de control y homogeneidad de la temperatura dentro de la cámara de secado, lo que permite, entre otros, un mayor control de las condiciones de secado.

Figura 10

Flujo de aire caliente en un horno convectivo de gravedad (a) y de convección forzada (b) en un horno de laboratorio. Tomado de ThermoFisher Scientific (2023) "Lab Heating and Drying Ovens".



3.1.5.5. Sinterizado

Luego del secado, el conformado es sinterizado a una temperatura que depende mucho de la composición y propiedades deseadas de la pieza final y con un tiempo razonable (típicamente menor a 24 horas)(Rahaman, 2008, P 321). Durante la operación de sinterizado, la densidad del material es incrementada y la fuerza mecánica es mejorada (Callister & Rethwisch, 2015, P 645).

Los procesos de sinterizado se pueden clasificar de acuerdo a las fases en las que se encuentra el cuerpo verde, ya sea si se encuentra en estado sólido (sinterizado de estado sólido), en estado líquido (sinterizado en fase líquida) o es un material viscoso (sinterizado viscoso). También se pueden clasificar de acuerdo a las condiciones adicionales que se realicen durante el proceso, como el sinterizado que se efectúa adicionando una presión externa durante el calentamiento, lo cual se conoce como sinterizado asistido por presión, mientras que cuando se realiza el sinterizado manteniendo una temperatura fija (isoterma), se conoce como sinterizado isotérmico, el cual es muy común a nivel de laboratorio (Rahaman, 2008, P 1-2). De acuerdo a German (2014), el proceso de sinterizado se puede explicar, en términos generales, en 4 etapas principales:

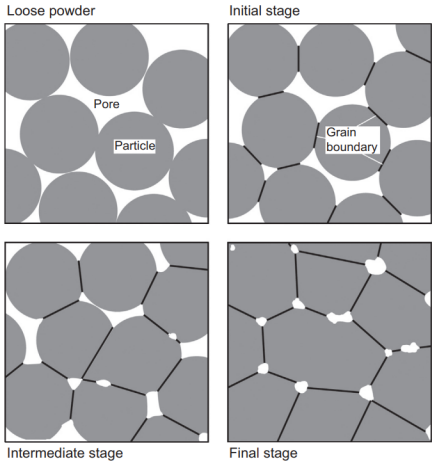
- Formación de contacto: las fuerzas atómicas débiles en los contactos de las partículas mantienen a estas en una posición fija y cercanas unas de las otras, previo al sinterizado.
- Crecimiento del cuello: Esta es la etapa inicial donde cada contacto se alarga sin interacción con los contactos vecinos.
- Redondeo del poro: En esta etapa intermedia los cuellos vecinos crecen e interactúan para producir una red de poros tubulares.
- Cierre de poros: Esta es la etapa final donde los poros tubulares se cierran para formar poros discretamente esféricos o lenticulares (P. 143)

En la Figura 11 se muestra una representación gráfica de las 4 etapas descritas anteriormente. Se asumen que las partículas son de forma esférica para la simplificación del análisis. Asimismo, en el gráfico se puede observar que, mediante las etapas del proceso de sinterizado, se parte de un material particulado y disperso hasta la formación de un sólido cristalino.

Durante el desarrollo de estas etapas algunos cambios importantes en la microestructura del material inicial son notables como el alargamiento del tamaño de los cuellos

de las partículas, el decremento del número de granos, el cambio de la forma del grano esférica a poligonal, entre otros (German, 2014, P 142).

Figura 11
Descripción gráfica de las etapas del sinterizado. Asumiendo partículas esféricas que comienzan el proceso como una estructura de partículas sueltas. Tomado de Geometric Trajectories during sintering (P. 143), por R. German, 2014, Elsevier Inc.



Asimismo, dos tipos de procesos pueden ser identificados, unos densificantes como aquellos gobernados por la difusión superficial y la evaporación/condensación, y otros no densificantes o de engrosamiento de la partícula, como aquellos provocados por la desaparición de poros más pequeños en la distribución de su micro estructura como consecuencia de la densificación global (Chu et al., 1991, p 1218). Estos dos procesos, no actúan de forma aislada sino conjunta durante el sinterizado. Ahora bien, algunas modificaciones a las variables del proceso pueden ser realizadas para favorecer el predominio de un mecanismo sobre otro, como la tasa de calentamiento, el tiempo y temperatura de sinterizado.

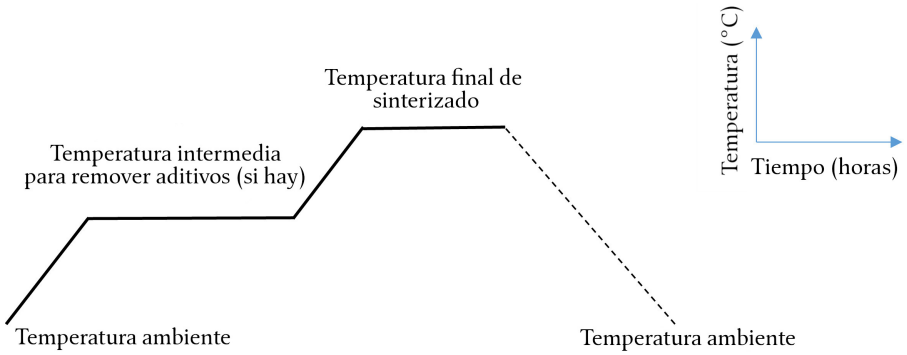
En lo que respecta a la tasa de calentamiento a nivel de laboratorio, el empleo de una tasa de calentamiento constante durante el proceso de sinterizado o sinterizado isotérmico es el mayormente usado (Rahaman, 2008, p 2). Rahaman (2008) menciona que las velocidades o tasas de calentamiento más altas provocan la formación de tamaños de granos más finos debido a mayores tasas de densificación en la microestructura de la pieza final (P.170).

El proceso de sinterizado debe involucrar una serie de etapas previas para alcanzar la temperatura deseada, ya que un aumento drástico de temperatura podría ocasionar fisuras, mal formación de poros o pérdidas de fuerza en la pieza cerámica debido a la migración violenta de partículas de agua de la matriz porosa hacia la superficie.

A la curva Temperatura vs. Tiempo donde se muestran las etapas a realizar para el proceso de sinterizado se conoce como esquema de tratamiento térmico o programa de sinterizado. En la Figura 12 se muestra un esquema típico del tratamiento térmico o programa de sinterizado para la obtención de membranas cerámicas, donde se describe en una curva de Temperatura vs. Tiempo, las diferentes etapas a realizar y en algunos se incluyen las temperaturas y tasa de calentamiento para llegar a cada etapa.

Figura 12

Programa de tratamiento térmico típico para membranas cerámicas. Adaptado de Insights on applications of low-cost ceramic membranes in wastewater treatment: A mini-review, (p. 5), de S. I. Sandhya y R. V. Kumar, 2021, Elsevier, bajo la licencia CC By-NC-ND.



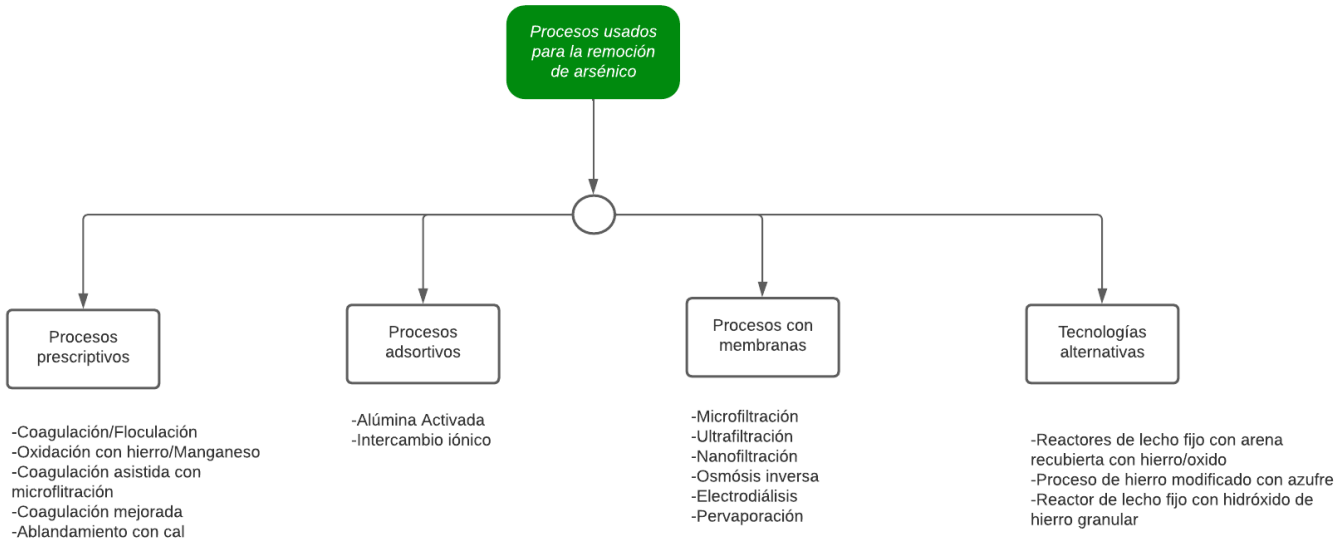
En cuanto al tiempo, temperatura y tasa de calentamiento, los trabajos recopilados por Monash et al. (2013) referentes al procesamiento de soportes de membranas cerámicas usando el método colaje de pastas para diferentes polvos precursores, reportan tasas de calentamiento que van desde los 2 ℃/min hasta los 15 ℃/min con tiempos de 8 horas en promedio y temperaturas de sinterizado de hasta 1 300 ℃. Esta variación en la tasa, tiempo y temperatura de sinterizado es debido a las características estructurales intrínsecas de los polvos precursores y efecto de los agentes dopantes o agregados usados en los diferentes estudios.

3.1.6. Aplicaciones de la tecnología de membrana en el tratamiento de aguas.

En la Figura 13, se muestra un resumen de los principales procesos utilizados en el tratamiento de agua para la remoción de arsénico, así como algunos ejemplos de estos procesos, de los cuales, los procesos de separación por membrana forman una parte muy importante.

Figura 13

Procesos usados para la remoción de arsénico en el agua y algunos ejemplos de los cuatro procesos. Adaptado de Spellman, F. (2014) Handbook of water and wastewater treatment plant operations (P. 669). CRC Press.



Procesos usados para la remoción de arsénico

Las tecnologías usadas actualmente en la remoción de arsénico son diversas, sin embargo, Spellman (2014) agrupa estas tecnologías en 4 principales categorías.

Por una parte, se encuentran los procesos prescriptivos o convencionales, que comprenden tecnologías que han sido implementadas desde hace ya, mucho tiempo para la remoción de arsénico.

Por otro lado, los procesos adsortivos comprenden las tecnologías que realizan la remoción mediante procesos fisicoquímicos, en el cual, el ion a remover presente en el agua es sorbido en la superficie del medio.

Las tecnologías alternativas, agrupan las nuevas tecnologías experimentales desarrolladas en los últimos años y cuya aplicabilidad en la industria no ha sido comprobada.

Los procesos con membranas comprenden aquellas tecnologías que emplean membranas para la remoción de arsénico.

3.2. Caracterización de las membranas

La caracterización de las membranas desarrolladas es un aspecto fundamental, particularmente para las membranas elaboradas a partir de materias primas experimentales, ya que su información estructural y morfológica permite definir una aplicación específica, además de predecir su comportamiento y desempeño para diferentes sistemas de separación.

De acuerdo con Gitis y Rothenberg (2016), los métodos de caracterización se pueden subdividir en físicos y químicos. Por un parte, los métodos físicos permiten describir la morfología de la membrana, estructura porosa, fuerza mecánica y carga. Mientras que, por otro lado, los métodos químicos son utilizados para estudiar la capa superficial de la membrana y su composición, lo cual resulta muy útil para predecir el comportamiento de la membrana bajo diferentes tipos de fluidos de alimentación y eficiencia de separación (P.158).

3.2.1. Estabilidad química

Los materiales cerámicos, a pesar de ser conformados por elementos metálicos y no metálicos, son inmunes a la corrosión en casi todos los ambientes, especialmente a temperatura ambiente, por esta razón, son frecuentemente usados para estas condiciones. La corrosión de materiales cerámicos generalmente involucra una disolución química simple, en comparación con los procesos electroquímicos que se encuentra en los metales (Callister & Rethwisch, 2015, p 742). Sin embargo, Rawat y Bulasara (2018), encontraron que, para cierta composición en la membrana desarrollada en su estudio a base de ceniza volante y caolín, para la remoción de ácido húmico, no era recomendable la microfiltración en soluciones ácidas (P.6).

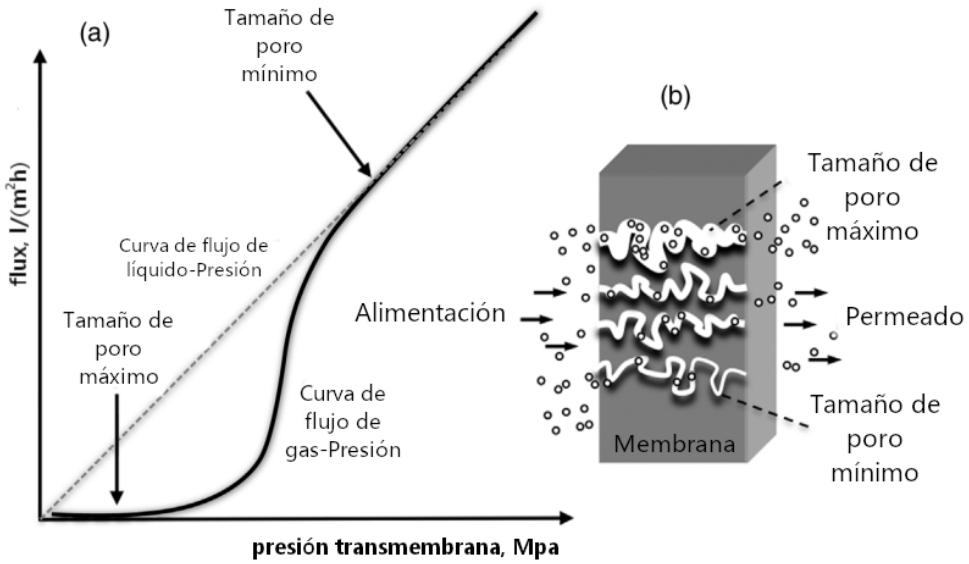
3.2.2. Distribucion de poros: Método de punto burbuja

El método mide el punto de presión en el cual una burbuja de gas pasa a través de la membrana. Este método no es destructivo en naturaleza para la muestra, necesita un aparato simple, es un procedimiento sencillo y útil para la prueba de integridad de la membrana (Purkait & Singh, 2018, p 115).

La prueba comienza cuando el líquido espontáneamente llena los poros. El líquido es mantenido por fuerzas capilares y luego, una fuerza externa es aplicada. La remoción gradual del líquido mojante ocurre en los poros de la membrana. El primer poro que se vacía debido al incremento de la presión de gas es el que tiene mayor diámetro a como se ilustra en la Figura 14.

Figura 14

*Curva teórica de flujo-presión para la prueba de punto burbuja **(a)** y una representación del movimiento de partículas en la prueba del punto burbuja **(b)**. Adaptado de V. Gitis & G. Rothenberg (2016) Ceramic Membranes: New Opportunities and Practical Applications (P.156). Wiley VCH.*



La presión que vence a la presión capilar está relacionada al tamaño capilar (del poro) y está dada por la ecuación de Laplace, derivada del balance de fuerzas estáticas en el menisco de un tubo capilar (Eq. 3.6) (Gitis & Rothenberg, 2016, p 156). Esta ecuación indica que el diferencial de presión del gas inerte en el líquido mojante en el poro es inversamente proporcional al diámetro del poro, así mismo, este diferencial es función tanto del ángulo de contacto del líquido mojante de la membrana, como de la tensión superficial en la interfase gas-líquido.

$$P_{bp} = \frac{4\sigma cos\theta}{D_p} \tag{3.6}$$

En la (Ec. 3.6), P_{bp} es el diferencial de presión del gas inerte en el líquido mojante en el poro (KPa), σ es la tensión superficial en la interfaz gas-líquido (dyn/cm), θ es el ángulo de contacto del líquido mojante con la membrana (°), y D_p es el diámetro de poro (µm).

Típicamente, el tamaño de poro es evaluado asumiendo que la membrana es absolutamente hidrofílica (θ es 0 °) y que el agua es desplazada fuera de los poros de la membrana por aire a 25 °C (σ es 72 dyn/cm). La (Ec. 3.7) es obtenida resolviendo para Dp e introduciendo las consideraciones antes mencionadas en la (Ec. 3.6) (Gitis & Rothenberg, 2016, p 165).

$$D_p = \frac{288}{P_{bp}} \tag{3.7}$$

3.2.3. Flux de agua pura (PWF) y factor de compactación (CF): Prueba de permeación con agua

La permeación con agua es la base de todas las aplicaciones con membrana y es medida en términos de la velocidad media del flujo de agua (flux) a través de la membrana (L/m^2h). Por lo tanto, una membrana con el mejor perfil de flux es considerada como la mejor y para analizar el perfil de permeación de una membrana, se utiliza agua pura en la alimentación. Debido a que no hay impurezas presentes, el proceso con la membrana está libre de todo tipo de anomalías y dará resultados libres de interferencias para la membrana. Sin embargo, la obtención del perfil de permeación depende de la determinación de algunos factores propios de la membrana como flux de agua pura a través de la membrana (PWF), factor de compactación (CF), permeabilidad (Pm), e hidrofilicidad.

$$PWF = F_w = \frac{Q}{A\Delta t} \tag{3.8}$$

Mediante la (Ec. 3.8) se puede encontrar el valor del PWF, donde, Fw representa el PWF (L/m^2h), Q el volumen total permeado (L), A el área total efectiva (m^2), y Δt el tiempo de permeación (h).

3.2.4. Permeabilidad hidráulica (P_m) y resistencia de la membrana (r_m)

La permeabilidad o permeabilidad hidráulica (Pm), define las propiedades de permeación de la membrana. La permeabilidad hidráulica está directamente relacionada a la porosidad de la membrana. El valor de permeabilidad puede ser obtenido mediante la pendiente de la curva del gráfico de PWF versus presión transmembrana aplicada. También puede ser obtenida mediante la ecuación (Ec. 3.9).

$$P_m = \frac{F_w}{\Delta P} \tag{3.9}$$

Por medio de la (Ec. 3.10) se puede calcular el valor de la resistencia hidráulica (R_m) (m^2hkPa/L), la cual juega un papel importante en la permeación de la membrana y su perfil de ensuciamiento (fouling), ya que el valor de R_m es inversamente proporcional a Pm calculado previamente.

$$R_m = \frac{1}{P_m} \tag{3.10}$$

Es decir, entre mayor sea el R_m de una membrana, menor será el valor de Pm así también como el PWF de la membrana, y viceversa.

3.2.5. Contenido de agua en el equilibrio (EWC)

El contenido total de agua en el equilibrio (EWC) es importante en los estudios de membrana, y está directamente relacionado con la porosidad de una membrana e indirectamente se puede determinar la hidrofilicidad o hidrofobicidad de una membrana (Purkait & Singh, 2018, p 121).

3.3. El arsénico

3.3.1. Descripción general del elemento y ocurrencia en los medios ambientales

El arsénico (As) es un elemento que está presente naturalmente en los alimentos, agua y aire. Este elemento es un semimetal o metaloide que se encuentra estable en muchos estados de oxidación (-III, 0, III, V), de los cuales, los estados III y V son los más comunes en los sistemas naturales y los más importantes a nivel toxicológico en las fuentes de agua para consumo humano.

En la Tabla 7 se muestran las concentraciones típicas de arsénico para diferentes medios ambientales, donde los cuerpos de agua con mayores rangos de concentración de arsénico son los lagos (0,38 – 1 000,00 µg/L) y los reservorios de agua subterránea (1,00 – 1 000,00 µg/L) (Ahuja, 2008, p 4).

Tabla 7
Concentraciones de arsénico en medio ambiental

Medio ambiental	Rango de concentración de arsénico
Aire (ng/m^3)	1,50 - 53,00
Lluvia de aire oceánico no contaminado (ppb)	0,0019
Lluvia de aire terrestre (ppb)	0,46
Ríos (ppb)	0,20 - 264,00
Lagos (ppb)	0,38 - 1 000,00
Agua subterránea (pozos) (ppb)	1,00 - 1 000,00
Agua marina (ppb)	0,15 - 6,00
Suelo (mg/kg)	0,10 - 1 000,00
Sedimento de arroyo/río (mg/kg)	5,00 - 4 000,00
Sedimento de lago (mg/kg)	2,00 - 300, 00
Roca ígnea (mg/kg)	0,30 - 113,00
Roca metamórfica (mg/kg)	0,00 - 143,00
Roca sedimentaria (mg/kg)	0,10 - 490,00

Nota: Adaptado de *Arsenic Contamination of groundwater mechanism, analysis and remediation* (P. 4) de S. Ahuja, 2008, John Wiley & Sons.

3.3.2. Método de transporte del arsénico a las fuentes de agua

El origen del arsénico procedente de pozos y su movilidad hacia las fuentes de agua pueden ser explicados por tres hipótesis que describen cómo se da el movimiento del arsénico desde su forma insoluble hasta las especies solubles presentes en el agua, para regiones no volcánicas:

- La disminución de la capa freática causada por la extracción excesiva de agua subterránea expone los minerales sedimentarios en contacto con el aire, permitiendo así su oxidación. Bajo estas condiciones, la arsenopirita se oxidará, liberando hierro (II) y (III), sulfato, arsenito y arseniato en la solución.
- La reducción de minerales hidratados de Fe_2O_3 para los cuales el arsénico es adsorbido ocurre donde hay sedimentos ricos en especies orgánicas que crean las condiciones reductoras.
- La liberación de arsenito y arseniato que es sorbido en otros minerales podría ocurrir debido al desplazamiento de sitios de sorción por fosfatos. Los niveles elevados de fosfatos, derivados de los fertilizantes, se encuentran presentes, en cierto grado, en el agua subterránea de esta área.

Hay evidencias que justifican cada una de estas hipótesis, más aún no es claro cual o cuales podrían ser las causas más importantes o principales para la liberación de arsénico, debido a que la distribución aparentemente del arsénico es irregular en algunos pozos ((VanLoon & Duffy, 2005, p 274).

Por su parte, en regiones volcánicas, un estudio realizado en 2008 concluyó que, los procesos volcánicos tienen un gran impacto en la química del agua subterránea, incluso mayor que el impacto provocado por las actividades humanas. Por lo que, las altas concentraciones de algunos elementos trazas como As, B, Cd, Fe, Li, Mn, Rb, Sb, Ti y U pueden ser encontrados en las aguas subterráneas de diversas regiones volcánicas (Parello et al., 2008, p 928).

Las especies tanto inorgánicas como orgánicas del arsénico están presentes en el ambiente, sin embargo, las formas inorgánicas son las más abundantes en los sistemas de agua dulce. Estas especies inorgánicas son las de arsenito [As (III); $H_xAs\mathrm{O_3}^{x-3}$, x = 0 a 3] y arseniato [As(v); $H_xAs\mathrm{O_4}^{x-3}$, x = 0 a 3].

En la actualidad, se cree que el arsénico es liberado del suelo como un resultado de la meteorización de la arsenopirita u otro mineral sulfurado. Los factores importantes que controlan este fenómeno son:

- Humedad (hidrólisis)
- pH
- Temperatura
- Solubilidad
- Características Redox de las especies
- Reactividad de las especies con CO_2/H_2O

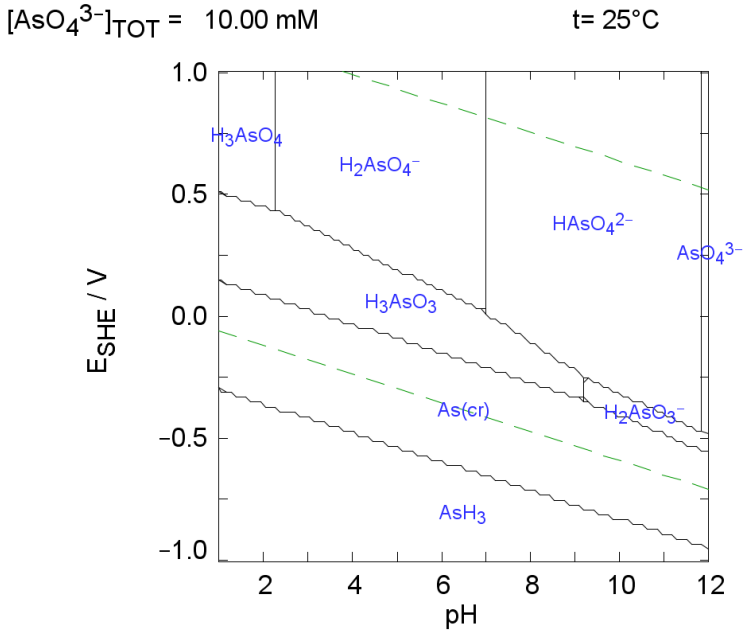
La meteorización de la arsenopirita en la presencia de oxígeno y agua involucra la oxidación de S a $\mathrm{S_4}^{2-}$ y As (III) a As (IV), esta reacción se presenta en la (Ec.3.11) (Ahuja, 2008, p 6).

$$4\,\mathrm{FeAsS} + 13\,\mathrm{O_2} + 6\,\mathrm{H_2O} \longleftrightarrow 4\,\mathrm{SO_4}^{3-} + 4\,\mathrm{Fe}^{3+} + 12\,\mathrm{H} \tag{3.11}$$

La predominante existencia de una especie de arsénico sobre otra depende de varios factores; entre ellos, el pH, el cual indica si el medio acuático es ácido o básico y el pE, el cual es una medida que representa el potencial del electrodo medido en Volts (E) de un electrodo estándar de hidrógeno (SHE) e indica la capacidad del medio acuático para reducir u oxidar una especie. Estos dos parámetros son representados mediante el diagrama Pourbaix de pE-pH para especies presentes en medios acuáticos.

Figura 15

Diagrama Pourbaix pE-pH para las especies de arsénico. Gráfico generado mediante el software gratuito para construcción de diagramas Medusa codificado por I. Puigdomenech.

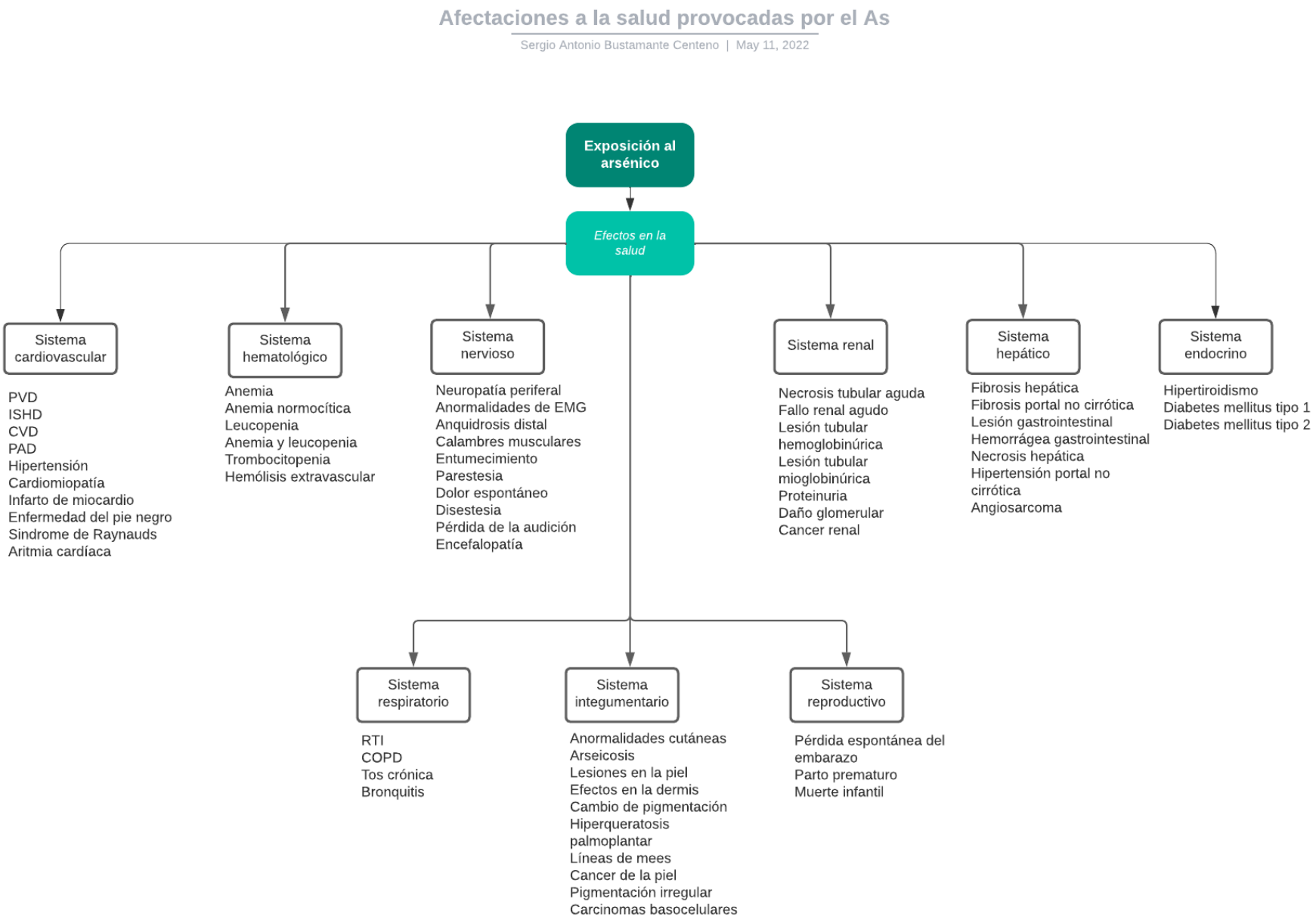


3.3.3. Afectaciones del Arsénico en la salud

Las enfermedades que se desarrollan a partir de la exposición crónica del arsénico se llaman “arsenicosis”. Las lesiones a la piel como la melanosis, queratosis, y leuco melanosis son manifestaciones características de la arsenicosis. Además, su ingesta prolongada puede ocasionar, cáncer de pulmón, hígado y vejiga, enfermedades coronarias, bronquiectasia, hiperqueratosis, hiperpigmentación de la palma, hipertensión, daño en el miocardio, daño en el hígado, enfermedad de Bowens, diabetes, entre otros. (Shaji et al., 2021). Estas enfermedades se resumen en la Figura 16.

Figura 16

Resumen de enfermedades causadas por la exposición de arsénico. Adaptado de Shaji et al., (2021) Arsenic Contamination of Groundwater: A global synopsis with focus on the Indian Peninsula (P.13). Geoscience frontiers. Todos los derechos reservados por el autor. CC-BY-NC-ND.



3.3.4. El arsénico en Nicaragua

A nivel nacional, diversos estudios se han realizado con el objetivo de determinar la contaminación por As en diferentes regiones del país. En la Tabla 8 se muestran algunos de los trabajos publicados entre los años 2001 y 2010. Estos evidencian que la contaminación por As en las fuentes de aguas superficiales y subterráneas es un problema que se extiende a nivel nacional, siendo más agudo en la zona centro norte del país y fuentes cercanas a aguas geotermales.(OMS/UNICEF, 2010)(Parello et al., 2008).

Tabla 8
Algunos trabajos realizados para la determinación de As a nivel nacional. VMA: Valor Máximo Admisible

Año	Lugar de muestreo	Resultados	Referencia
2001	Zona Norte (Madriz, Estelí, Nueva Segovia) Zona Occidente (Chinandega)	6 de los 124 pozos muestreados tuvieron concentraciones de As mayores al límite máximo permisible.	PIDMA-UNI (2001)
2002	La Cruz de la India (León) Ciudad Darío (Matagalpa) San Isidro (Matagalpa)	5 de los 20 pozos muestreados tuvieron concentraciones de As mayores al límite máximo permisible.	PIDMA-UNI (2002a)
2002	Estelí, Chinandega, León, Chontales, Río San Juan	6 de los 106 pozos muestreados tuvieron concentraciones de As por encima del límite máximo permisible	PIDMA-UNI (2002b)
2004	Chinandega, León, Chontales	Se confirmó que, de las 8 localidades estudiadas, 6 localidades se encontraron con contaminación por arsénico, lo que corresponde a un total de 1,270 personas afectadas aproximadamente.	UNICEF-ASDI (2004)
2008	Lago Xolotlán bordeando al norte con la laguna de Asososca y al sur con la laguna de Apoyo	Uno de los resultados obtenidos del estudio, concluyó que las altas concentraciones de varios elementos trazan, entre ellos el arsénico, se encuentra en aguas geotermales y lagos volcánicos cercanos a estas aguas.	Parello et al. (2008)
2008	Laguna de Apoyo	6 de los 8 puntos muestreados contienen valores de concentraciones fuera del VMA* de las normas CAPRE para el As, siendo el valor más alto de concentración en el centro de la laguna con 120 microgramos/Litro.	Baillet et al. (2006)
2010	13 de los 17 departamentos a nivel nacional.	En cuanto a la existencia de arsénico, se concluyó que la mayoría de municipios afectados con altas concentraciones de arsénico en las fuentes de agua se encuentran localizados en la zona norte central.	Aldana (2010)

3.3.5. Regulaciones Nacionales para el Arsénico

A nivel regional, el Comité Coordinador Regional de Instituciones de Agua Potable y Saneamiento de Centroamérica, Panamá y República Dominicana, es el organismo técnico que establece las normas para los países que conforman este comité, incluida Nicaragua. Dentro de estas normas se establece que el valor máximo admisible para el arsénico, en los parámetros para sustancias inorgánicas de significado para la salud, es de 0.01 mg/L (CAPRE, 1994, p. 14).

3.3.6. Métodos de detección de Arsénico

Una revisión completa de los diferentes métodos y técnicas utilizados para la determinación de arsénico fueron recopilados por Bhat et al. (2023). De acuerdo con este artículo, éstos métodos se pueden agrupar en cinco grandes categorías:

1. Métodos espectroscópicos
2. Métodos cromatográficos
3. Métodos colorimétricos
4. Métodos biológicos
5. Métodos electroquímicos

3.3.6.1. Determinación del arsénico por el método del azul de Molibdeno

El ensayo de azul de molibdeno es un método colorimétrico que consiste en una reacción entre el ión arsenato y molibdeno para formar un heteropoliácido coloreado como producto de la reacción. El arsenato (As(V)) y el molibdato en solución reaccionan para formar el heteropoliácido arsenomolibdato con una estructura similar a α-keggin, seguido por la reducción a heteropoli azul, sirviendo como la base para la determinación colorimétrica como se muestra en la ecuación 3.12.

$$\mathrm{As(V)} + \mathrm{Mo(IV)} \longrightarrow [\mathrm{AsMo_{12}O_{40}}]^{3-} \longrightarrow [\mathrm{AsMo_{12}O_{40}}]^{7-} \tag{3.12}$$

IV. METODOLOGÍA

En este capítulo se describen a detalle las etapas realizadas para alcanzar el objetivo general del presente trabajo monográfico. La metodología empleada se dividió en cuatro etapas a como se muestran en la figura 17.

Para la primera etapa, referida a la caracterización granulométrica de los polvos precursores y agregados de la pasta cerámica, se dio respuesta al primer objetivo específico y en la segunda etapa, referida a la fabricación de las membranas cerámicas, se responde al segundo y tercer objetivo específico. Luego, a través de la etapa C, se dió respuesta al cuarto objetivo específico, mientras que en la etapa D se dió respuesta al último objetivo planteado.

4.1. Caracterización granulométrica de los polvos precursores y los agregados de la pasta cerámica

4.1.1. Procesamiento de polvos: tamizado y molienda

El proceso de cribado se realizó mediante un conjunto de tamices estándar de 8 in, de aluminio. No así, para el cribado de los reactivos como el ácido bórico y los carbonatos de sodio y potasio, el cual fue realizado en tamices de menor tamaño con agitación manual. Por su parte, la molienda también fue realizada de forma manual mediante un mortero de porcelana.

4.1.1.1. Procesamiento de la pumicita

La pumicita utilizada para el procesamiento de las membranas cerámicas, fue obtenida de un vivero local en Managua.

El lavado de la pumicita fue realizado colocando 1.5 kg de muestra en una bandeja de aluminio de 53 cm de largo, 32.5 cm de ancho y 8 cm de profundidad, con fondo plano. A continuación, se adicionaron dos litros de agua del grifo para su lavado y luego se decantó el agua en exceso, así como ramas y tierra. Este proceso se repitió tres veces.

Figura 17
Estructura Metodológica general

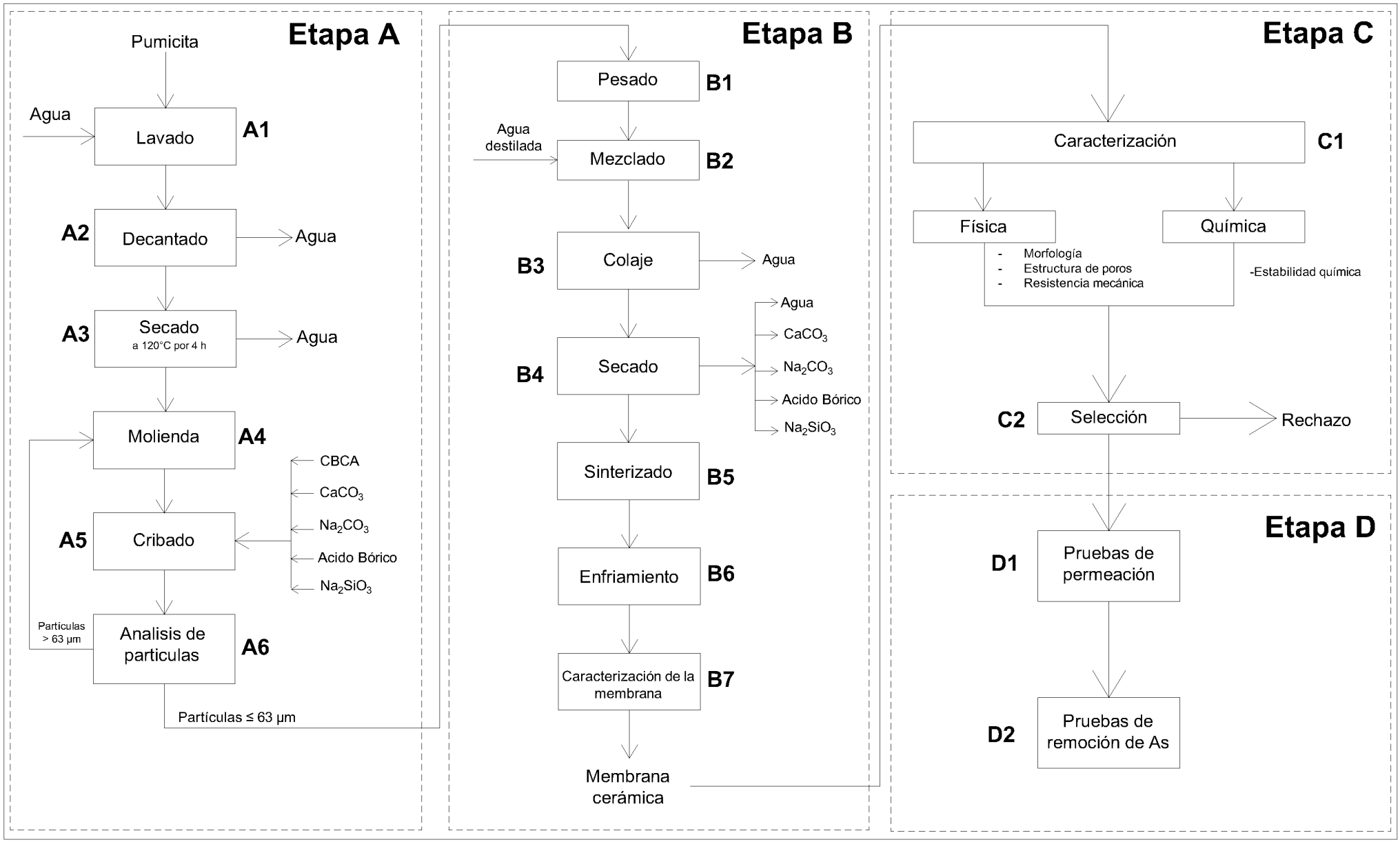
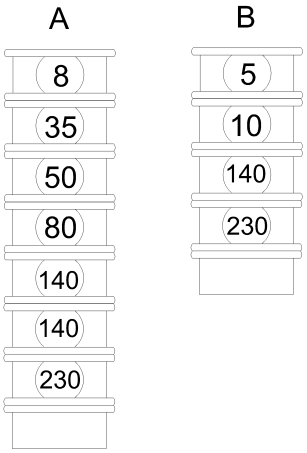


Figura 18
Arreglo de tamices utilizados para el cribado de: A) Arena pómez y Ceniza de Bagazo de Caña de Azúcar (CBCA) y B) Reactivos.



Posteriormente, la pumicita lavada fue depositada en dos bandejas de aluminio de 32 cm de largo, 26 cm de ancho y 8 cm de profundidad con fondo plano, para el proceso de secado en hornos. Se procuró tener una altura de lecho no mayor a 1.5 cm. Luego, se introdujeron ambas bandejas en el horno por un total de cuatro horas a una temperatura de 120℃, moviendo el contenido de la bandeja cada hora para lograr un secado homogéneo en la mayor parte de la pumicita. Para el proceso de tamizado de la pumicita seca, se utilizó el arreglo A de los arreglos presentados en la figura 18. Para la determinación del tiempo necesario para el tamizado se realizaron pruebas previas con tiempos de cinco, diez y quince minutos de tamizado.

Para el tamizado de pumicita, se utilizaron 900 g de muestra y un tiempo de diez minutos. Los tamices individuales fueron pesados, en una balanza electrónica, antes y después del proceso para determinar la cantidad, en gramos de pumicita, retenida por los tamices. Las partículas de color blanco retenidas por los tamices No. 8 a No. 50 fueron separadas y molidas hasta obtener una granulometría fina y homogénea. Por su parte, las partículas retenidas por los tamices No. 80, No. 140 y fondo fueron desechados debido a que contenían piedras diferentes a la pumicita y de tamaños muy pequeños para ser separados.

La pumicita previamente molida fue tamizada utilizando el arreglo A de los arreglos presentados en la figura 18. El tiempo mínimo de tamizado fue determinado realizando pruebas previas con tiempos similares a los utilizados para el tamizado anterior.

Se utilizaron 700 g de muestra con un tiempo de tamizado de quince minutos. El material retenido en el tamiz No. 230 y fondo fue almacenado en una bolsa ziploc™ para su posterior uso como polvo precursor.

4.1.1.2. Procesamiento de la CBCA y agregados

La Ceniza de Bagazo de Caña de Azúcar (CBCA) fue tamizada utilizando el arreglo B de los arreglos presentados en la figura por un tiempo de tamizado de 15 minutos.

Los reactivos utilizados como agentes modificadores, para el conformado de la membrana cerámica fueron carbonato de calcio ($CaCO_3$), carbonato de sodio (Na_2CO_3) y ácido bórico. Estos reactivos fueron tamizados mediante el arreglo C presentado en la figura 18 de forma manual, con un tiempo de agitación de 10 minutos, solamente para los carbonatos, ya que el ácido bórico contiene partículas menores a 63 μm en su totalidad, por lo cual, todo el material logró pasar el arreglo de tamices sin necesidad de agitación.

4.1.2. Preparación de las membranas cerámicas

4.1.2.1. Conformado y secado al ambiente

Las membranas cerámicas fueron obtenidas utilizando la metodología descrita por Rawat y Bulasara (2018), y Nandi et al. (2008). Los polvos previamente tamizados, fueron mezclados en una cápsula de porcelana de acuerdo con las proporciones descritas en la tabla 9 con suficiente agua destilada para la formación de una pasta, denominada '**Pasta o Suspención Cerámica**'.

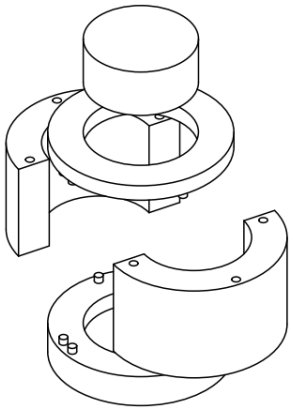
Tabla 9
Composición de las membranas desarrolladas

Materia Prima	Cantidad usada (% en peso)				
	M1	M2	M3	M4	M5
Pumicita	75	50	37,5	25	0
CBCA	0	25	37,5	50	75
$CACO_3$	15	15	15	15	15
Na_2CO_3	5	5	5	5	5
Acido borico	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5
Na_2SiO_3	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5

Se utilizaron dos bases de peso total teórico de la pieza (25 y 50 gramos) para el pesaje de los polvos. La pasta resultante fue introducida en el conformador de pastas que se presenta en la figura 19, diseñado específicamente para el moldeado de las piezas en verde para la primera parte del secado al ambiente. Los detalles del moldeador se presentan en el anexo A del presente documento.

Para la primera parte del secado al ambiente, la pasta cerámica fue mantenida por 24 horas dentro del conformador. Al cabo de este tiempo, la pieza moldeada fue removida cuidadosamente del conformador e introducida a un desecador con sílica gel seca por un período de 24 a 72 horas, para la segunda parte del secado al ambiente. Las piezas que salen del proceso de secado al ambiente se denominaron '**piezas en verde**'.

Figura 19
Conformador de pastas cerámicas ZTMY-01



4.1.2.2. Secado en hornos

Posteriormente, las piezas en verde fueron introducidas a un horno convectivo marca Fisherbrand modelo Isotemp Serie 500, precalentado a 40℃ hasta 60℃ por un tiempo de 24 horas hasta que la pieza experimentó un cambio de color de gris oscuro a gris claro como un indicador del secado interno de la pieza en verde, lo cual representa una disminución del porcentaje de humedad del 60 % a 70 % en base a las observaciones realizadas experimentalmente. El incremento en la temperatura del horno fue realizado de forma gradual para evitar la aparición de fracturas en la pieza.

4.1.2.3. Sinterizado

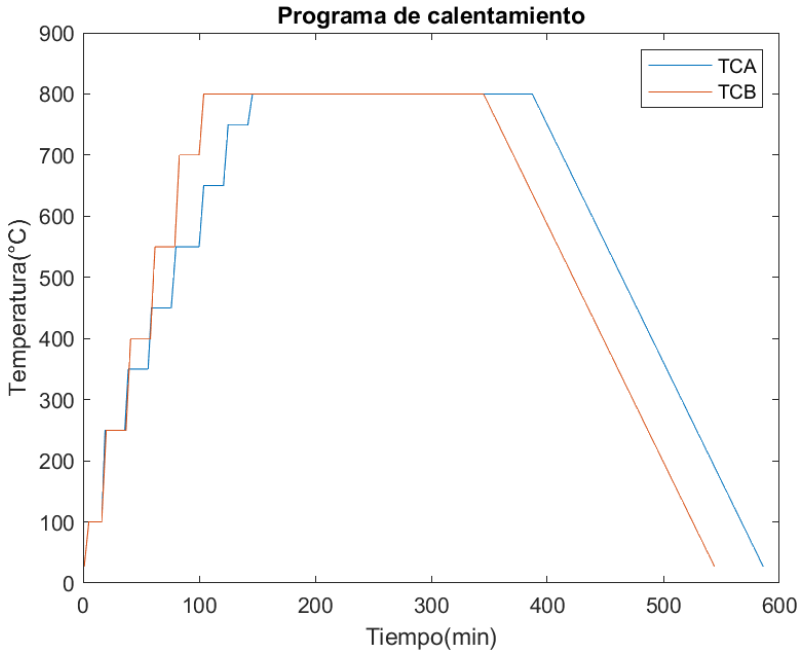
Por último, las piezas resultantes del secado en horno, sin macro fracturas, fueron introducidas a una mufla marca Thermo Scientific Thermolyne modelo FB1310M con tiempos, temperaturas y tasas de calentamiento variables, de acuerdo con lo planteado en el diseño experimental, presentado en la tabla 13.

Para el control del calentamiento durante la etapa de sinterizado, este fue realizado por etapas, ya que la mufla disponible no permitía la programación de una tasa de calentamiento especifica para el sinterizado. De esta manera, la Tasa de Calentamiento de Sinterizado Alta (TCSA) se realizó en 13 etapas, mientras que para la Tasa de Calentamiento de Sinterizado Baja (TCSB) fue realizado en 16 etapas como se muestra en la figura 20, para una temperatura de sinterizado de 800℃ y 4 horas de calentamiento. De esta manera, al trazar una recta a lo largo de las etapas de calentamiento, se determinó la tasa promedio de cada programa de calentamiento, obtenido a partir de la pendiente de la recta.

Las membranas obtenidas a partir del proceso de sinterizado fueron denominadas **'Membranas precursoras'**. Algunas características de las membranas precursoras como peso, porcentaje de humedad, espesor y diámetro promedio fueron registrados. Las membranas precursoras que no presentaron fracturas importantes visibles que pudieran atravesar la pieza o fracturas con una profundidad mayor a 0.5 cm en promedio, fueron

Figura 20

Programa de calentamiento para tasas de sinterizado variable para Temp = 800C y t = 4h

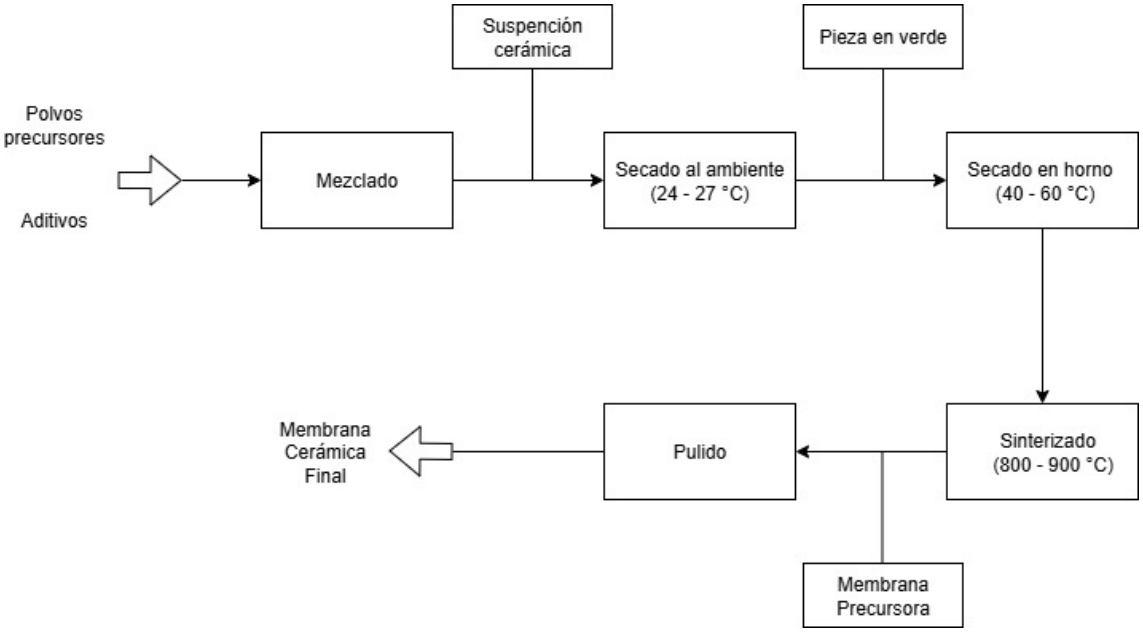


pasadas al proceso de pulido.

Para el proceso de pulido, se utilizó un papel abrasivo de Óxido de Aluminio número 40 para lograr una superficie uniforme en las membranas precursoras y adecuada para adaptar los componentes utilizados en las pruebas de microfiltración y prevenir las fugas de fluído o presión. Las membranas pulidas fueron denominadas '**Membranas cerámicas finales**'. Un resumen del proceso se muestra en la figura 21.

Figura 21

Esquema de preparación de membranas cerámicas



4.1.3. Caracterización de la membrana

4.1.3.1. Pruebas de estabilidad Química

Para estas pruebas, las membranas conformadas fueron sumergidas en soluciones ácidas y alcalinas durante un período de siete dias. Para la inmersión en medio ácido, fue utilizada una solución de ácido clorhídrico (HCl) 12.1 N, pH = 1. Para la inmersión en medio alcalino, se utilizó una solución de hidróxido de sodio (NaOH) concentrado, pH = 13.

Previo a cada inmersión, se tomaron los valores de peso y porcentaje de humedad de la membrana. Al cabo de dos días, las membranas fueron secadas en un horno a 120℃ por 3 horas en promedio. Se midió porcentaje de humedad en las membranas como un criterio de calidad del secado; en caso de que la humedad fuera mayor a la inicial previa a la inmersión, la membrana era devuelta al horno para continuar con el proceso de secado, en caso contrario, se pesó la membrana en una balanza analítica. Este proceso se repitió a lo largo de los siete días de la prueba.

El porcentaje de pérdida de peso fué calculado mediante la ec. 4.1. Donde P_0 representa el peso, en gramos, tomado previo a la inmersión, P_x representa el peso, en gramos, tomado en el día x de la inmersión y $\%P(x)$ representa el porcentaje de pérdida de peso en función de x dias de inmersión en la solución.

$$\%P(x) = \frac{P_0 - P_x}{P_0} \times 100 \tag{4.1}$$

4.1.3.2. Determinación de porosidad

El cálculo de la porosidad de cada membrana final obtenida fue realizado mediante la metodología descrita por (Purkait & Singh, 2018, p 122). Esta metodología consistió en sumergir la membrana en un recipiente con agua destilada por un tiempo de al menos 12 horas. Una vez transcurrido el tiempo, la membrana húmeda fue retirada del recipiente y secada con un trozo de tela de microfibra para escurrir el agua en exceso en la superficie de la membrana. Esta membrana húmeda fue pesada y luego secada en un horno a 120 ℃ por dos horas. Se verificó el porcentaje humedad de la membrana mediante la balanza de humedad, para asegurar que este porcentaje fuera menor o igual al porcentaje inicial obtenido al finalizar la etapa de pulido.

El porcentaje de porosidad se calculó de acuerdo a la ecuación 4.2. Donde, W_w es el peso de la membrana humeda, en gramos, W_d es el peso de la membrana seca, en gramos, ρ representa la densidad del agua, en g/m^3 a temperatura ambiente y V el volumen de la membrana en m^3.

$$Porosidad = \frac{W_w - W_d}{\rho \times V} \tag{4.2}$$

4.1.4. Determinación del contenido de agua en el equilibrio (EWC)

El cálculo del contenido de agua en el equilibrio fue realizado de acuerdo a lo mencionado por Purkait y Singh (2018) en el que la membrana fué sumergida en agua desionizada durante toda la noche. Luego de secar la superficie con un pañuelo de papel, la membrana fué pesada en una balanza y luego secada en el horno por 2 h a 120 ℃. Las membranas fueron pesadas nuevamente luego del secado y la relación utilizada para calcular el EWC en temperatura ambiente se encuentra en la (Ec. 4.3)

$$EWC(\%) = \frac{W_w - W_d}{W_w} \tag{4.3}$$

4.1.5. Analisis de agua

4.1.5.1. Detección de Arsénico

La determinación del arsénico en agua fue adaptada del procedimiento descrito por Vazquez-Jaime et al., 2020 basado en el método de azul de molibdeno por espectrofotometría UV-Vis, el cual fue normalizado y verificado a través de herramientas estadísticas que se proporcionan en detalle en el Anexo B del presente documento.

4.1.5.2. Adsorcion del Arsénico

Las pruebas de adsorción de arsénico en quitosano fueron basadas en la metodología desarrollada por Benavente (2008) y se describe a continuación:

- **Preparación de la muestra.** Se tomaron 100 mL de la muestra en un beaker y se realizaron mediciones iniciales de pH. Se ajustaron los valores de pH a 4.5 utilizando una solución de HCl 0.1 M.

- **Agitación y mezclado.** Se agitaron las muestras con un agitador magnético a 450 rpm y se adicionó 1.25 g de quitosano en cada muestra por 30 a 60 s. Se mantuveron las muestras durante agitación por 120 minutos a temperatura ambiente. Se realizaron mediciones de pH cada 0, 20, 60 y 120 min. El pH se mantuvo por debajo de 5.2, añadiendo gotas de HCl 0.1 M cuando su valor se excedía.

- **Separación y caracterización.** La solución resultante fue centrifugada y el sobrenadante fue filtrado utilizando una membrana obtenida previamente.

4.1.6. Aplicación de las membranas en un sistema MF

Para determinar la aplicabilidad de la membrana en sistemas MF, primeramente se determinó el flux de agua pura para cada membrana sinterizada y luego, se realizaron pruebas de rechazo de partículas (PRT, por sus siglas en inglés) con las membranas de mejor características (diámetro de poros y flux) para evaluar los criterios hidráulicos. Posteriormente se realizó la filtración con muestras de agua cruda y agua sintética, con concentraciones conocidas de As(V), asistida por un proceso de adsorción con quitosano, como un biopolímero, para la captura del ión As(V) y así evaluar el criterio funcional de la membrana en la remoción de dicho ión.

4.1.6.1. Determinación de flux de agua pura (PWF)

Para determinar la permeabilidad hidráulica de las membranas conformadas se construyó un sistema cuyos elementos se muestran en el diagrama de la figura 22. El sistema estaba compuesto por un reservorio (1 L) de agua destilada, una bomba peristáltica (Heidolph PD 5001) que se encargaba de transportar el agua destilada con un caudal de 5.3 mL/s hacia la parte superior del sistema de filtración compuesto por un embudo de pared recta de 100 mL ADVANTEC para separación de membranas, las membranas conformadas selladas con teflon en la parte inferior para la prevención de fugas y un soporte hueco de vidrio ajustado con una goma para el sellado del sistema de vacío.

El sistema de filtración estaba adaptado a un sistema de vacío compuesto por un recipiente graduado sellado con un orifico por la parte superior para la extracción de aire utilizando una bomba de vacío parcial de laboratorio ajustado a una válvula de alivio de presión que, al abrirse, permitía el paso del aire del ambiente al sistema, lo que despresurizaba el sistema en caso de ser necesario.

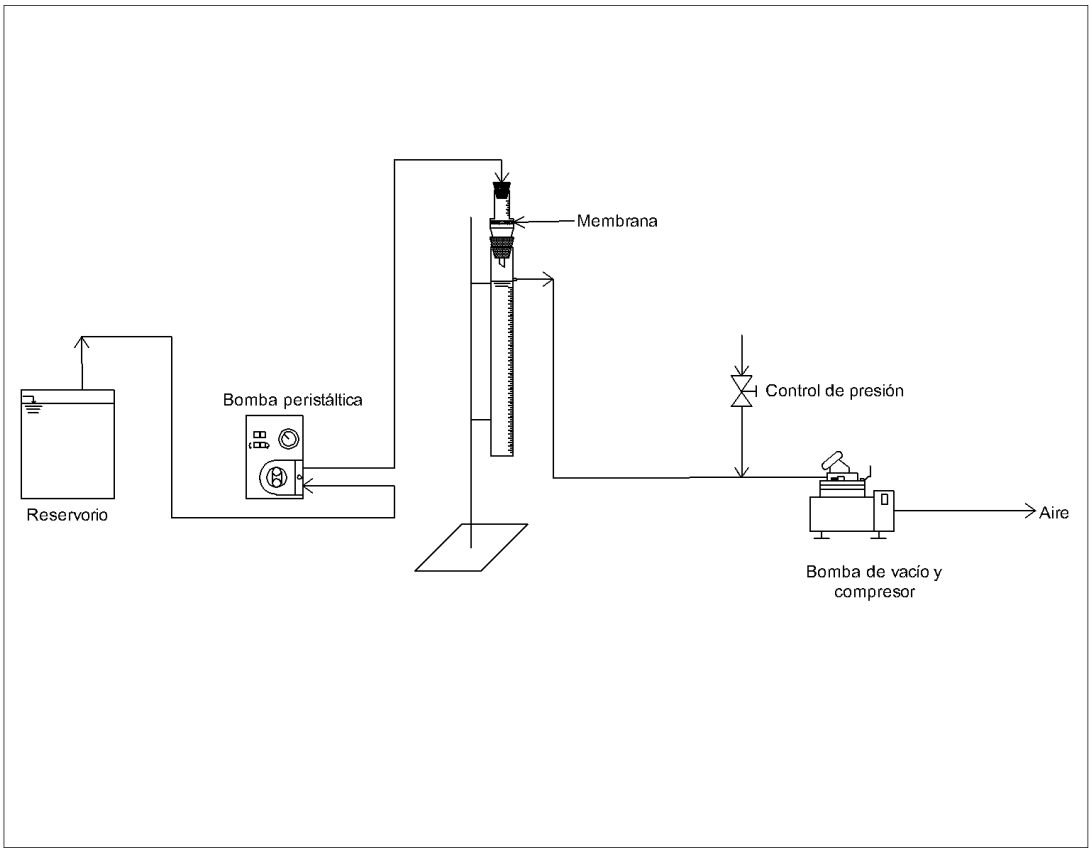
En este sistema, se utilizó un cronómetro para medir el tiempo requerido para alcanzar las marcas de volumen de 50 mL hasta los 900 mL con pasos de 50 mL. Los parámetros que se mantuvieron constantes para este sistema fueron el caudal de entrada cuyo valor fue de 5.3 mL/s (corrspondiente a 300 rpm en esta bomba peristáltica) y el fluído utilizado para el ensayo fue agua destilada.

La pendiente de la curva Volumen vs Tiempo representaba la cantidad de fluído que pasó a través de la membrana en mililitros por segundo (Caudal de permeado), que, al ser multiplicado por el área de la membrana se obtuvo el flux de agua pura (PWF) o permeabilidad hidráulica de la membrana.

4.1.6.2. Prueba de rechazo de partículas

Con el objetivo de evaluar el comportamiento de las membranas desarrolladas ante partículas de diferentes tamaños, se llevó a cabo la prueba de rechazo de partículas (PRT, por sus siglas en inglés) con diferentes rangos de tamaños de CBCA.

Figura 22
Esquema del sistema de microfiltración para ensayos de PWF



De esta manera, la alimentación, compuesta por una mezcla de agua destilada y CBCA con tres rangos definidos: 180 µm - 106 µm, 106 µm - 63 µm y 63 µm, fueron mezclados, manteniendo una concentración constante de 2000 mg/L con recipientes cuadrados de 2 L en agitación constante a 150 rpm utilizando un equipo para pruebas de jarras marca Phipps and Bird modelo PB-700. Los parámetros utilizados para determinar los porcentajes de remoción fueron turbidez, medidos en Unidades Nefelométricas de Turbidez (UNT) a través de un turbidímetro marca HACH modelo 2100AN, y el color, medido en miligramos por litro de color Platino-Cobalto (pt-co) a través de un espectrofotómetro de UV-vis marca HACH modelo DR6000 usando celdas cuadradas de vidrio de 10 mL.

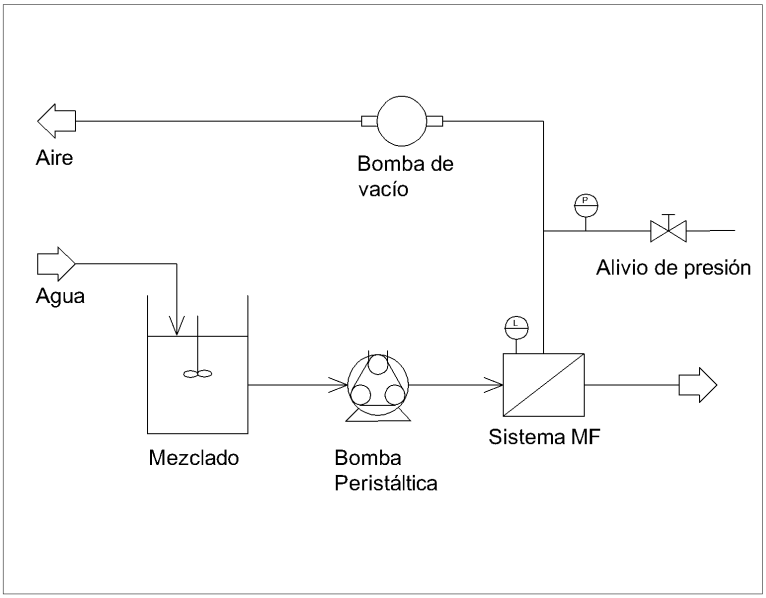
Para el porcentaje de remoción de ambos parámetros se utilizó la ecuación 4.4, donde X representa el parámetro medido (Turbidez o color), X_i representa el parámetro medido con valor inicial previo al proceso de filtración y X_f representa el parámetro medido con valor final en el permeado.

$$\%Removido(X) = \frac{X_i - X_f}{X_i} \tag{4.4}$$

El diagrama de flujo fue realizado utilizando la simbología estándar para diagra-

mas P&ID de acuerdo a la norma ISO 10628-1 y se muestra en la figura 23. En este sistema la alimentación contiene la mezcla agua/CBCA que se encuentra en agitación constante utilizando el equipo de pruebas de jarras a 100 rpm para mantener en suspensión las partículas de CBCA. Posteriormente, el agua es impulsada mediante una bomba peristáltica hacia el sistema de filtración compuesto por los elementos descritos en el ensayo realizado en la sección 4.1.6.

Figura 23
Diagrama de flujo para microfiltración a escala de laboratorio



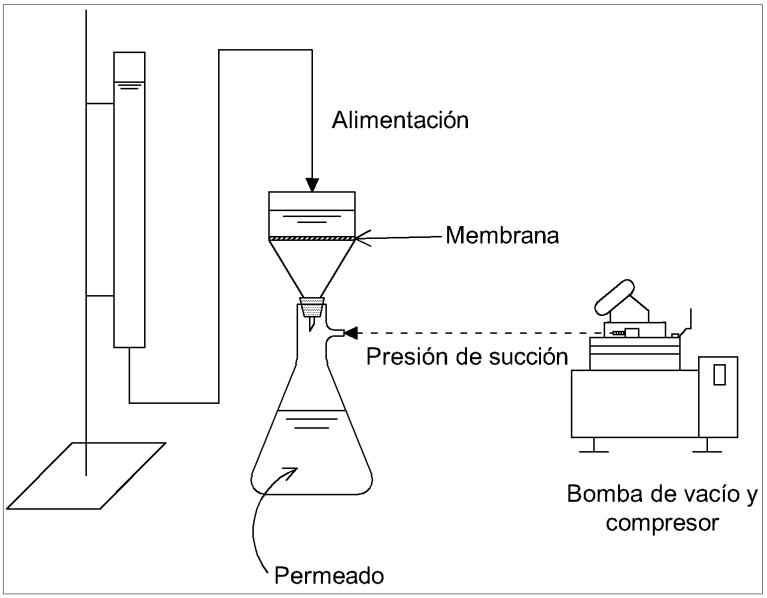
4.1.6.3. Pruebas de remoción de As(V)

Para la remoción de As(V), se tomaron muestras en dos de los seis puntos identificados por Baillet et al. (2006) con concentraciones altas de As. Los puntos muestreados fueron P74 - Hacienda y P30 - Puesto de Agua.

Luego, a cada muestra se analizó la concentración de As(V) utilizando el método de azul de molibdeno en el laboratorio de micropoluentes de UNI-PIENSA. A partir de estos resultados, se prepararon muestras de agua sintética con iguales concentraciones de As(V) para analizar los porcentajes remoción alcanzados con diferentes matrices de agua.

Tanto las muestras de agua sintética y agua cruda fueron pasadas por un proceso previo de adsorción con quitosano utilizando la metodología descrita en la sección 4.1.5.2. Posteriormente, el sobrenadante fue filtrado utilizando las membranas conformadas a través de la configuración mostrada en la figura 24 y se determinó la concentración de As(V) en el permeado resultante para cuantificar y analizar el porcentaje de remoción alcanzado por el sistema.

Figura 24
Esquema del sistema de microfiltración directa



4.1.7. Diseño experimental y Análisis estadístico

4.1.7.1. Definiciones del Diseño Experimental

Generalidades del Diseño Experimental

Para el análisis de las variables de sinterizado en las características críticas de la membrana, se realizó a través de un diseño factorial completo 2^3 con tres factores o variables independientes y dos niveles de variación sin réplicas, en el cual, estas variables fueron evaluadas con dos niveles de variación y codificadas a como se muestra en la tabla 10.

Tabla 10
Codificación de factores y variables respuestas

Variables, i	Factores, X_i	Respuestas, Y_i
1	Relación Pumicita/CBCA	Permeabilidad Hidráulica
2	Tasa de calentamiento	Tamaño promedio de poros
3	Tiempo de sinterizado	Porosidad

Las variables que se deben tomar en cuenta para la etapa B relacionada con el conformado cerámico a través de colaje tradicional de pastas cerámicas (paste casting) se detallan en la tabla 11.

Factores constantes

Tabla 11
Variables para la etapa B

Etapa	**Variable**	**Unidad**
Mezclado (B2)	Cantidad de agua destilada Relación Pum/CBCA Cantidad de agregados	(mL) (% en peso) (g)
Colaje (B3)	Peso distribuido Tiempo de residencia en el molde	(Kg) (h)
Secado (B4)	Temperatura de secado Tiempo de secado	(℃) (h)
Sinterizado (B4)	Tasa de calentamiento Temperatura de sinterizado Tiempo de sinterizado	(℃/min) (℃) (h)
Enfriamiento	Tasa de enfriamiento	(℃/min)

El desarrollo de un diseño experimental que considerara todos los parámetros de la Tabla 11 resulta en un trabajo demasiado extenso y con un análisis muy complejo, por lo que, algunas variables se mantuvieron constantes en base a valores o rangos establecidos por la bibliografía como el porcentaje en peso de los agregados químicos y otros parámetros fueron determinados de forma experimental como el porcentaje en peso de agua destilada, peso distribuido, tiempo de residencia en el molde, temperatura y tiempo de secado, y tasa de enfriamiento. Todas estas variables fueron se resumen en la tabla 12.

La condición determinada para la tasa de enfriamiento fue lograda manteniendo las piezas dentro de la mufla posterior al proceso de sinterizado como lo recomienda (Nandi et al., 2008, p 104). De esta forma, se permite que haya una transferencia de calor en forma radial desde la membrana recién sinterizada hacia el aire confinado dentro de la mufla y este, a su vez, sea enfriado por la transferencia de calor por conducción que hay entre las paredes internas y externas de la mufla hacia el exterior. Por lo que, esta combinación de resistencias térmicas permite que la disipación de calor sea relativamente lenta en comparación con la exposición directa de la pieza al ambiente del laboratorio.

Factores experimentales y niveles de variación

Los factores experimentales y sus niveles de variación se resumen en la tabla 13. En esta tabla el nivel 0 corresponde al valor de referencia o punto central del diseño, el cual es modificado de acuerdo al intervalo de variación ϵ, descrito en la columna 6 de la Tabla 13 por cada factor. El valor de referencia no fué tomado para diseño experimental, sino los niveles **-1** y **+1** que corresponden a los niveles bajos y altos respectivamente.

Unidad exprimental

Cada membrana cerámica conformada, resultante de la etapa B, fué considerada como la unidad experimental.

Tabla 12
Factores constantes del Diseño Experimental

Factor	Valor o rango sugerido	Valor establecido	Referencia
Cantidad Agua destilada		76 - 90 % en peso (base seca)	Experimental
Cantidad carbonato de sodio (Na_2CO_3)	No mayor al 20 %	15 % en peso (base seca)	(A. K. Pabby et al., 2015, p 15)
Cantidad carbonato de sodio ($CaCO_3$)	No mayor al 20 %	5 % en peso (base seca)	(A. K. Pabby et al., 2015, p 15)
Cantidad Ácido Bórico	No mayor al 5 %	2.5 % en peso (base seca)	(A. K. Pabby et al., 2015, p 15)
Peso distribuido		2 Kg	(Nandi et al., 2008, p 104)
Tiempo de residencia en el molde		24 h	Experimental
Temperatura de secado		40 ℃-60 ℃	Experimental
Tiempo de secado al ambiente		24 h	Experimental
Tasa de enfriamiento			Condición Experimental

4.1.7.2. Herramientas para análisis estadístico

El análisis estadístico fue realizado a través de un diseño factorial completo 2^3, sin réplicas, en el cual, las variables de sinterizado fueron evaluadas con dos niveles de variación y codificadas a como se mostró en la tabla 13.

Para cada variable dependiente se analizaron cuatro aspectos fundamentales:

- **Normalidad de los datos.** A través de la prueba de Anderson-Darling y el gráfico de normalidad, se verificó la hipótesis para el supuesto de normalidad de los datos experimentales para un valor de confianza (α) del 5 %.
- **Análisis de varianza.** Para datos cuyo supuesto de normalidad fue comprobado por la prueba de Anderson-Darling, se realizó un análisis de varianza (ANOVA) y un diagrama de pareto para determinar la existencia de factores o interacción de factores con efectos significativos en las variables respuesta, así como determinar la jerarquización de los efectos.
- **Análisis de influencia de efectos principales e interacciones.** A través del gráfico de efectos principales e interacciones Se identificó el efecto de los factores e interacciones en cada una de las variables respuesta.
- **Identificación de tendencias.** Se identificaron las tendencias y regiones preliminares de altas y bajas respuestas, basado en proyecciones y no como una opti-

Tabla 13
Factores experimentales y sus niveles de variación para DOE de la etapa B

Factor	Codificación	Niveles de variación			Intervalo de variación, ϵ
		-1	0	+1	
Relación Pumicita/CBCA	(X1)	1:2	1:1	2:1	
Tasa de calentamiento (°C/min)	(X2)	4.75	5.785	6.82	1.0035
Tiempo de sinterizado (h)	(X3)	4	6	8	2

mización final del sistema para el sinterizado de las membranas, a través de un gráfico de contorno, manteniendo como constante una composición.

- **Optimización de variables.** Se determinaron los valores óptimos de cada variable de sinterizado para los rangos investigados de forma experimental. De esta forma, se pudieron determinar las condiciones óptimas preliminares de las variables de sinterizado para el mejor efecto de las variables respuesta con sus valores de deseabilidad.

V. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

De acuerdo con lo planteado en la metodología (Capítulo 4) el desarrollo de este trabajo monográfico se realizó en cuatro etapas, donde, la caracterización granulométrica de los polvos precursores y agregados de la pasta cerámica constituyó la primera etapa, algunas consideraciones respecto al método de fabricación de las membranas cerámicas y el análisis de variables de sinterizado constituyeron la segunda etapa. Luego, la caracterización de las membranas conformadas constituyó la tercenra etapa y, las pruebas de microfiltración y análisis de remoción de arsénico constituyeron la cuarta etapa.

De esta manera, los resultados presentados en la primera etapa tuvieron como propósito dar respuesta al primer objetivo específico, así como los resultados presentados en la segunda etapa tuvieron como propósito dar respuesta al segundo objetivo específico. Por su parte, los resultados presentados en la tercera y cuarta etapa dan respuesta al tercer y cuarto objetivo específico.

5.1. Caracterización granulométrica de los polvos precursores y agregados

El tamaño máximo de partículas para los polvos utilizados fue de 63 μm debido a la limitada disponibilidad de tamices de menor tamaño. Para alcanzar la homogeneidad de tamaño de partículas en los polvos precursores y reactivos se realizaron algunas operaciones unitarias previas al tamizado, para la selección de partículas con tamaños en el rango deseado.

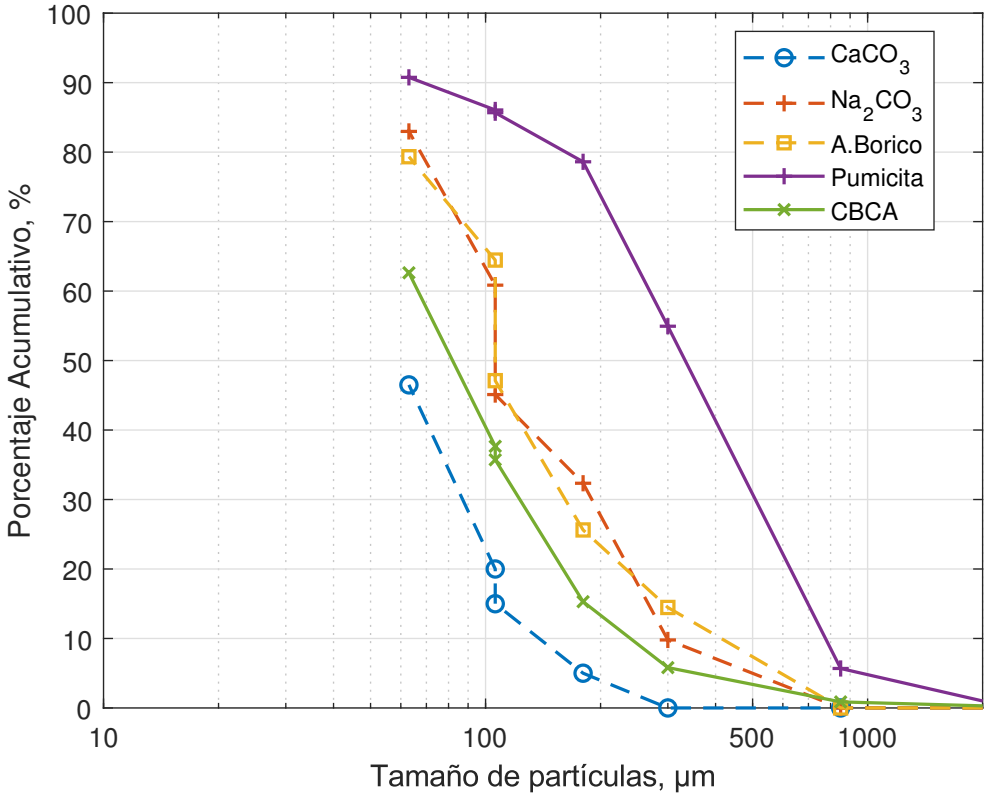
Para la pumicita, debido a su gran tamaño, en comparación con las demás materias primas, fueron necesarias las operaciones de lavado, secado, molienda y tamizado para su limpieza, reducción de tamaño y selección de partículas. Por su parte, para la CBCA, carbonato de sodio y ácido bórico, solamente fue necesaria una etapa de molienda previo al tamizado para asegurar la mayor cantidad de partículas con tamaños menores a 63 μm.

Las curvas de distribución de tamaño de partículas para los polvos principales y reactivos se muestran en la figura 25, sin embargo, solamente las partículas de tamaños menores a 63 μm fueron utilizadas para la fabricación de las membranas cerámicas para asegurar una distribución de tamaños angosta, lo cual es beneficioso de acuerdo a con lo investigado por Lin y Messing (1995) para mejorar la tasa de densificación y el crecimiento de granos como lo menciona Kang (2020).

Por lo tanto, del material, la fracción aprovechable (menor a 63 μm) es del 90.76 % para la pumicita, 62.63 % para la CBCA, 46.45 % para $CaCO_3$, 82.97 % para Na_2CO_3 y 79.33 % para ácido bórico para la conformación de las membranas cerámicas. De esta

manera, algunos polvos como la CBCA y el $CaCO_3$ requieren ser reprocesados para aumentar la fracción aprovechable.

Figura 25
Curvas de distribución de tamaño de las materias primas



5.2. Análisis del proceso de conformación de las membranas cerámicas

En la Figura 26 se muestra la suspensión cerámica obtenida tras el mezclado de los polvos y reactivos. Los resultados experimentales evidencian que un exceso de humedad, así como la falta de homogeneidad en la mezcla (manifestada por la presencia de grumos), favorece la aparición de defectos y agrietamiento en etapas tempranas del conformado.

Por esta razón, se prepararon suspensiones con diferentes contenidos de agua. Se encontró que, para todas las membranas (M1–M5) elaboradas a partir de pumicita y CBCA, un contenido de agua inferior al 76 % (en base al peso total) no permitió formar una suspensión homogénea, ya que aparecían grumos por zonas sin hidratar. En cambio, contenidos superiores al 90 % representan un exceso de agua que dificulta el manejo.

El contenido óptimo de agua dependió de la fracción de CBCA: en promedio, 76 %

- 80 % para membranas de tipo M1 (100 % pumicita) y 88 % - 90 % para membranas de tipo M5 (100 % CBCA). Este rango permitió obtener una pasta con comportamiento pseudoplástico, propio de un fluido no newtoniano, lo cual favorece el conformado con el moldeador mostrado en la Figura 19.

Figura 26
Pasta o suspensión cerámica



El secado en hornos es una etapa fundamental para la prevención de fracturas en la membrana ya que, de acuerdo con las experimentaciones realizadas, cerca del 87 % de fracturas nuevas aparecieron en las piezas en las primeras 2 horas durante el proceso de secado en hornos por altas temperaturas de secado o cambios bruscos de temperatura. Del 13 % restante, 10 % de las fracturas aparecieron durante los primeros procesos de conformación y secado al ambiente por exceso o deficiencia de humedad en la pieza como se mencionó anteriormente y solamente un 3 % aparecieron durante el proceso de sinterizado. Por lo que, al mantener una temperatura de 40 °C - 60 °C durante las primeras 3 horas y posteriormente hasta 150 °C por 5 horas, se redujeron drásticamente la cantidad de fracturas presentes en la pieza.

Durante el proceso de sinterizado, la cantidad de nuevas fracturas que aparecieron en la estructura de la membrana es relativamente poca en comparación con los otros procesos previos. Sin embargo, la aparición de nuevas fracturas usualmente se debió a una tasa de calentamiento muy alta y alto porcentaje de humedad en la pieza. El tiempo de sinterizado no tuvo efectos en la aparición de nuevas fracturas en las membranas precursoras.

No obstante uno de los efectos más notorios ocurridos durante el proceso de sinterizado para membranas de Pumicita/CBCA es la aparición del efecto de la vitrificación parcial, especialmente en los bordes de las piezas como se muestra en la Figura 27. En esta figura se presentan dos regiones, una inferior caracterizada por una apariencia vidriosa y otra más granular/porosa en la parte superior.

Durante el proceso de pulido, muchas fracturas de menor profundidad presentes en las membranas precursoras son eliminadas, sin embargo, otras de mayor profundidad persisten en la estructura hasta las membranas finales como se muestra en la figura 28.

Figura 27

Vista amplificada 32x del efecto de la vitrificación en una membrana final sinterizada a través de un estereoscopio Zeiss Stemi DV4

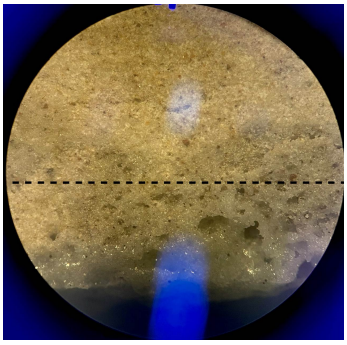


Figura 28

Pulido de las membranas. A y B representan las caras superiores e inferiores respectivamente previo al pulido, mienras que C y D representan las caras superiores e inferiores respectivamente luego del proceso de pulido



5.3. Evaluación del efecto de las variables de sinterizado en las características de las membranas conformadas

Las variables de sinterizado (composición, tasa de calentamiento y tiempo de sinterizado) fueron evaluadas a 800 ℃ como una temperatura de sinterizado fija, debido a que el conformado a menores temperaturas resultó en un sinterizado incompleto con piezas quebradizas que no podían ser sometidas a pruebas de permeación hidráulica, y el sinterizado a mayores temperaturas, no fue posible con los equipos disponibles.

Así mismo, para el análisis estadístico se utilizaron dos de los cinco tipos de membranas conformadas, las cuales fueron las de tipo M2 (75 % Pum; 25 % CBCA) y M4 (25 % Pum; 75 % CBCA) y los gráficos utilizados en esta sección fueron generados a través del software para análisis estadístico Minitab.

5.3.1. Normalidad de datos experimentales

La normalidad de los datos experimentales para cada variable de respuesta fue evaluado usando un gráfico de probabilidad normal. En este gráfico, se asume un nivel de confianza del 95 %. Adicionalmente, se obtuvo un valor estadístico p, el cual es utilizado para rechazar o aceptar la hipótesis de normalidad que establece un supuesto que los datos están distribuidos de forma normal.

Los valores calculados de p fueron de 0.426 para los resultados de porosidad, 0.180 para los resultados de Diámetro de poros y 0.526 para los resultados de permeabilidad hidráulica, lo cual se encuentra por encima del nivel de significancia del 5 % ($\alpha = 0{,}05$). Esto indica que no se rechaza la hipótesis nula de normalidad, por lo que se concluye que los datos para las tres variables respuesta puden considerarse normalmente distribuídos, lo cual se muestra en las figuras 29, 30 y 31 en las cuales los resultados para las tres variables respuesta se ubican dentro de las bandas de confianza sin la existencia de outliers o datos extremos. Bajo este criterio de normalidad, se justifica el uso de un Análisis de Varianza (ANOVA) como un método estadístico para el análisis de estos resultados.

Figura 29

Gráfico de Probabilidad de Porosidad

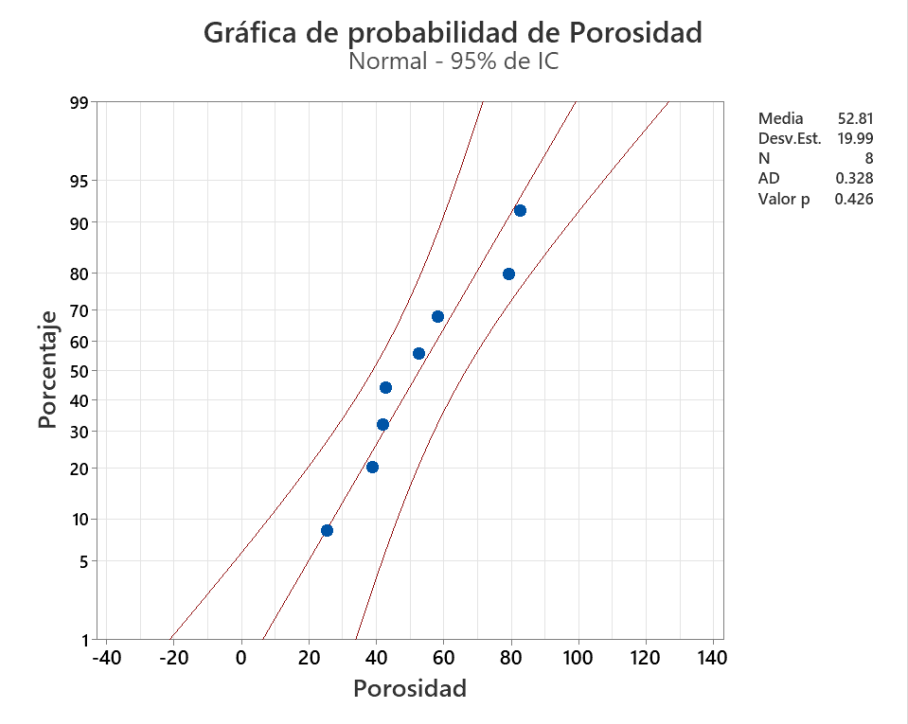


Figura 30

Gráfico de Probabilidad de Diámetro de poros

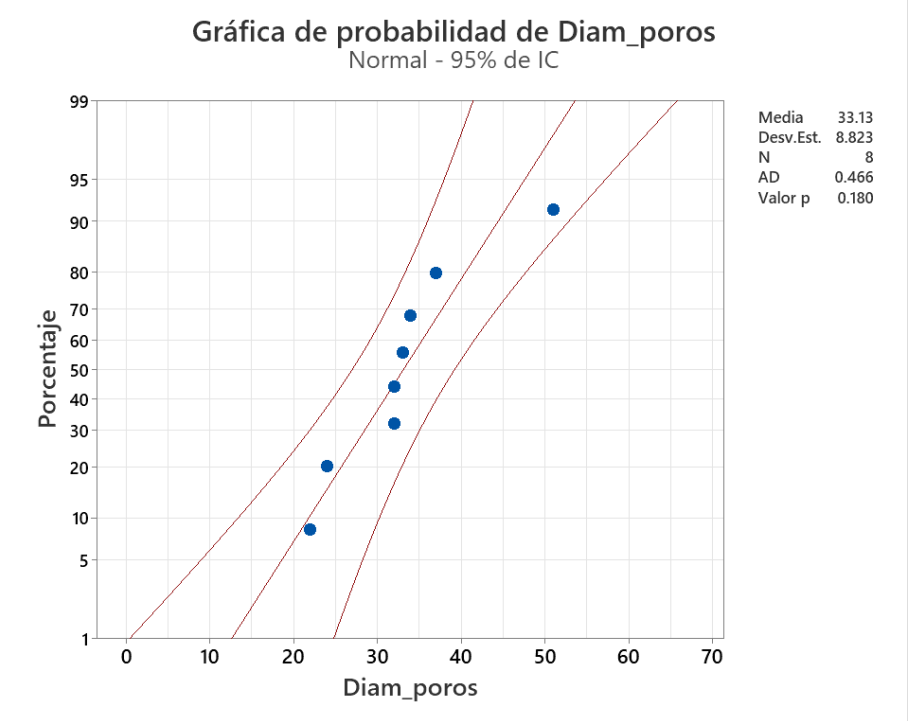
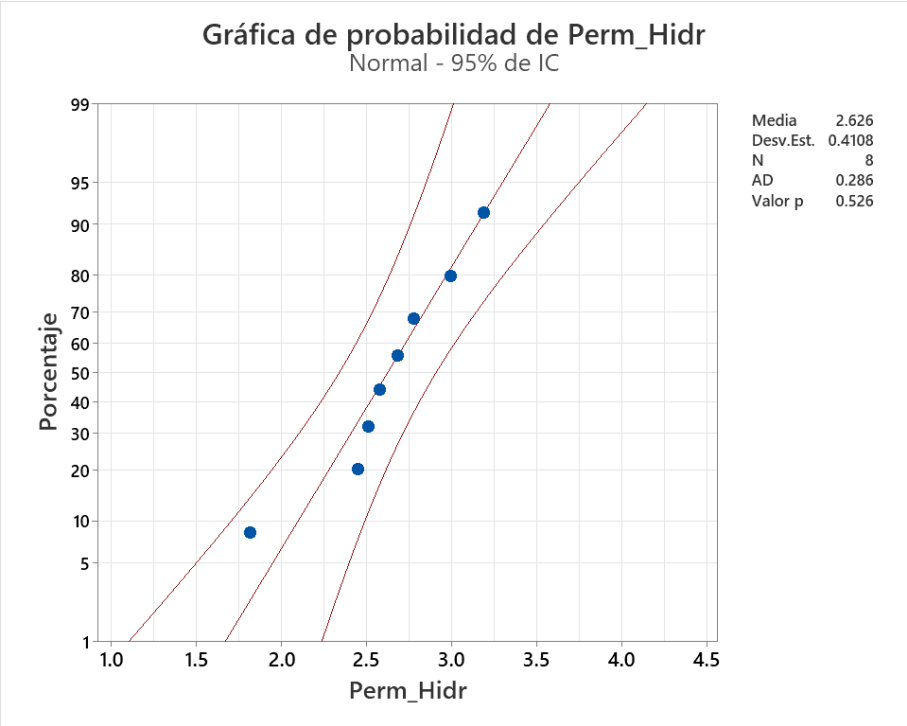


Figura 31
Gráfico de Probabilidad de Permeabilidad Hidráulica



5.3.2. Análisis de varianza y jerarquización de efectos

Dado que, para las tres variables existe una distribución normal de los datos, la evaluación del modelo de regresión se llevó a cabo a través del análisis de varianza (ANOVA) para cada una de las variables respuesta. Dado que el diseño experimental fue realizado sin réplicas, y que, esto supuso contar con un limitado número de grados de libertad (GL), los términos de menor efecto sobre las variables respuesta (por falta de relevancia), así como las interacciónes de tres términos (por complejidad excesiva), fueron excluídos del modelo para obtener una estimación del error y valores estadísticos p y f asociados a cada término del modelo a como se presenta en las tablas 14 a 16.

Para la porosidad, no existen efectos que puedan considerarse significativos estadísticamente para el rango de variación seleccionado como se muestra en la figura 32. Los resultados muestran que existe un efecto importante de la tasa de calentamiento (X2) y tiempo de sinterizado (X3) en la porosidad (figura 33). El efecto de estas dos variables es mayor al de la composición (X1) e interacción de cualquiera de las tres variables (Tabla 14).

Por su parte, para el diámetro promedio de poros, los resultados no presentan términos que puedan considerarse estadísticamente significativos (Figura 34). No obstante, la tasa de calentamiento es el término que refleja ligeramente un mayor efecto en el diametro de poros, por lo que tiene un mayor valor de Suma de cuadrados en la Tabla 15 y lo cual se refleja en el diagrama de pareto (Figura 35). Por su parte la composición e interacción entre la tasa de calentamiento y tiempo de sinterizado son los términos que muestran un menor efecto en el diámetro de poros de la membrana sinterizada.

En cuanto a la permeabilidad hidráulica, con respecto a los términos del modelo, no hay suficiente evidencia estadística que demuestre que para los rangos seleccionados, existe un factor o interacción de factores que sea de mayor influencia para la variable respuesta (Figura 36). Sin embargo, de acuerdo con el ANOVA mostrado en la tabla 16, el valor de suma de cuadrados ajustados para la tasa de calentamiento y tiempo de sinterizado son notablemente mayores que los demás términos del modelo, por lo que el valor de la permeabilidad hidráulica de la membrana se ve fuertemente influenciada por estos dos factores, como lo confirma el gráfico de pareto (Figura 37).

Tabla 14
Análisis de varianza (ANOVA) para la porosidad

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	5	2475.15	495.03	3.07	0.264
Lineal	3	2224.96	741.65	4.59	0.184
X1	1	10.53	10.53	0.07	0.822
X2	1	**1167.89**	1167.89	7.23	**0.115**
X3	1	**1046.53**	1046.53	6.48	**0.126**
Interacciones de 2 términos	2	250.19	125.09	0.77	0.564
X1*X2	1	63.17	63.17	0.39	0.596
X2*X3	1	187.02	187.02	1.16	0.394
Error	2	322.99	161.49		
Total	7	2798.13			

Figura 32
Gráfica de los efectos para el diámetro de poros

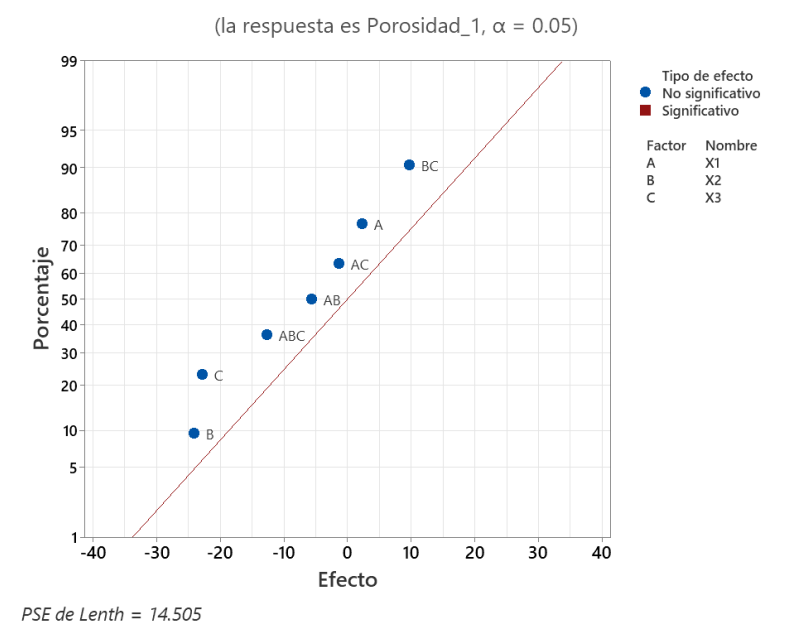


Figura 33
Gráfico de pareto para Porosidad

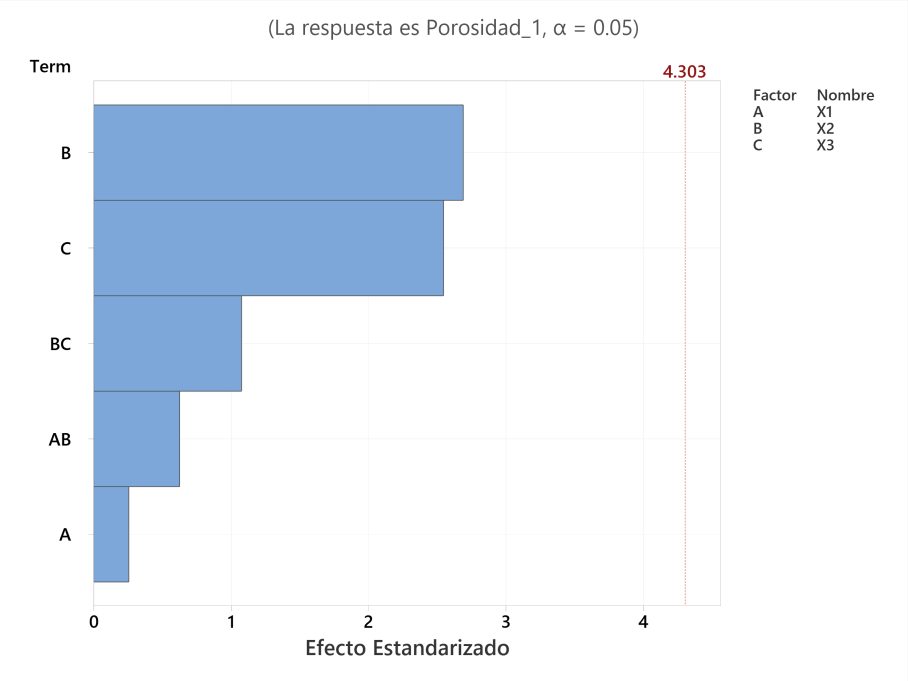


Tabla 15
Análisis de varianza (ANOVA) para el diámetro promedio de poro

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	5	493.62	98.72	3.85	0.219
Lineal	3	379.37	126.46	4.93	0.173
X1	1	28.13	28.13	1.10	0.405
X2	1	231.12	**231.12**	9.02	**0.095**
X3	1	120.12	**120.12**	4.69	**0.163**
Interacciones de 2 términos	2	114.25	57.12	2.23	0.310
X1*X2	1	36.12	36.12	1.41	0.357
X1*X3	1	78.12	78.12	3.05	0.223
Error	2	51.25	25.62		
Total	7	544.87			

Figura 34

Gráfica de los efectos para el diámetro de poros

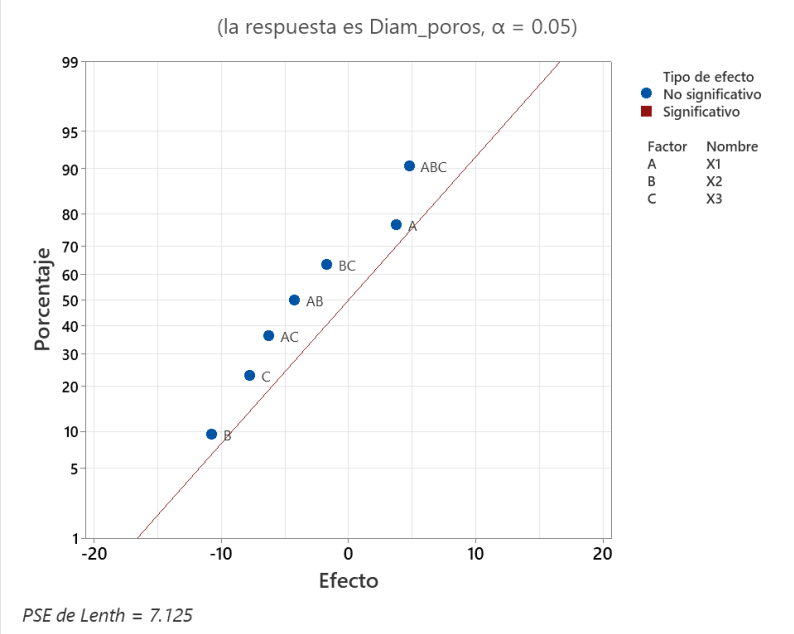


Figura 35

Gráfico de pareto para diámetro promedio de poros

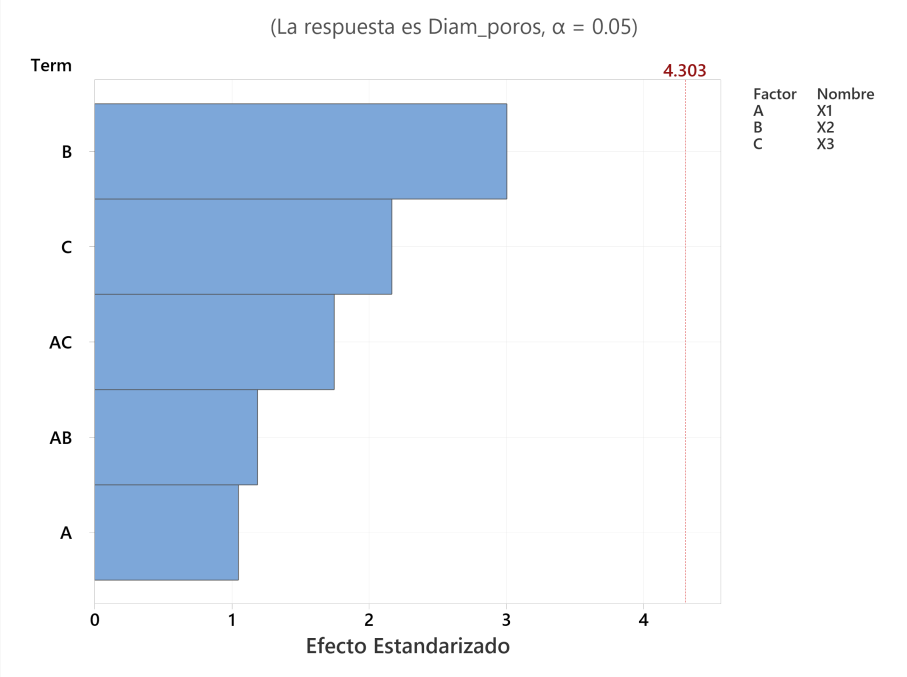


Tabla 16
Análisis de varianza (ANOVA) para la permeabilidad hidráulica

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	6	1.17815	0.196359	60.60	0.098
Lineal	3	0.67459	0.224864	69.40	0.088
X1	1	0.02611	0.026106	8.06	0.216
X2	1	**0.26173**	0.261726	80.78	**0.071**
X3	1	**0.38676**	0.386760	119.37	**0.058**
Interacciones de 2 términos	2	0.08723	0.043616	13.46	0.189
X1*X3	1	0.02153	0.021528	6.64	0.236
X2*X3	1	0.06570	0.065703	20.28	0.139
Interacciones de 3 términos	1	0.41633	0.416328	128.49	0.056
X1*X2*X3	1	**0.41633**	0.416328	128.49	**0.056**
Error	0	0.00324	0.003240		
Total	7	544.875			

Figura 36
Gráfica de los efectos para la permeabilidad hidráulica

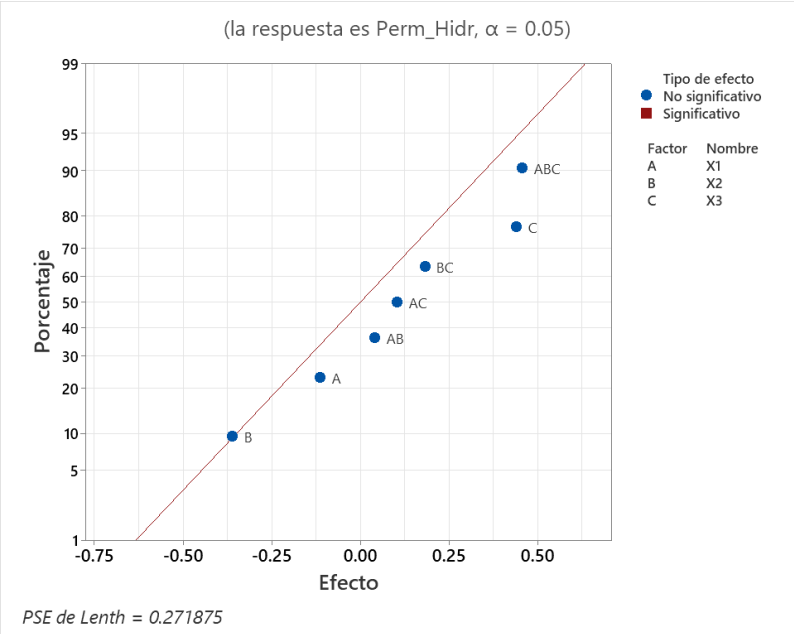
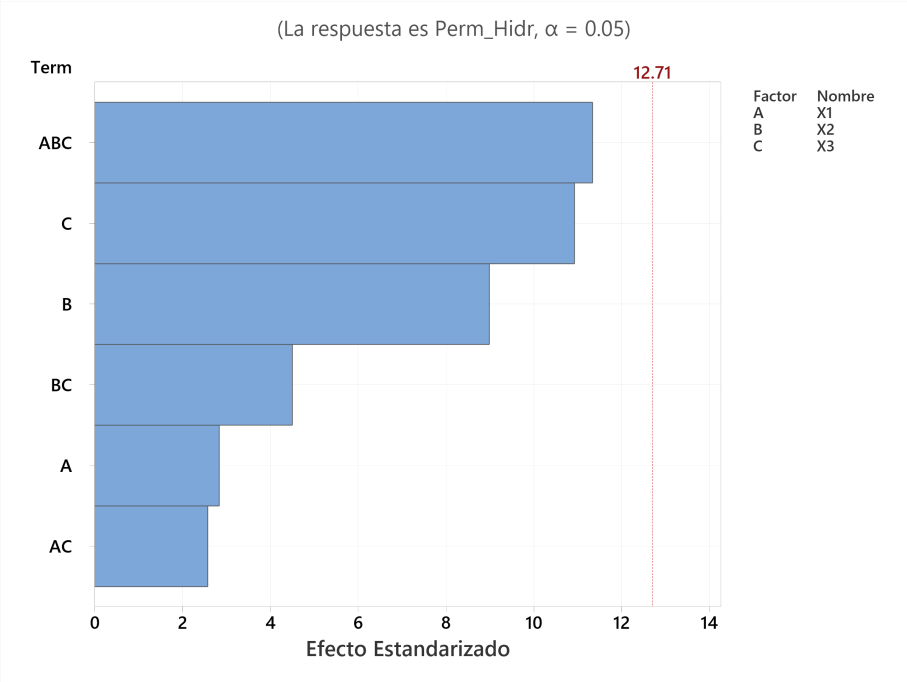


Figura 37
Gráfica de pareto para permeabilidad hidráulica



5.3.3. Efectos principales e interacciones

El gráfico de efectos principales para la porosidad (Figura 38) muestra que, a medida que la tasa de calentamiento y el tiempo de sinterizado aumenta, la media del porcentaje de porosidad de la membrana disminuye, mientras que, en términos de composición, su porosidad aumenta ligeramente a medida que el porcentaje de CBCA presente en la estructura aumenta, sin embargo, este efecto es muy pequeño en comparación con el efecto de las otras dos variables a como se discutió previamente en la jerarquización de los efectos para esta variable respuesta.

Por su parte, en el gráfico de interacciones para la porosidad (Figura 39) se observa que los valores de la variable respuesta son mayores a bajas tasas de calentamiento, y que, para estas condiciones, el efecto de la composición es poco dependiente del tiempo de sinterizado, lo que se refleja en líneas aproximadamente paralelas. Sin embargo, el efecto es opuesto a medida que aumenta la tasa de calentamiento.

En particular, los valores de porosidad tienden a aumentar a medida que la tasa de calentamiento disminuye, y este efecto es dependiente de la composición, ya que para tasas de calentamiento bajas el incremento de contenido de CBCA en la estructura produce un aumento de la porosidad, mientras que a tasas de calentamiento elevadas se observa una tendencia opuesta.

En cuanto al diámetro de poros, al analizar los efectos principales de forma independiente se muestra que la composición de la membrana tiene una influencia moderada en en el diámetro de poros, por lo que a medida que el contenido de CBCA aumenta, el diámetro promedio aumenta. Sin embargo, a medida que se aumenta la tasa de calentamiento y el tiempo de sinterizado, el diámetro de poros disminuye (Figura 40).

Figura 38

Gráfica de efectos principales para la porosidad

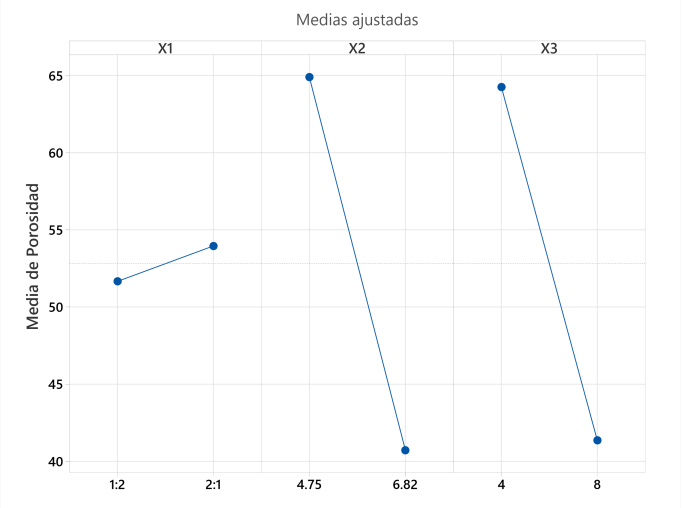
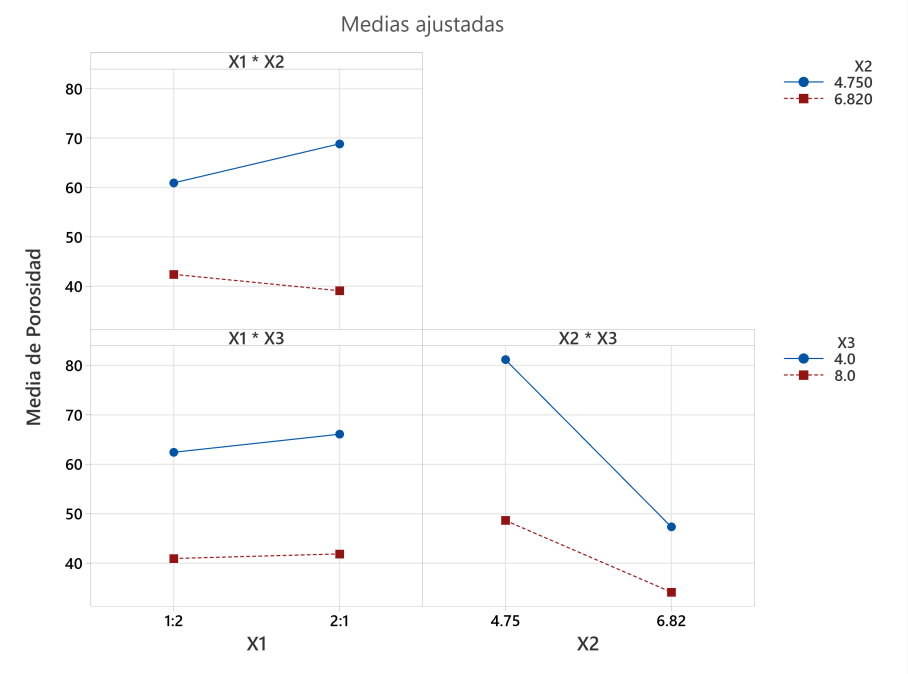


Figura 39

Gráfica de interacciones para la porosidad



Al analizar las interacciones entre las variables, los resultados muestran que la composición de la membrana tienen una influencia significativa en el diámetro promedio poros, de manera que, un aumento en el contenido de CBCA en la membrana produce un aumento en el diámetro de poros para tasas bajas de calentamiento, mientras que a tasas altas de calentamiento el efecto en el diámetro de poros es muy poco significativo. Por su parte, los resultados muestran existe una fuerte interacción entre la composición y el tiempo de sinterizado en cuanto al diámetro promedio de poros, siendo mayor el diámetro promedio a medida que aumenta el contenido de CBCA en la estructura para tiempos bajos de sinterizado, mientras que para tiempos altos de calentamiento, el aumento en el contenido de CBCA en la estructura produce una disminución del diámetro promedio de poros. Por su parte, existe una relación moderada entre la tasa de sinterizado y tiempo de sinterizado en el diámetro de poros, siendo menores los diámetros para tiempos extendidos de calentamiento, pero existe una disminución general con ambos tiempos de sinterizado a medida que la tasa de calentamiento aumenta (Figura 41).

Figura 40
Gráfica de efectos principales para el diámetro de poros

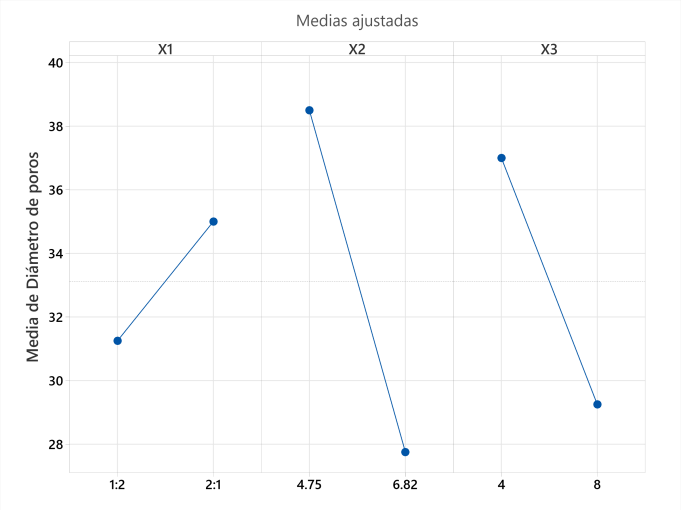
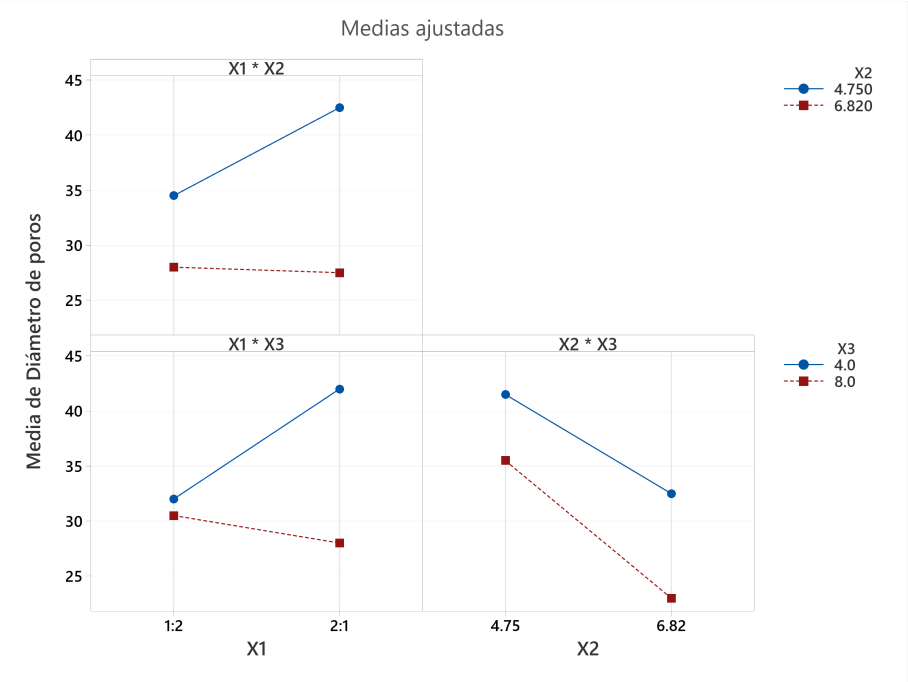


Figura 41

Gráfica de interacciones para el diámetro promedio de poros



Al analizar los efectos principales para la permeabilidad hidráulica (Figura 42), se observa que los valores disminuyen conforme aumenta el contenido de CBCA en la matriz cerámica. Esta tendencia es análoga a la provocada por el incremento en la tasa de calentamiento; no obstante, el impacto de la tasa de calentamiento sobre la estructura porosa es significativamente más dominante que el de la composición química. En contraste, el tiempo de sinterizado presenta un comportamiento opuesto: a medida que el tiempo de permanencia aumenta, la permeabilidad de la membrana se eleva de manera considerable, sugiriendo una estabilización de los canales de flujo.

En cuanto al análisis de interacciones, los resultados indican que la composición tiene una influencia más crítica en tiempos de sinterizado breves, donde un mayor contenido de CBCA reduce drásticamente la permeabilidad. Esta dependencia se desvanece en tiempos prolongados, donde la permeabilidad se mantiene casi constante independientemente de la cantidad de ceniza, lo que indica que el tratamiento térmico extendido mitiga las variaciones composicionales. Asimismo, existe una interacción significativa entre la tasa de calentamiento y el tiempo: la permeabilidad disminuye al aumentar la velocidad de calentamiento en ambos niveles de tiempo, aunque el efecto es más pronunciado en periodos de sinterizado cortos (Figura 43).

Figura 42

Gráfica de efectos principales para la permeabilidad hidráulica

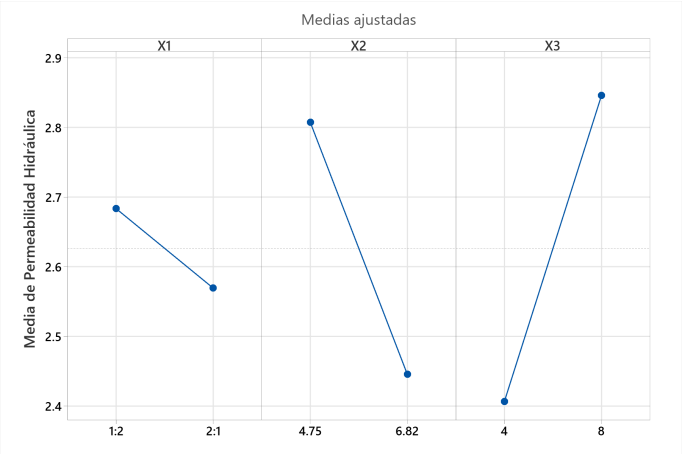
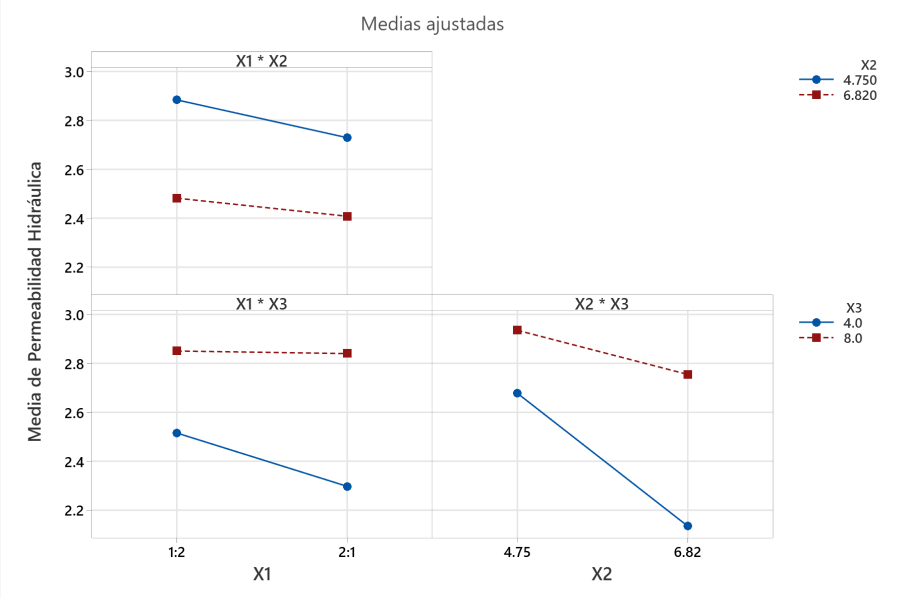


Figura 43

Gráfica de interacciones para la permeabilidad hidráulica



5.3.4. Tendencias de los factores experimentales en las variables respuesta

Mediante el uso de gráficos de contorno, se identificaron las regiones operativas que proyectan los valores máximos y mínimos para cada variable de respuesta. Para facilitar el análisis, se evaluaron las tendencias manteniendo la composición como factor fijo, comparando la mezcla M2 (25 % CBCA) frente a la M4 (75 % CBCA).

5.3.4.1. Porosidad y Diámetro de Poro

Para ambas formulaciones (M2 y M4), los niveles máximos de porosidad se localizan en la región de baja tasa de calentamiento y tiempos mínimos de sinterizado (Figuras 44 y 45), condiciones que minimizan la densificación excesiva del material.

Respecto al diámetro de poro, el comportamiento varía según la mezcla, siendo para las membrana de tipo M2 cuyos diámetros menores se obtienen con tasas de calentamiento elevadas y tiempos prolongados. Mientras que con membranas de tipo M4 la región de mínimos se desplaza hacia tasas bajas de calentamiento combinadas con tiempos de permanencia altos.

Figura 44
Gráfico de contorno para porosidad (M2)

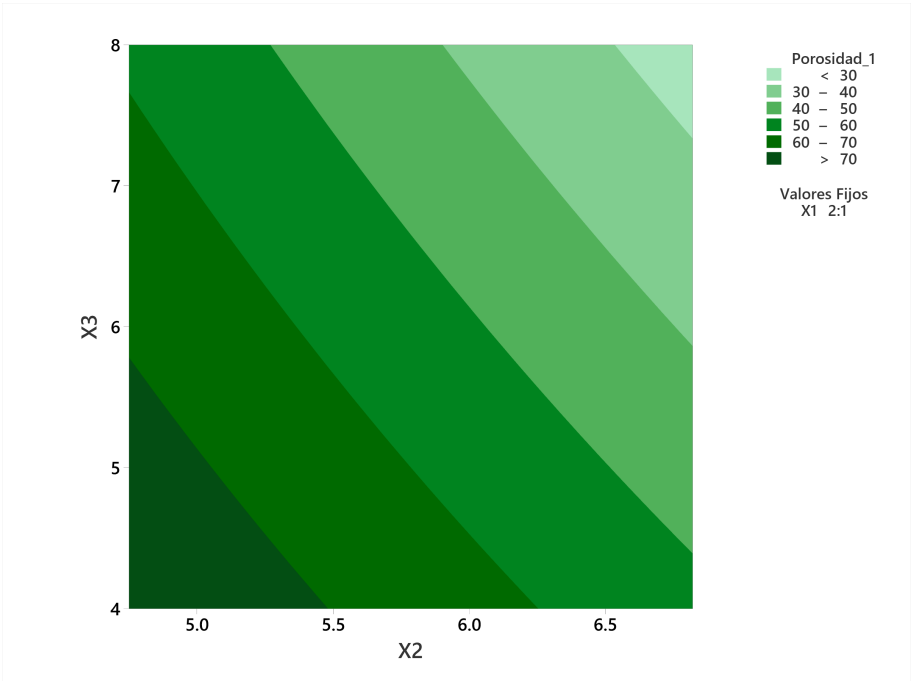


Figura 45

Gráfico de contorno para porosidad (M4)

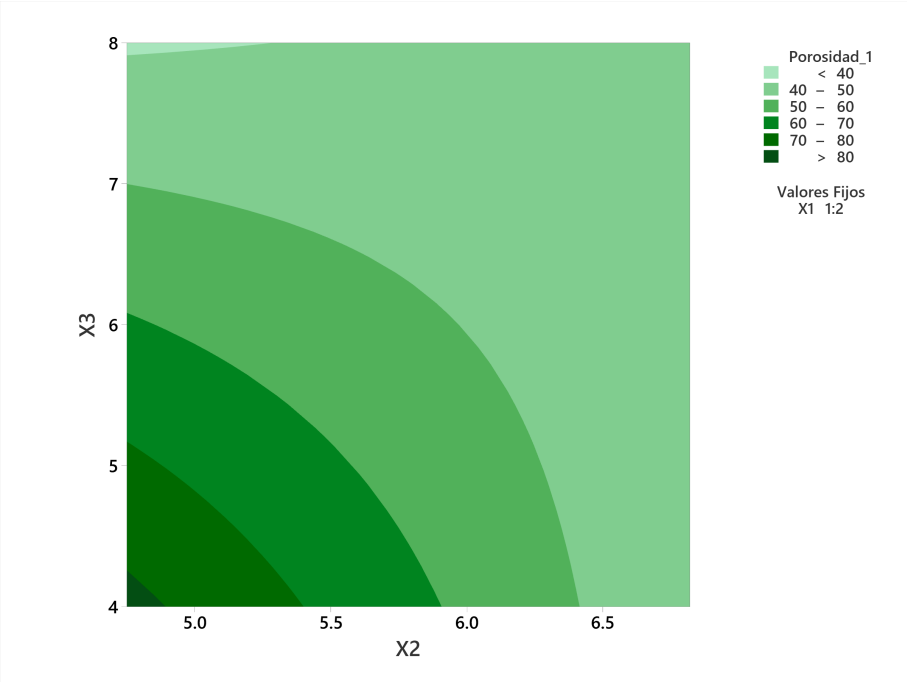


Figura 46

Gráfico de contorno para diámetro promedio de poros(M2)

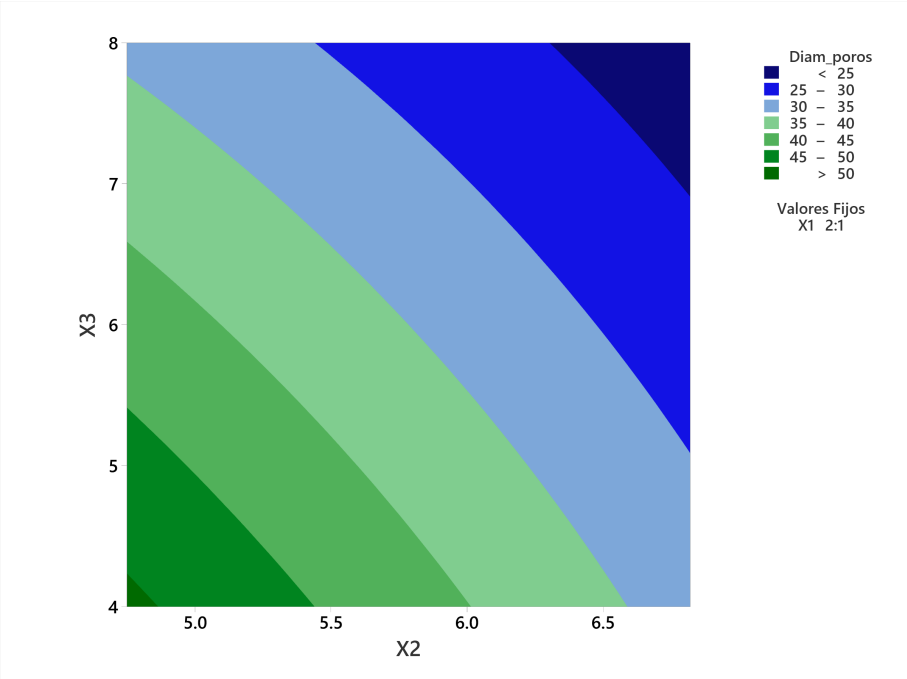
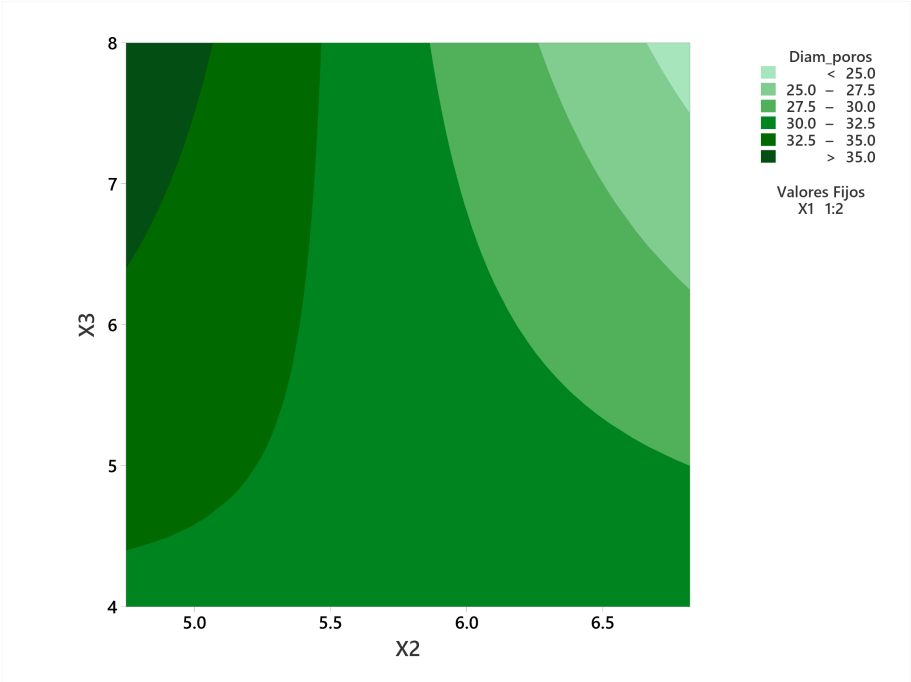


Figura 47
Gráfico de contorno para diámetro promedio de poros(M4)



5.3.4.2. Permeabilidad Hidráulica

Los gráficos de contorno para la permeabilidad revelan ventanas de operación específicas. Para las membranas de tipo M2, los valores máximos se proyectan bajo tasas de calentamiento entre 6.5 y 6.8 °C/min con tiempos de sinterizado en el límite superior (7.7 a 8 horas). Es notable que, a tasas mayores de 6.7 °C/min, la permeabilidad se vuelve menos sensible al tiempo. Por su parte, para las membranas de tipo M4 la región de máxima permeabilidad se restringe a condiciones de mínima tasa de calentamiento (4.75 a 5 °C/min) y tiempos máximos de sinterizado (Figura 49).

Figura 48

Gráfico de contorno para permeabilidad hidráulica(M2)

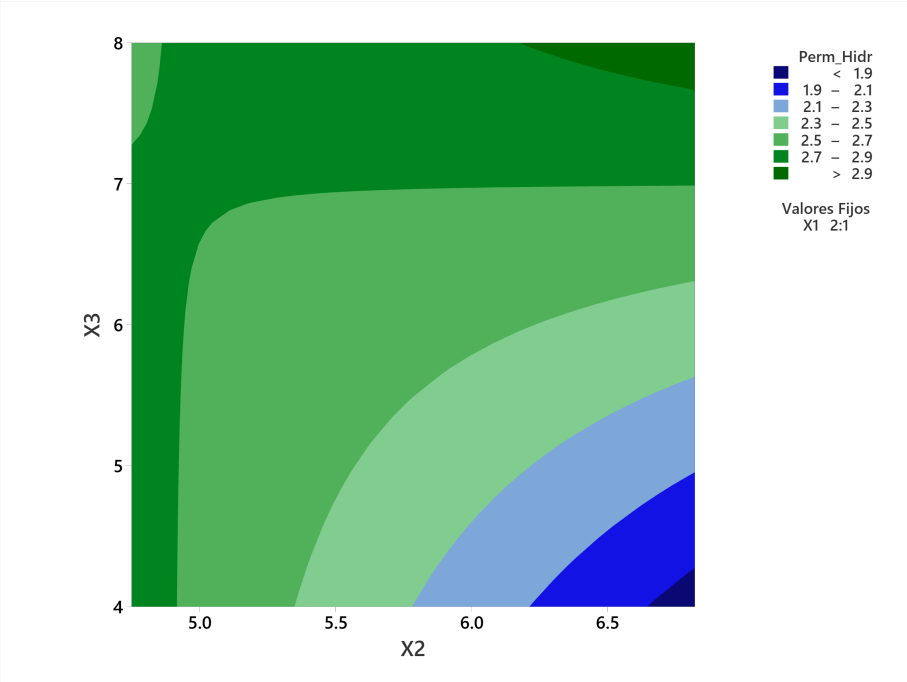
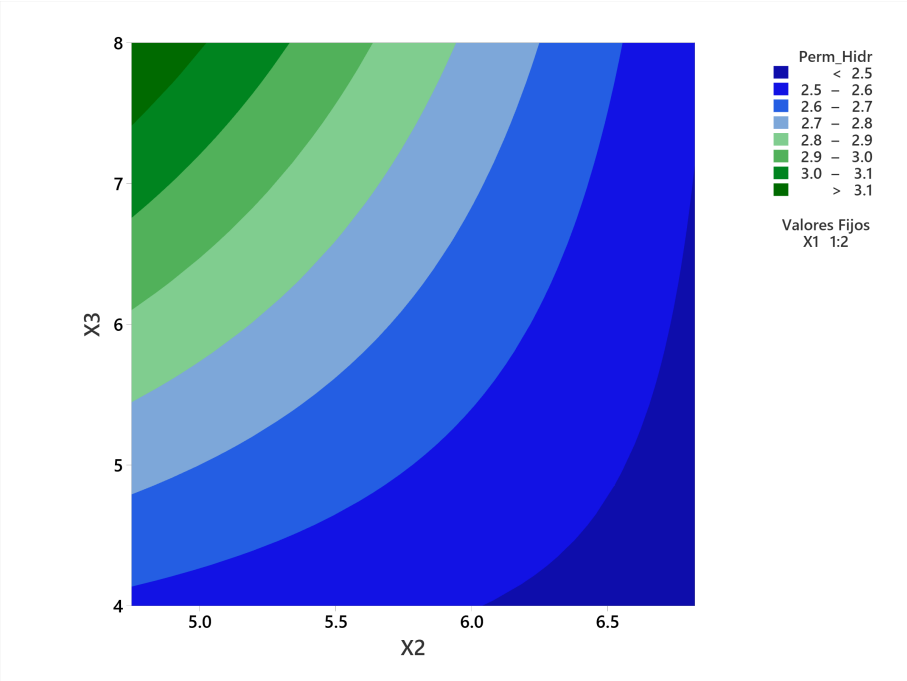


Figura 49

Gráfico de contorno para permeabilidad hidráulica(M4)



5.3.5. Optimización de variables

La optimización de las variables de sinterizado fue realizada para conocer de forma preliminar y basados en los resultados experimentales, las condiciones que permitirían producir una membrana final sinterizada con altos valores de porosidad y permeabilidad hidráulica, y menores diámetros de poros.

Para la optimización de la respuesta, primeramente se utilizaron las ecuaciones 5.1 a 5.3, que resultaron de la regresión factorial de cada variable respuesta.

$$Porosidad = 235.7 + 16.9X1 - 25.7X2 - 19.2X3 - 2.71X1X2 + 2.34X2X3 \quad (5.1)$$

$$DiametroPoros = 74.8 + 23.1X1 - 5.19X2 - 1.937X3 - 2.05X1X2 + 1.562X1X3 \quad (5.2)$$

$$Permeabilidad = 2.6264 - 0.0571X_1 - 0.1809X_2 + 0.2199X_3 + 0.0519X_1X_3 + 0.0906X_2X_3 + 0.2281X_1X_2X_3 \quad (5.3)$$

Se utilizó como predictor categórico la composición (X1) y como predictores continuos, la tasa de calentamiento (X2) y tiempo de sinterizado (X3), siendo limitados por los rangos evaluados experimentalmente como se muestra en la figura 50.

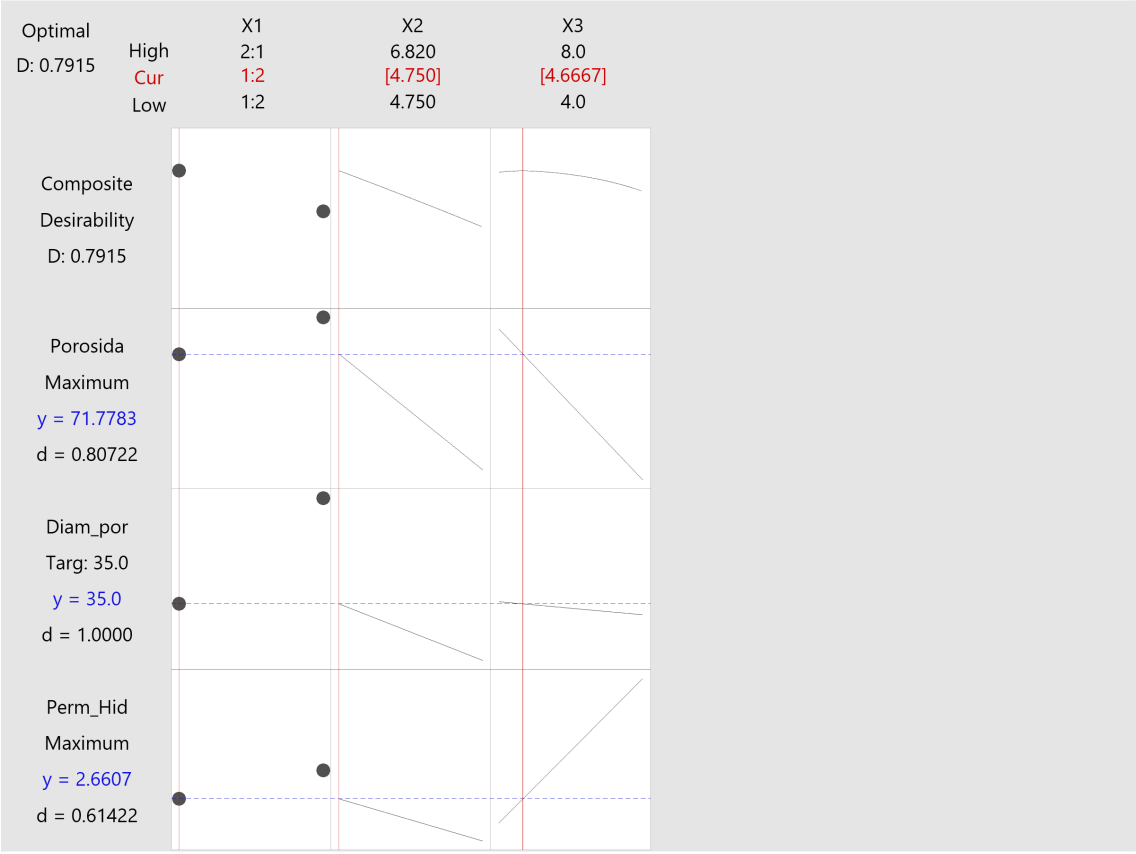
De esta manera, las condiciones óptimas obtenidas se resumen en la tabla 17, donde el mayor porcentaje de deseabilidad compuesta fue del **79 %** obtenida con una membrana de tipo M4 (1:2), con una tasa baja de calentamiento (4.75 ℃/min) y bajo tiempo de sinterizado (4.66 horas).

Tabla 17
Resumen de optimización

X1	1:2	Ajuste de Porosidad	71.7783
X2	4.75	Ajuste de Diametro de Poros	35
X3	4.66	Ajuste de Permeabilidad Hidraulica	2.66071
		Deseabilidad Compuesta	0.791477

Figura 50

Resumen de optimización de variables



5.4. Caracterización de la membranas conformadas

5.4.1. Pruebas de Microfiltración

En las figuras 51 a 58 se muestran los resultados de los ensayos de PWF realizados para la determinación del flux de cada membrana.

Figura 51
Prueba de microfiltración para membrana Z029

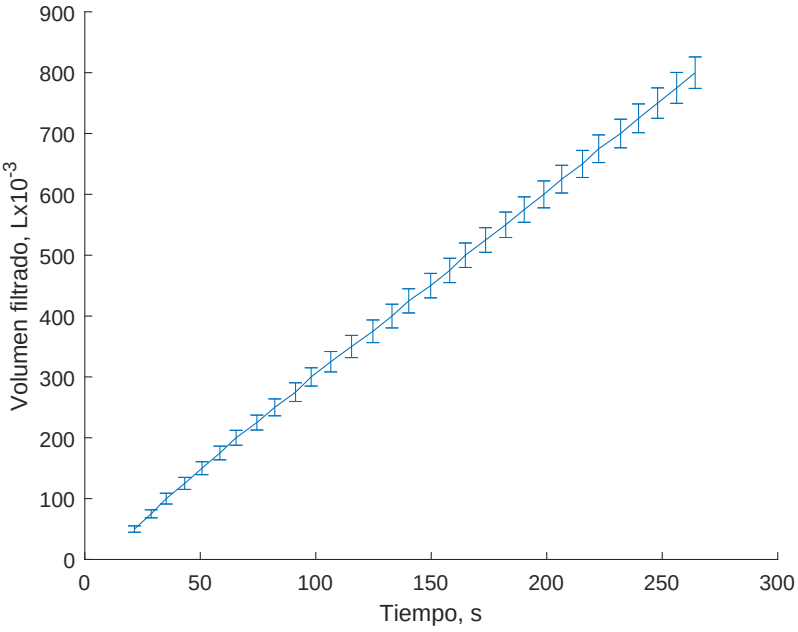


Figura 52
Prueba de microfiltración para membrana Z038

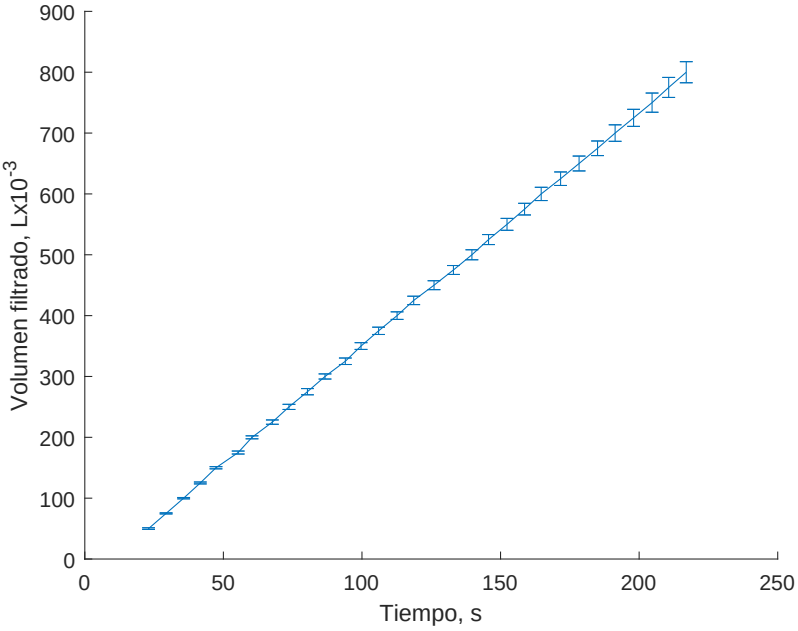


Figura 53

Prueba de microfiltración para membrana Z039

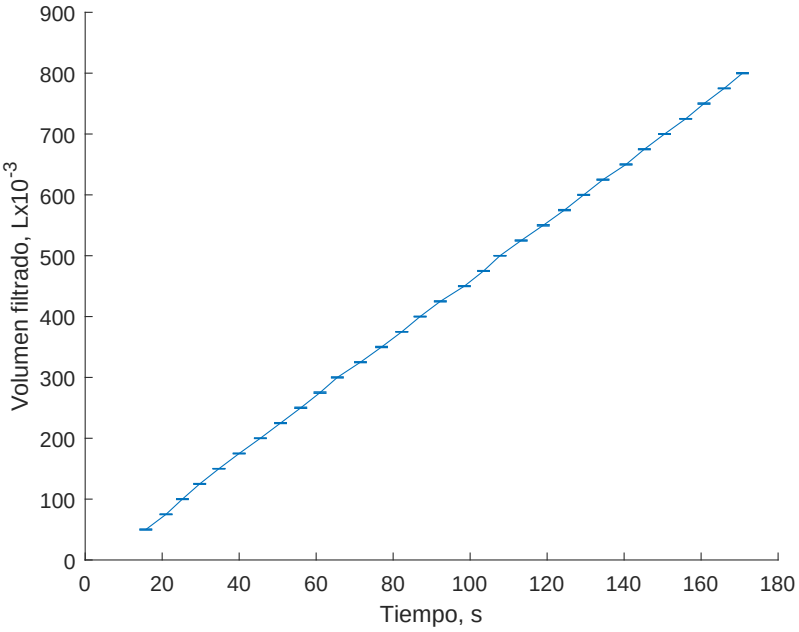


Figura 54

Prueba de microfiltración para membrana Z041

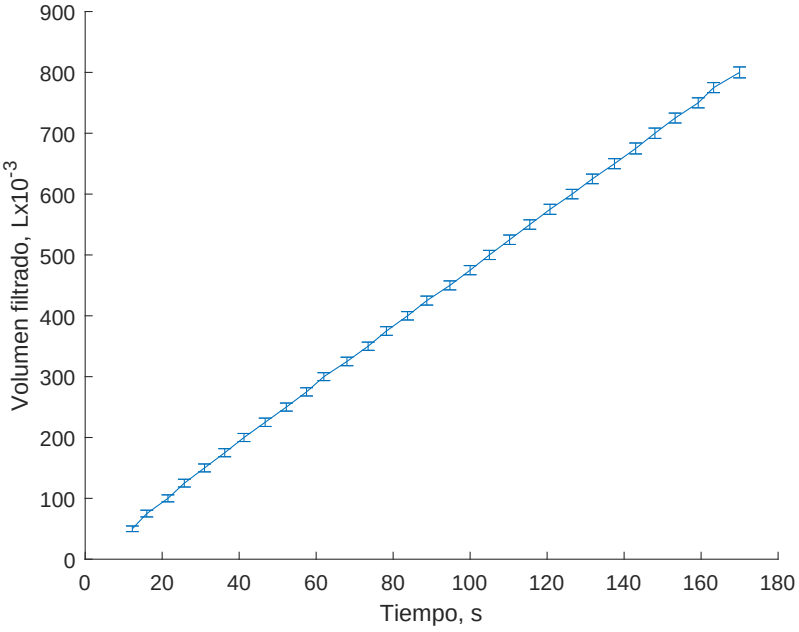


Figura 55

Prueba de microfiltración para membrana Z042

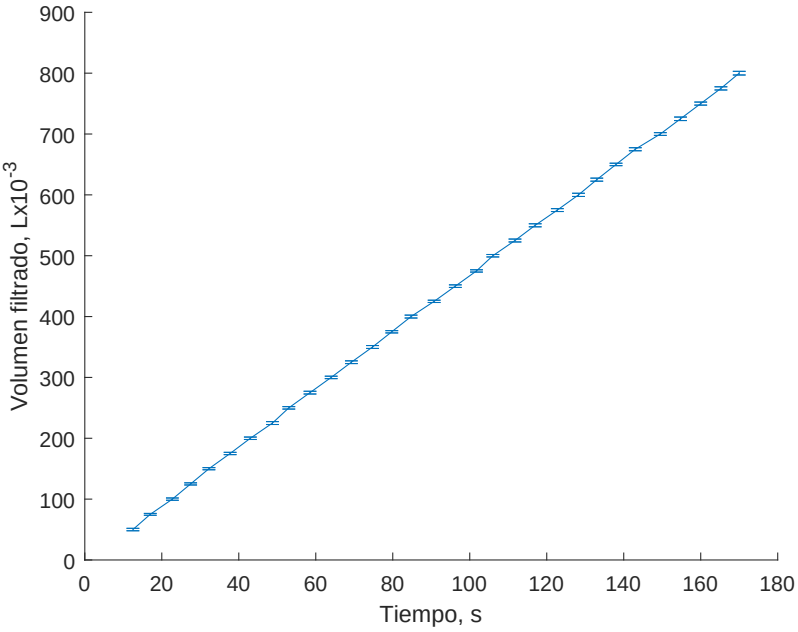


Figura 56

Prueba de microfiltración para membrana Z045

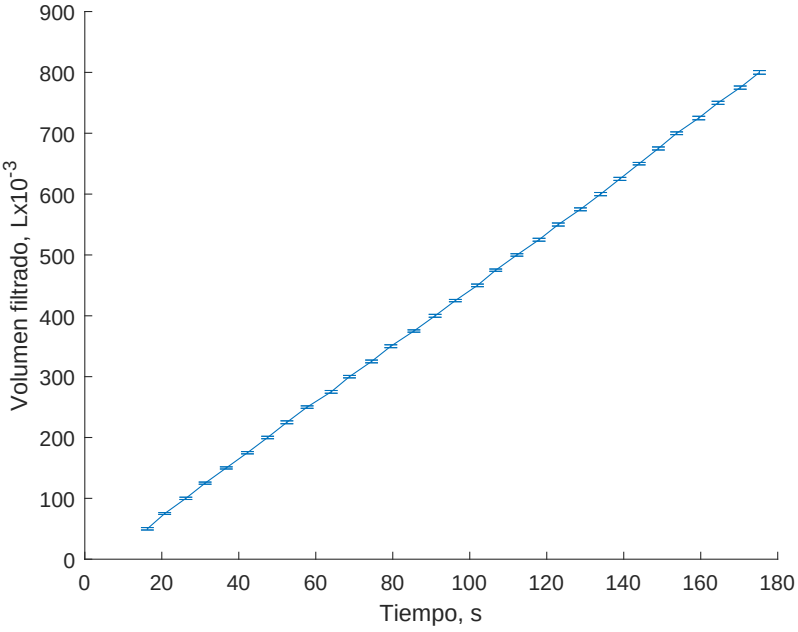


Figura 57

Prueba de microfiltración para membrana Z048

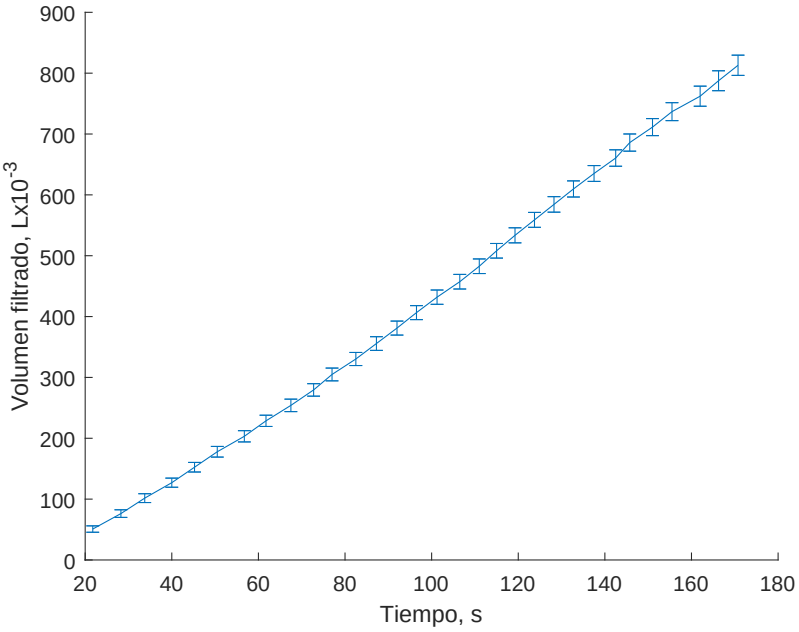
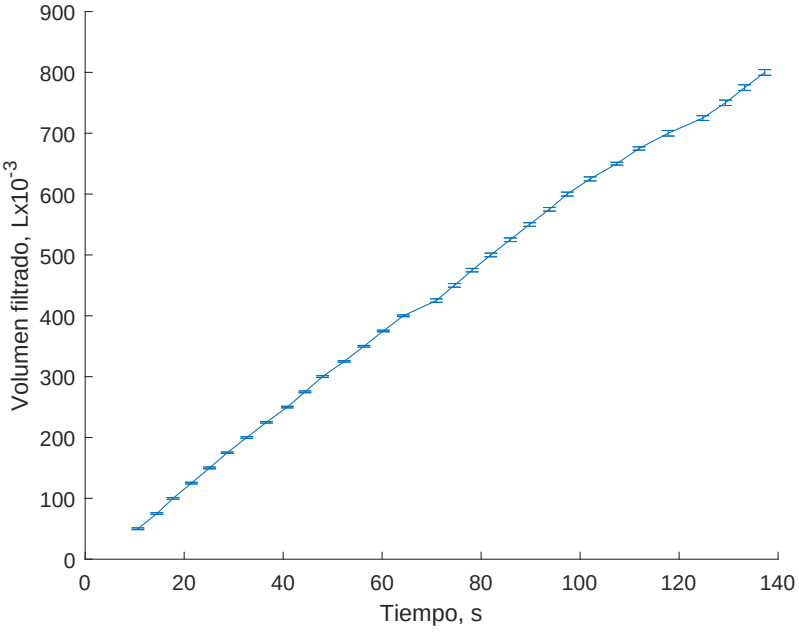


Figura 58

Prueba de microfiltración para membrana Z050



El flux de agua pura de la membrana fue obtenido mediante la ecuación 3.8, adaptado de Purkait y Singh (2018). Donde Fw representa el flux de agua pura, Q es el volumen total de permeado, A es el área total efectiva y Δt es el tiempo de permeado.

Tabla 18
Resumen de las propiedades de las membranas evaluadas

Código	Tipo	T. de cal., ℃/min	T. de sint., horas	A($x10^{-3}$), m^2	FW, L/h	PWF($x10^3$), $L/(m^2 \times h)$
Z029	M2	6.82	4	6.039	10.982	1.818
Z038	M4	4.75	4	5.365	13.840	2.579
Z039	M2	4.75	4	6.202	17.222	2.777
Z041	M4	6.82	8	6.762	16.990	2.513
Z042	M2	4.75	8	6.340	17.014	2.683
Z045	M4	6.82	4	6.868	16.845	2.452
Z048	M2	6.82	8	6.281	18.841	**2.999**
Z050	M4	4.75	8	6.671	21.279	**3.190**

Los valores de caudal o flux de agua (FW) fueron obtenidos a partir de la pendiente de cada curva generada para el ensayo de Flux de Agua Pura (PWF) y un resumen todos los valores calculados se muestran en la tabla 18. Los mayores valores de PWF o permeabilidad hidráulica, para las membranas de tipo M2 se obtienen con condiciones de alta tasa de calentamiento y alto tiempo de sinterizado, no así para las membranas de tipo M4, en las que los altos tiempos de sinterizado pero con baja tasa de calentamiento permite el sinterizado de membranas con altos valores de permeabilidad hidráulica.

5.4.2. Pruebas de rechazo de partículas (PRT)

Las membranas seleccionadas para las pruebas de rechazo de partículas fueron las de tipo M2 y M4, obtenidas con una tasa de calentamiento y un tiempo de sinterizado alto, lo cual, de acuerdo con los resultados de la sección anterior, genera condiciones de sinterizado en las cuales se obtienen membranas con los menores diámetros de poros.

Los valores de turbidez y color para las soluciones de agua y CBCA se muestran en la tabla 19. Estos valores aumentan a medida que el tamaño de partículas disueltas disminuye, ya que los rangos mayores tienden a sedimentar mientras que los rangos menores tienden a dispersarse en el agua creando fracciones disueltas no sedimentables, lo que contribuye al aumento de turbidez y color.

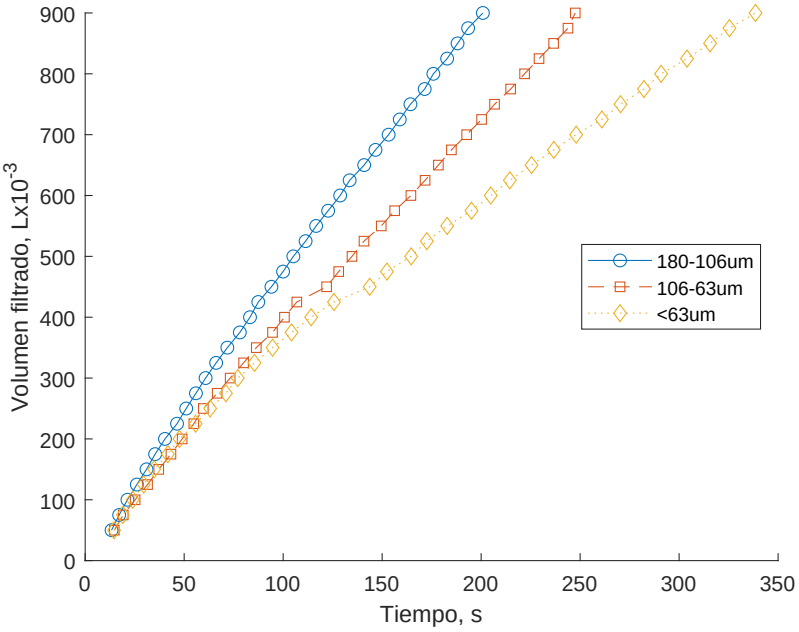
Tabla 19
Características del agua previo al filtrado

Parámetros	Tamaño de partículas		
	180 – 106 μm	106 – 63 μm	$<$63 μm
Turbidez (NTU)	133	346	615
Color (pt-co)	72	235	1075

Los resultados sugieren que existe una mayor disminución del caudal permeado a medida que se realiza la filtración de partículas de menor tamaño, lo que sugiere un ensuciamiento (fouling) que podría ser causado por la introducción de partículas de CB-CA en la microestructura porosa de la membrana. No así para los mayores tamaños de partículas, los cuales no afectan de forma significativa el caudal de permeado, por lo que el mecanismo de ensuciamiento es mayormente explicado por la formación de una torta de baja densidad en la superficie de la membrana.

En cuanto a la composición de la membrana utilizada para las pruebas PRT, la membrana de tipo M2 compuesta en gran parte por pumicita, presenta una diferencia marcada para la disminución del caudal en función del tamaño de partícula que contenía la alimentación (figura 59). Por su parte, para la membrana de tipo M4, la diferencia fue menos marcada, sin embargo se puede identificar que hay una mayor disminución del caudal permeado a medida que el tamaño de partículas es menor en la alimentación (figura 60).

Figura 59
Prueba de rechazo de partículas para membrana de tipo M2



Los resultados en términos de porcentajes de remoción para los valores de turbidez, con ambos tipos de membranas se muestran en la figura 61. En este gráfico se muestra que los valores de remoción para este parámetro se encuentran entre 99.84 % y 99.97 %. para la membrana de tipo M2, mientras que en la figura 60 se muestran los resultados para la membrana de tipo M4.

Figura 60

Prueba de rechazo de partículas para membrana de tipo M4

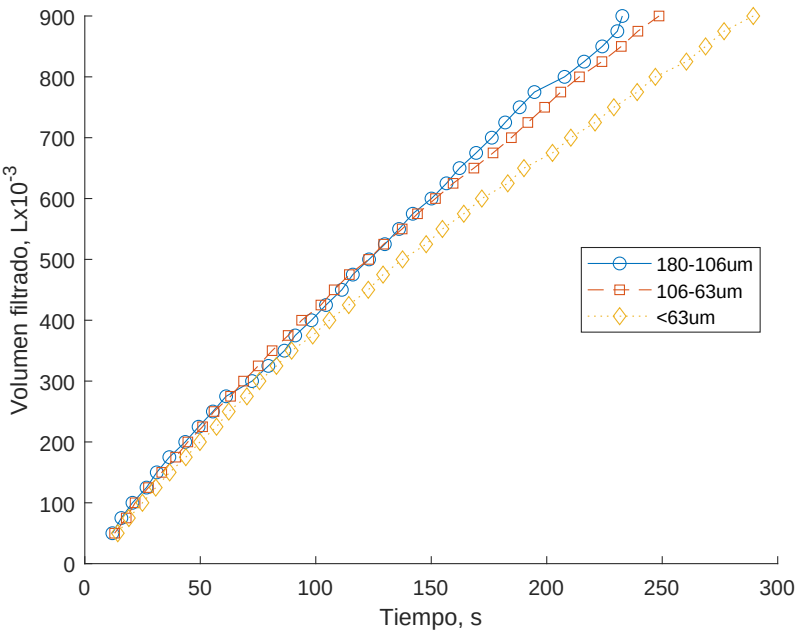


Figura 61

Porcentajes de rechazo en términos de turbidez

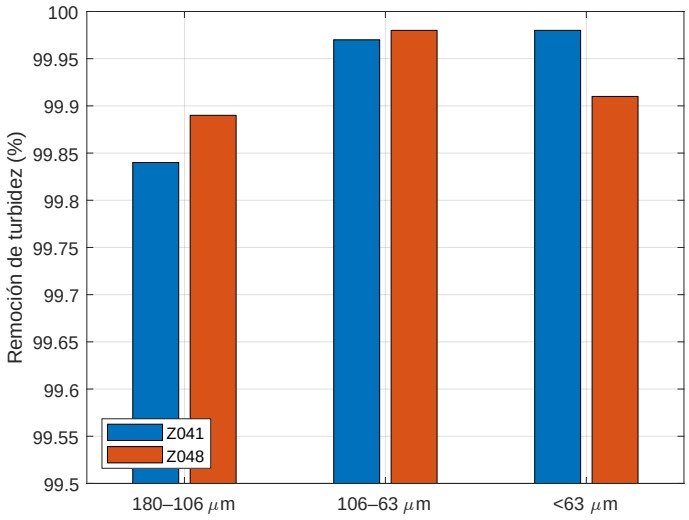
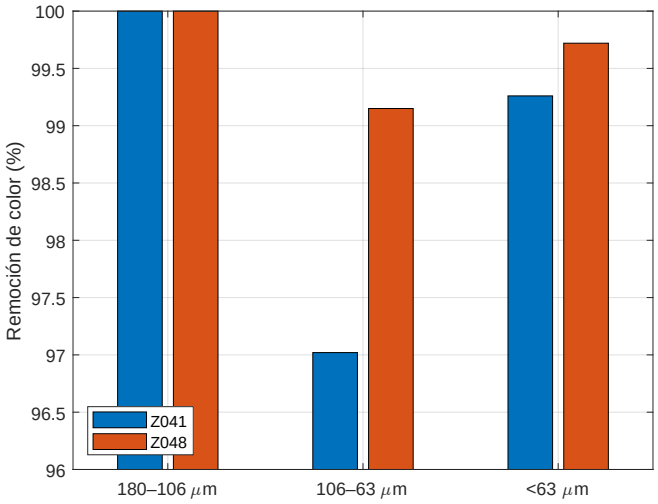


Figura 62
Porcentajes de rechazo en términos de color



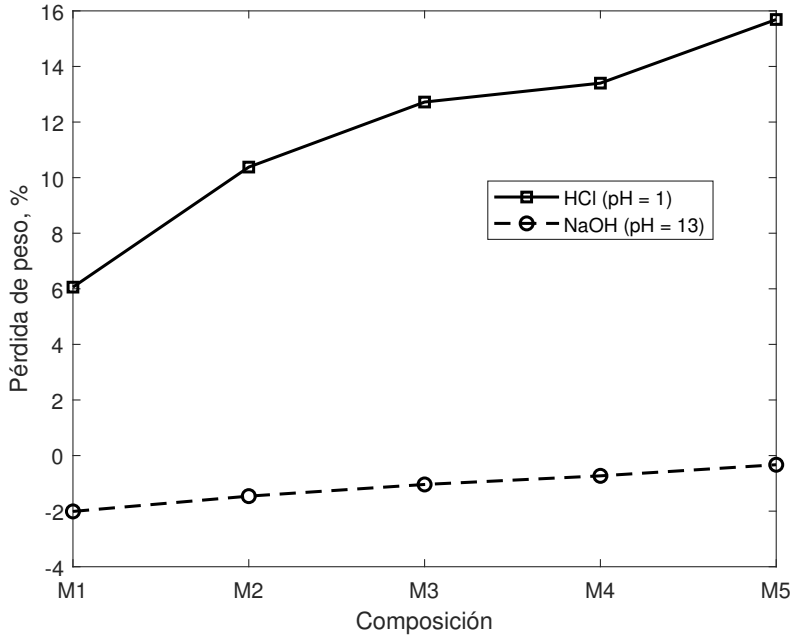
5.4.3. Estabilidad quimica de las membranas

La Figura 63 muestra la pérdida de peso en las membranas al ser sometidas a soluciones ácidas (HCl pH = 1) y básicas (NaOH, pH = 13). De manera general, a medida que la fracción de CBCA aumenta en la estructura de la membrana, en inmersión en soluciones ácidas hay un aumento en la actividad química, por lo que la introducción de CBCA en la composición de las membranas las hace más susceptibles al ataque ácido. Este comportamiento puede explicarse porque la CBCA contiene fases lábiles como carbonatos de calcio y sales alcalinas (K, Na), así como fracciones amorfas de sílice, que tienden a disolverse en medio fuertemente ácido, generando una mayor pérdida de masa.

Por otro lado, la tendencia es opuesta en soluciones alcalinas: a medida que las fracciones de CBCA aumentan en la composición de las membranas, la ganancia de peso o actividad química disminuye, por lo que existe menos deposición en las membranas con mayores fracciones de CBCA en su estructura. Esto podría estar asociado a la formación de capas superficiales de geles o hidróxidos de silicato que precipitan en las superficies ricas en pumita, mientras que en membranas con mayor contenido de CBCA el equilibrio entre disolución y reprecipitación es más limitado, reduciendo así la ganancia neta de masa.

En comparación con las membranas obtenidas por Rawat y Bulasara (2018) a partir de caolín y ceniza volante, las membranas conformadas a base de Pumicita/CBCA si poseen una fuerte actividad química en medios ácidos y baja en medios alcalinos. Por lo que, las membranas M1 y M2 son recomendadas para la microfiltración de soluciones ácidas y las de tipo M4 y M5 para la microfiltración de soluciones alcalinas.

Figura 63
Resultados de pruebas de estabilidad quimica



5.5. Evaluación de la eficiencia de separación y comparación con diferentes tipos de agua

Para la permeación de agua con As(V) se tomaron muestras de dos puntos aledaños a la Laguna de Apoyo, a como se mencionó en la sección 4.1.6.3. En la tabla 20 se muestran las características fisicoquímicas de las muestras tomadas de la laguna.

Tabla 20
Características fisicoquímicas de las muestras de la laguna

Parámetro	Fuentes muestreadas	
	P1	P2
pH	6.40	6.72
Conductividad, $\mu S/cm$	527	628
Sólidos Totales Disueltos, mg/L	352.6	378.9
Dureza Total, mg/L	198.35	201.7
Dureza Cálcica, mg/L	155.20	147.8
Calcio, mg/L	62.2	58.3
Magnesio, mg/L	10.49	9.4
Nitratos, mg/L	0.285	0.273
Nitritos, mg/L	0.003	0.003
Arsénico, mg/L	0.025	0.035

En la figura 64 se muestra el desempeño de la membrana para la remoción de As(V), usando quitosano como un biofloculante. En este gráfico los puntos P1 y P2 representan los puntos muestreados, PER1 y PER2 representan las concentraciones de

As para el permeado de los puntos 1 y 2 respectivamente, los subíndices AS y AC representan el tipo de muestra (AS para Agua Sintética y AC para Agua Cruda), y por último se presenta el tipo de membrana utilizada (M2 y M4). Los porcentajes de remoción alcanzados se presentan en la tabla 21.

De acuerdo con los resultados presentados, el mayor porcentaje de remoción alcanzado fue de 18.80 % para la membrana de tipo M2 y de 16.10 % para la membrana de tipo M4. Sin embargo, los valores de remoción tienen un comportamiento similar, independiente al tipo de membrana utilizada, lo que sugiere que las diferencias en términos de estructura química de la membrana no tiene un impacto significativo en el porcentaje de remoción. Esto se debe a que el sistema depende fuertemente de la tasa de captura del ión As(V) en el medio adsorbente o floculante, más que de las diferencias hidráulicas-mecánicas que puedan ofrecer estas membranas.

Por su parte, una tendencia similar se presenta con respecto al tipo de agua utilizada, siendo ligeramente mayor el porcentaje alcanzado para muestras de agua cruda, en comparación con las muestras de agua sintética preparadas en el laboratorio.

La baja eficiencia en la remoción de As(V) observada (entre 16.10 % y 18.80 %) responde principalmente a la disparidad entre el mecanismo de exclusión física de la membrana y la naturaleza del contaminante. Al tratarse de membranas de microfiltración con poros en la escala micrométrica, el tamizado mecánico resulta insuficiente para retener especies iónicas de arseniato, cuyos radios hidratados se encuentran en la escala de ångströms (Å). Si bien se empleó quitosano como biofloculante para promover la formación de agregados de mayor tamaño, los resultados sugieren que el pH del agua de la Laguna de Apoyo no favoreció la protonación completa de los grupos amino del polímero, limitando la atracción electrostática del As(V). Asimismo, el incremento en el diámetro de poro inducido por la ceniza de bagazo pudo facilitar el paso de micro-flóculos inestables a través de la matriz cerámica. Este comportamiento confirma que, para alcanzar niveles de potabilidad, la membrana debe actuar no como una barrera absoluta, sino como un soporte para procesos de adsorción química o funcionalización con óxidos metálicos que posean afinidad específica por el arsénico.

Figura 64
Resultados de remoción de As(V)

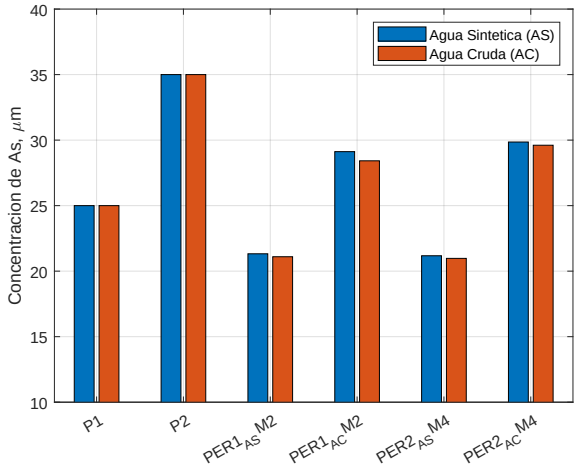


Tabla 21
Porcentajes de remoción alcanzados

Código	Porcentaje removido, %			
	$PER1_{AS}$	$PER1_{AC}$	$PER2_{AS}$	$PER2_{AC}$
M2	14.70	15.60	16.80	**18.80**
M4	15.30	**16.10**	14.70	15.40

5.6. Discusión de resultados

5.6.1. Caracterización granulométrica y proceso de conformación cerámica

Las diferencias de fracción másica aprovechable entre los polvos precursores es debido a su naturaleza granulométrica. Por una parte, la pumicita al ser una roca porosa volcánica presenta partículas angulares pero altamente versiculares (llenas de poros abiertos). Por su parte la CBCA es de morfología mixta, presentando desde partículas esféricas hasta estructuras aciculares (agujas que vienen del tejido vegetal) y fragmentos celulares de la caña.

Por esta diferencia de sus naturalezas granulométricas, la fracción másica aprovechable para la pumicita suele aumentar mayormente tras una etapa de lavado, secado y molienda breve. No obstante, para la CBCA es requerido de una molienda constante y con tiempos más prolongados por la variedad de partículas que contiene la ceniza (entre ellas albita y cristobalita de acuerdo con Gaitán y Tórrez (2013)), para aumentar su fracción aprovechable del 62.63 % a un 90 % como es el caso de la pumicita.

La capa vítrea observada en la membrana puede deberse al transporte del metasilicato de sodio y ácido bórico hacia la superficie de la membrana a través de la difusión interna de humedad hacia la superficie. De esta manera, al llegar a la temperatura de sinterización 800 °C, estos materiales fundentes se concentran en las caras superiores e inferiores de la membrana precursora. A su vez, el color verde es podría ser un indicativo de la presencia de óxidos de hierro (Fe_2O_3) provenientes de la ceniza de caña al interactuar con el sodio del silicato.

Además, la capa de vitrificación es removida en el proceso de abración mecánica (pulido) para la obtención de la membrana final. Sin embargo, al ser sometida la membrana final a un proceso de re sinterización a 900 °C por 4 horas, la estructura de la cara superior e inferior se mantuvieron similares, a diferencia de los bordes que siguieron presentando un efecto de vitrificación activo durante el tiempo de sinterizado. Esto confirma que los materiales fundentes como son el silicato de sodio y ácido bórico fueron transportados hacia la superficie de la membrana, dejando el núcleo sin materiales fundentes para el cierre de poros y modificación de la estructura cristalina.

5.6.2. Cinética de la porosidad

La tendencia observada es consistente con lo planteado por Chu et al. (1991), quien postula que la densificación de cerámicas presenta una dependencia no lineal con la tasa de calentamiento. Una tasa elevada puede limitar la difusión superficial en favor de mecanismos que no contribuyen a la contracción, manteniendo una porosidad abierta mayor a la esperada en procesos de calentamiento lento.

5.6.3. Evolución microestructural del poro

La evolución del diámetro de poro responde a los mecanismos de transporte de masa (difusión superficial y de borde de grano) descritos por Gitis y Rothenberg (2016). El incremento de la energía térmica (tiempo y temperatura) promueve el crecimiento del çuello.entre partículas. Los resultados confirman que el diámetro final no es solo una función del espacio ocupado inicialmente por la CBCA, sino de la reorganización microestructural inducida térmicamente.

5.6.4. Efecto de las variables de sinterizado en la permeabilidad hidráulica

La variación en la permeabilidad hidráulica mostró una tendencia consistente con los cambios en el diámetro promedio de poro. Gitis (2016) indica que para un fluido laminar a través membranas cerámicas porosas, la permeabilidad depende fuertemente del diámetro de poros, porosidad y turtuosidad y puede ser descrito por modelos derivados de la ecuación de Kozeny-Carman (Gitis & Rothenberg, 2016, p 62). En concordancia con este planteamiento, las condiciones de sinterizado que promovieron mayores diámetros efectivos de poro favorecieron un incremento en la permeabilidad hidráulica. El análisis estadístico confirmó diferencias significativas entre tratamientos ($p < 0{,}05$), lo que evidencia la relación directa entre la modificación microestructural inducida térmicamente y el desempeño hidráulico del material.

5.6.5. Optimización de variables de sinterizado

La combinación de factores obtenidos a partir de la optimización de variables podría permitir producir una membrana cerámica con un porcentaje máximo de porosidad del 71.77 %, un tamaño mínimo de poros de 35 μm y un valor máximo de permeabilidad hidráulica de 2.66 $L/(m^2 \times h)$. Sin embargo, uno de los mayores 'cuellos de botella' es la permeabilidad hidráulica ya que, a como se pudo observar en el análisis de efectos principales e interacciones, esta variable respuesta depende de una combinación conjunta de las tres variables de sinterizado, por lo que su porcentaje de deseabilidad es bajo, a pesar de que las demás variables tengan valores de deseabilidad cercanos a 1. Esto demuestra que es necesario de un estudio centrado en la microestructura de la membrana, la variación y formación de fases, para el control riguroso de la producción de membranas con altos valores de permeabilidad hidráulica.

5.6.6. Remoción de arsénico

Los resultados obtenidos en las pruebas de remoción de arsénico (V) mediante el sistema de microfiltración con membranas cerámicas de pumicita y CBCA mostraron eficiencias de rechazo situadas entre el 14.70 % y el 18.80 %. Si bien se logró una reducción de la concentración inicial, estos valores son inferiores a los reportados en estudios que utilizan sistemas híbridos de quitosano y membranas, donde las remociones suelen superar el 80 % (Boddu et al., 2008). Esta diferencia en el desempeño puede discutirse bajo tres ejes fundamentales:

En primer lugar debido a la naturaleza del Biopolímero. Aunque se incorporó quitosano en el estudio, este fue obtenido de fuentes experimentales previas, disponible en el laboratorio de Ambiente y no de grado reactivo estandarizado. La capacidad de remoción del quitosano depende críticamente de su grado de desacetilación (GD) y peso molecular; un GD bajo reduce la disponibilidad de grupos amino ($-NH_2$) cargados positivamente, los cuales son los responsables de atraer electrostáticamente a las especies aniónicas de $As(V)$ como el $H_2AsO_4^-$.

En segundo lugar, debido al mecanismo de separación. El diámetro de poros promedio de las membranas desarrolladas se sitúa en el rango de la microfiltración. Dado que los iones de arsénico son significativamente más pequeños que estos poros, la remoción observada no se debe principalmente al tamizado físico, sino a fenómenos de adsorción superficial en la matriz de la membrana y la interacción con el biopolímero residual. Sin una optimización de la carga superficial de la membrana, el paso de los iones a través de los canales de flujo es más probable.

Por último, es debido a la incertidumbre analítica. Es crucial señalar que los análisis se realizaron mediante el método colorimétrico del azul de molibdeno. Este método, aunque sensible, presenta limitaciones de precisión debido a posibles interferencias por fosfatos o contaminación en la cristalería, lo que podría haber resultado en una subestimación de la eficiencia real de remoción. Para futuras investigaciones, se recomienda validar estos porcentajes mediante técnicas de mayor especificidad como la Espectroscopía de Absorción Atómica (AAS) o ICP-MS.

VI. Conclusiones

La presente investigación permitió el desarrollo y evaluación técnica de membranas cerámicas compuestas de pumicita y ceniza de bagazo de caña de azúcar (CBCA). En primer lugar, se determinó que el control de la granulometría de los polvos precursores, asegurando partículas menores a 300 µm, es el factor fundamental para garantizar la repetibilidad en la etapa de conformado. Asimismo, se estableció que un contenido de humedad en la pasta de entre el 76 % y 90 % en peso, sumado a un protocolo de secado térmico escalonado de 40-60 °C y 150 °C, elimina la aparición de fracturas críticas, asegurando la integridad estructural necesaria para su posterior sinterización y uso operativo.

En relación con el proceso de sinterizado, la evaluación estadística mediante el análisis de varianza (ANOVA) demostró que las características finales de la membrana dependen fuertemente de la cinética térmica aplicada. Se concluye que la tasa de calentamiento es la variable con mayor influencia sobre la porosidad total, mientras que el diámetro de poro responde a una interacción compleja entre la concentración de CBCA y el tiempo de sinterizado a la temperatura evaluada (800 °C). De esta manera se puede afirmar que las propiedades de transporte de la membrana pueden ajustarse mediante el control del perfil o esquema de calentamiento ('*Heating Schedule*') para adaptarse a necesidades específicas de flujo interno o cinética de las partículas durante el sinterizado.

Respecto a la caracterización de la membrana, se comprobó que estas poseen una estabilidad química sobresaliente en medios alcalinos, con variaciones de masa inferiores al 2 %, aunque muestran una reactividad moderada en medios ácidos vinculada a la fracción de CBCA en la matriz. Las pruebas operativas confirmaron la eficacia de la membrana en la remoción de partículas del rango de 63 μm hasta 180 μm sin comprometer la calidad del permeado, logrando una remoción de turbidez y color significativa que valida su morfología de poros interconectados para aplicaciones de microfiltración bajo condiciones reales de presión.

Finalmente, al evaluar y comparar la remoción de arsénico en matrices de agua sintética y cruda, se determinó que la membrana presenta una limitación intrínseca para la separación directa de As(V) mediante tamizado físico, alcanzando una eficiencia máxima del 18.80 %. Los resultados confirman que la diferencia entre el tamaño de poro (micras) y el radio iónico del contaminante (ångströms) impide una retención mayor por exclusión de tamaño. En consecuencia, se concluye que la tecnología desarrollada cumple su función como soporte y etapa de pretratamiento, pero debe integrarse con mecanismos de adsorción química o funcionalización de superficie para cumplir con el límite de 0.01 mg/L establecido por la norma CAPRE.

VII. Recomendaciones

Debido a que el contenido de agua promovió el arrastre de materiales fundentes es necesario de un proceso de secado lento y controlado, además del uso de un aglutinante orgánico que permita que el metasilicato pueda mantenerse en el sitio.

Además se recomienda el uso de tamices de menor tamaño que 63 micras, que permitan el tamizado de partículas más finas que permitan actuar como polvos químicos entre los granos grandes para mejorar la fuerza de los contactos interconectados resultando en una pieza con mayor fuerza estructural.

Se recomienda el uso de otro método de conformación como es el de prensado uniaxial utilizando menores cantidades de agua para su conformado.

Se recomienda el uso de un durómetro específico para el análisis de piezas cerámicas de menor tamaño para poder determinar la fuerza y resistencia estructural de las membranas conformadas ya que, estas son utilizadas a procesos con fluidos a altas presiones.

A través de la presente investigación fue posible determinar la jerarquización de efectos de las variables de sinterizado en parámetros críticos de una membrana desarrollada de forma experimental, sin embargo, es recomendable realizar mayores investigaciones con el objetivo de optimizar estas variables y definir valores óptimos de conformación, que permitan establecer límites o parámetros para los cuales puedan obtenerse membranas con altos valores de permeabilidad hidráulica, alta porosidad, menores diámetros de poros y mayor resistencia.

A pesar de que los valores de permeabilidad y su dependencia parcial con las variables de sinterizado pudieron ser determinados de forma experimental, algunos autores como Drioli et al. (2019) y Purkait y Singh (2018) mencionan que el flux de una membrana, en procesos de microfiltración, es directamente proporcional, entre otros, a la permeabilidad hidrodinámica o constante de permeabilidad de la membrana, compuesta por factores como la porosidad, turtuosidad y radio poros. Por lo que, un estudio con técnicas especializadas para la determinación de factores como radio y turtuosidad de poros es necesario para un análisis más preciso del flux y microestructura de las membranas conformadas.

En lo que respecta a la aplicación de la membrana, se recomienda realizar estudios de microfiltración con otros fluídos para analizar el comportamiento de la membrana ante fluidos gaseosos o de mayor viscosidad.

Para el análisis de arsénico, se recomienda el empleo de un biopolímero certificado y de un método de absorción atómica para la determinación acertada de concentraciones de arsénico, ya que el uso del método de azul de molibdeno por uv-vis es sensible a interferencias por contaminación por fosfatos, y es menos preciso para concentraciones pequeñas de arsénico.

Bibliografía

Ahuja, S. (2008). *Arsenic contamination of groundwater: Mechanism, Analysis, and Remediation* (A. Satinder, Ed.). Wiley & Sons Inc.

Almandoz, M. C., Marchese, J., Prádanos, P., Palacio, L., & Hernández, A. (2004). Preparation and characterization of non-supported microfiltration membranes from aluminosilicates. *Journal of Membrane Science*, *241*, 95-103. https://doi.org/10.1016/j.memsci.2004.03.045

Arévalo, M. (2005). *Estudio de la remoción de arsénico en columnas empacadas con quitosana* [Tesis doctoral, Universidad Nacional de Ingeniería].

Baillet, D. V.-P., Ortega, J., Marín, E. A., Cerrato, D., & Navarro, J. A. S. (2006). Estudio Hidrogeológico de la Laguna de Apoyo (Nicaragua) y propuestas para su Gestión. *Boletín Geológico y Minero*, *119*, 137-148. www.amictlan.com

Baker, R. W. (2012, septiembre). *Membrane Technology and Applications*. Wiley. https://doi.org/10.1002/9781118359686

Benito, J. M., Conesa, A., & Rodríguez, M. A. (2004). Membranas cerámicas. Tipos, métodos de obtención y caracterización. *Boletin de la Sociedad Espanola de Ceramica y Vidrio*, *43*, 829-842. https://doi.org/10.3989/CYV.2004.V43.I5.410

Berk, Z. (2009). *Food Process Engineering and Technology*. Elsevier. https://doi.org/10.1016/B978-0-12-373660-4.X0001-4

Bhat, A., Hara, T. O., Tian, F., & Singh, B. (2023). Review of analytical techniques for arsenic detection and determination in drinking water. *Environ. Sci.: Adv.*, *2*, 171-195. https://doi.org/10.1039/D2VA00218C

Boddu, V. M., Krishnaiah, K., Abburi, S., & Smith, E. D. (2008). Removal of arsenic (III) and arsenic (V) from aqueous medium using chitosan-coated biosorbent. *Water Research*, *42*(1-2), 633-642. https://doi.org/10.1016/j.watres.2007.08.014

Callister, W., & Rethwisch, D. (2015). *Fundamentals of materials science and engineering: An integrated approach* (1.ª ed., Vol. 1). John Wiley & Sons.

Castillo, R. (2011). *Comportamiento de tecnología Kanchan y SONO Filter para la remoción de arsénico en aguas con concentraciones de 60µg/L a 80µg/L en la comunidad de linda vista del municipio de Santa Rosa del Peñón* [Tesis doctoral, Universidad Nacional de Ingeniería].

Chu, M.-Y. .-., Rahaman, M. N., Jonghe, L. C. D., & Brook, R. J. (1991). Effect of Heating Rate on Sintering and Coarsening. *Journal of the American Ceramic Society*, *74*, 1217-1225. https://doi.org/10.1111/J.1151-2916.1991.TB04090.X

Drioli, E., Giorno, L., & Macedonio, F. (2019). *Membrane engineering*. De Gruyter.

Gaitán, J. R., & Tórrez, B. J. (2013). *Influencia de la ceniza de bagazo de caña de azúcar proveniente del Ingenio Monte Rosa sobre las propiedades fisico-mecánicas y de durabilidad de morteros de cemento tipo GU* [Tesis doctoral, Universidad Nacional de Ingeniería].

García, J., & Ulloa, J. (2020, octubre). *Remoción de arsénico del agua para consumo humano utilizando filtros KANCHAN en la comunidad de Kinuma - La libertad, Chontales* [Tesis doctoral, Universidad Nacional de Ingeniería].

German, R. (2014). Sintering: From Empirical Observations to Scientific Principles. *Sintering: From Empirical Observations to Scientific Principles*, 1-536. https://doi.org/10.1016/C2012-0-00717-X

Gitis, V., & Rothenberg, G. (2016, julio). *Ceramic Membranes: New Opportunities and Practical Applications* (V. Gitis & G. Rothenberg, Eds.). Wiley. https://doi.org/10.1002/9783527696550

Kang, S.-J. L. (2020). What We Should Consider for Full Densification when Sintering. *Materials*, *13*(16), 3578. https://doi.org/10.3390/ma13163578

Lin, T. Y., & Messing, G. L. (1995). Effect of Particle Size Distribution on Sintering of Agglomerate-Free Submicron Alumina Powder Compacts, Part II. En G. L. Messing, R. M. German & F. V. Lenel (Eds.), *Sintering Technology* (pp. 297-302). Marcel Dekker.

Masmoudi, S., Larbot, A., Feki, H. E., & Amar, R. B. (2007). Elaboration and characterisation of apatite based mineral supports for microfiltration and ultrafiltration membranes. *Ceramics International*, *33*, 337-344. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2005.10.001

McCabe, W. (2015). *Operaciones unitarias en Ingeniería Química* (7th). McGraw-Hill Education.

Mendieta, E. (2008). *Estudio de la capacidad de adsorción del carbón activado obtenido a partir de la semilla de nancite* [Tesis doctoral, Universidad Nacional de Ingeniería].

Monash, P., Pugazhenthi, G., & Saravanan, P. (2013). Various fabrication methods of porous ceramic supports for membrane applications. *Reviews in Chemical Engineering*, *29*, 357-383. https://doi.org/10.1515/REVCE-2013-0006/ASSET/GRAPHIC/REVCE-2013-0006_CV3.JPG

Mujumdar, A. S. (2014, julio). Drying of Ceramics. En *Handbook of Industrial Drying* (pp. 747-758). CRC Press. https://doi.org/10.1201/B17208-48/DRYING-CERAMICS-ARUN-MUJUMDAR

Mulder, M. (1996). *Basic principles of membrane technology* (2nd.). Kluwer Academic.

Nandi, B. K., Uppaluri, R., & Purkait, M. K. (2008). Preparation and characterization of low cost ceramic membranes for micro-filtration applications. *Applied Clay Science*, *42*, 102-110. https://doi.org/10.1016/j.clay.2007.12.001

Nath, K. (2017). *Membrane Separation Processes* (2nd.). PHI Learning Private Limited.

OMS/UNICEF. (2010). *RAPID ASSESSMENT OF DRINKING-WATER QUALITY IN THE REPUBLIC OF NICARAGUA COUNTRY REPORT* (inf. téc.). OMS.

Pabby, A., Rizvi, S., & Requena, A. (Eds.). (2015). *Handbook of Membrane Separations: Chemical, Pharmaceutical, Food, and Biotechnological Applications* (2.ª ed.). CRC Press.

Pabby, A. K., Rizvi, S. S., & Sastre, A. M. (Eds.). (2015). *Handbook of Membrane Separations: Chemical, Pharmaceutical, Food and Biotechnological Applications* (2.ª ed.). CRC Press.

Parello, F., Aiuppa, A., Calderon, H., Calvi, F., Cellura, D., Martinez, V., Militello, M., Vammen, K., & Vinti, D. (2008). Geochemical characterization of surface waters and groundwater resources in the Managua area (Nicaragua, Central America). *Applied Geochemistry*, *23*, 914-931. https://doi.org/10.1016/j.apgeochem.2007.08.006

Purkait, M., & Singh, R. (2018). *Membrane Technology in separation science*. CRC Press.

Rahaman, M. N. (2008). *Sintering of ceramics*. CRC Press.

Rani, S. L. S., & Kumar, R. V. (2021). Insights on applications of low-cost ceramic membranes in wastewater treatment: A mini-review. *Case Studies in Chemical and Environmental Engineering*, *4*, 100149. https://doi.org/10.1016/J.CSCEE.2021.100149

Rawat, M., & Bulasara, V. K. (2018). Synthesis and characterization of low-cost ceramic membranes from fly ash and kaolin for humic acid separation. *Korean Journal of Chemical Engineering*, *35*, 725-733. https://doi.org/10.1007/s11814-017-0316-6

Reed, J. (1995). *Principles of Ceramic Processing*. John Wiley & Sons, Inc.

Saffaj, N., Persin, M., Younssi, S. A., Albizane, A., Bouhria, M., Loukili, H., Dach, H., & Larbot, A. (2005). Removal of salts and dyes by low ZnAl2O4-TiO 2 ultrafiltration membrane deposited on support made from raw clay. *Separation and Purification Technology*, *47*, 36-42. https://doi.org/10.1016/j.seppur.2005.05.012

Saffaj, N., Younssi, S. A., Albizane, A., Messouadi, A., Bouhria, M., Persin, M., Cretin, M., & Larbot, A. (2004). Preparation and characterization of ultrafiltration membranes for toxic removal from wastewater. *Desalination*, *168*, 259-263. https://doi.org/10.1016/j.desal.2004.07.006

Shaji, E., Santosh, M., Sarath, K. V., Prakash, P., Deepchand, V., & Divya, B. V. (2021). Arsenic contamination of groundwater: A global synopsis with focus on the Indian Peninsula. *Geoscience Frontiers*, *12*, 101079. https://doi.org/10.1016/J.GSF.2020.08.015

Singh, R. (2014, septiembre). *Membrane Technology and Engineering for Water Purification: Application, Systems Design and Operation: Second Edition*. Elsevier Inc. https://doi.org/10.1016/C2013-0-15275-0

Téllez, K. (2019). *Síntesis y funcionamiento de óxido de grafeno para su uso como adsorbente de arsénico en el agua* [Tesis doctoral, Universidad Nacional de Ingeniería].

UNESCO. (2025). *Informe Mundial de las Naciones Unidas sobre el Desarrollo de los Recursos Hídricos 2025: Montañas y glaciares: torres de agua* (Publicado en nombre de ONU-Agua. Consultado el 11 de enero de 2026). Organización de las Naciones Unidas para la Educación, la Ciencia y la Cultura. París, Francia. unesdoc.unesco.org

VanLoon, G., & Duffy, S. (2005). *Environmental Chemistry: A global perspective*. Oxford University Press Inc.

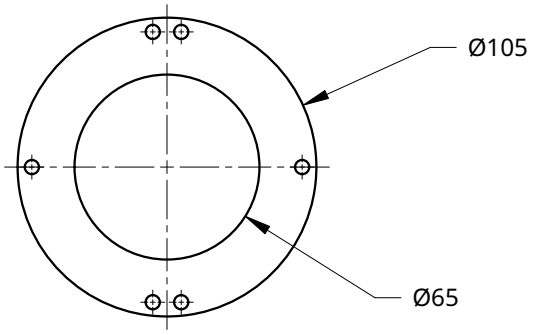
Vazquez-Jaime, M., Arcibar-Orozco, J., Damian-Ascencio, C., Saldaña-Robles, A., Martínez-Rosales, M., Saldaña-Robles, A., & Cano-Andrade, S. (2020). Effective removal of arsenic from an aqueous solution by ferrihydrite/goethite graphene oxide composites using the modified Hummers method. *Journal*

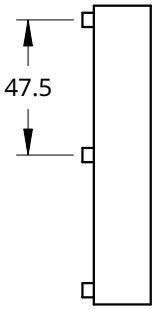
of Environmental Chemical Engineering, *8*(5), 104416. https://doi.org/10.1016/j.jece.2020.104416

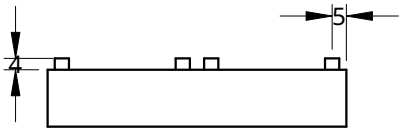
Venezia, A. M., Floriano, M. A., Deganello, G., & Rossi, A. (1992). The structure of pumice: An XPS and 27Al MAS NMR study. *Surface and Interface Analysis*, *18*, 532-538. https://doi.org/10.1002/SIA.740180713

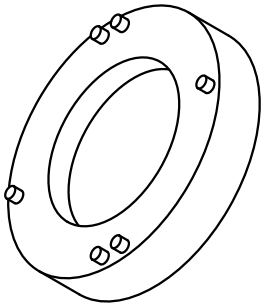
Anexo A

Planos del conformador ZTMY-01









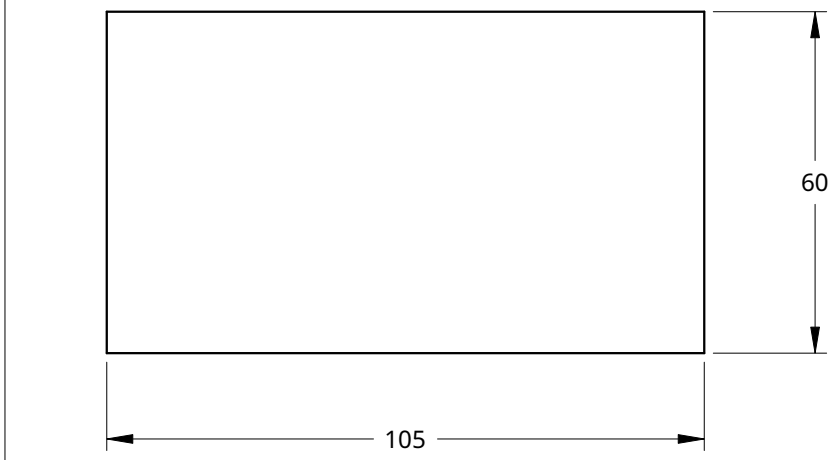
UNLESS OTHERWISE SPECIFIED, DIMENSIONS ARE IN MILLIMETERS ANGULAR = ± ° SURFACE FINISH		NAME	DATE
	DRAWN	SERGIO BUSTAMANTE	04/29/2025
	CHECKED		
	APPROVED		
DO NOT SCALE DRAWING			
BREAK ALL SHARP EDGES AND REMOVE BURRS			
THIRD ANGLE PROJECTION	MATERIAL	FINISH	
	Acero 1020		

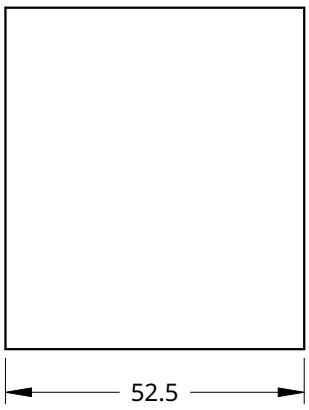
TITLE

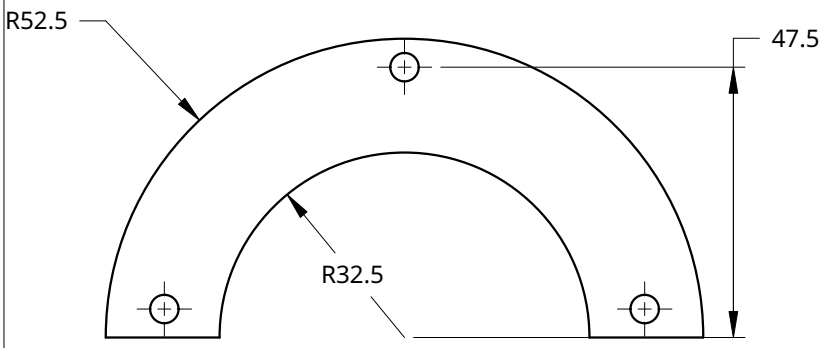
Conformador de pastas ceramicas
ZTMY-01

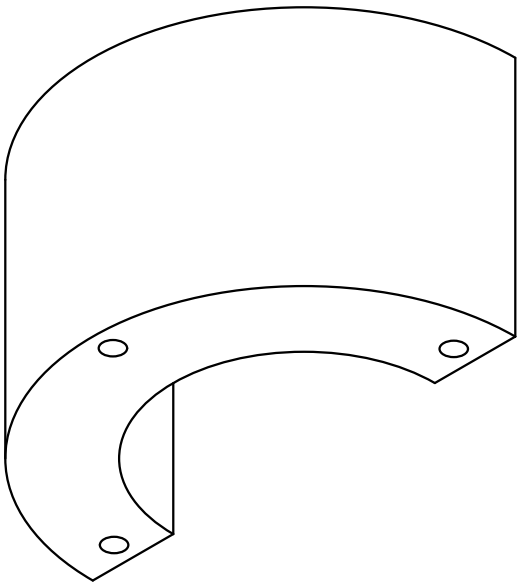
SIZE	DWG NO.	REV.
A	01	

SCALE	WEIGHT	SHEET
1:1		1 de 5

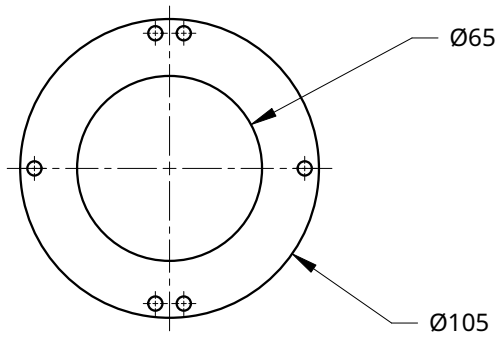


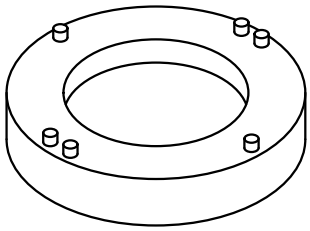


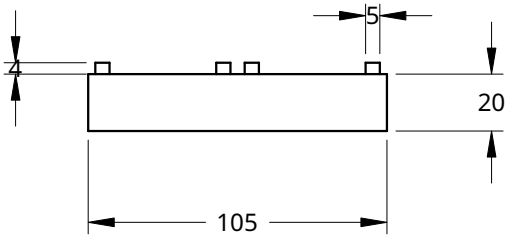


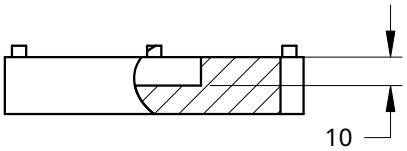


DWG NO.	SIZE	SCALE	SHEET	REV.
02	A	1:1	2 of 5	



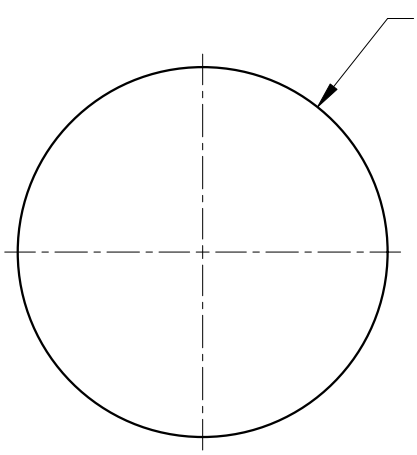


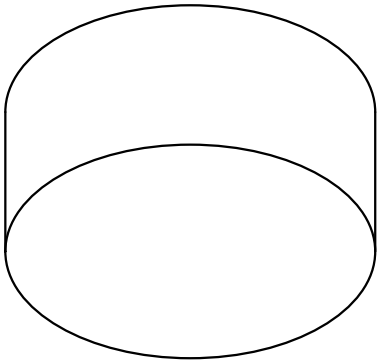




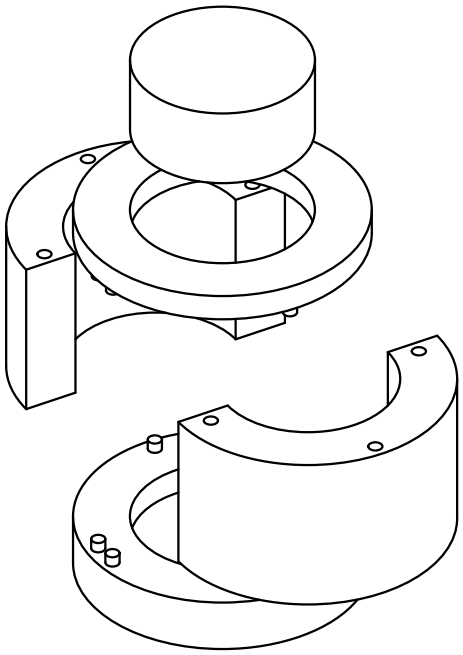
DWG NO.	SIZE	SCALE	SHEET	REV.
03	A	1:2	3 of 5	







DWG NO.	SIZE	SCALE	SHEET	REV.
04	A	1:1	4 of 5	



DWG NO.	SIZE	SCALE	SHEET	REV.
05	A	1:2	5 of 5	

Anexo B

Validación del método de detección del Arsénico

Materiales y método

Materiales y equipos

La cristalería y equipos utilizados para las pruebas experimentales fueron proporcionadas por el laboratorio especializado de Micropoluentes del Programa de Investigación de Estudios Nacionales y Servicios del Ambiente de la Universidad Nacional de Ingeniería (UNI-PIENSA).

Para el control de la temperatura de las muestras se utilizó un Baño de circulación calefactado marca $Fisherbrand^{TM} Isotemp^{TM}$ modelo 5150 H24, mientras que la lectura de los valores de absorbancia fueron realizados en un espectrofotómetro marca HACH modelo DR6000 con celdas de cuarzo UV-Vis, 3.5 mL con paso de luz de 10 mm.

Toda la cristalería utilizada fué previamente sumergida en una solución de ácido nítrico 0.5 N seguido del lavado utilizando un detergente específico para lavado de cristalería, para prevenir la interferencia y variabilidad de los resultados causados por contaminación en la cristalería.

Metodología

Para la determinación de las concentraciones de arsénico en estándares con concentraciones conocidas de arsénico se realizó la metodología descrita por Vazquez-Jaime et al., 2020. En esta metodología se prepararon 4 soluciones:

- **Solución A:** 5.2 g de molibdato de amonio ($(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$) y 8.8 mg de tartrato de antimonio y potasio ($K_2Sb_2(C_4H_2O_6)_2$) son dispersados en 30 mL de ácido sulfúrico 9 M y luego aforado con agua destilada hasta un volumen de 50 mL.
- **Solución B:** 0.0126 g de permanganato de potasio ($KMnO_4$) son disueltos en 100 mL de agua destilada.
- **Solución C:** 1.08 g de ácido L-ascórbico ($C_6H_8O_6$) son disueltos en 10 mL de agua destilada.

Todas las soluciones son almacenadas en frascos ámbar a 6 ℃ por un tiempo no mayor a 6 dias.

Para la preparación de los estándares, se utilizaron 8.8 mL de la muestra y 100 μL de la solución B en un frasco de 10 mL, el cual fue agitado por 45 s para asegurar la mezcla homogénea de los reactivos. Luego, se adicionaron 100 μL de ácido sulfúrico (H_2SO_4) al 98 % y se agitaron por 45 s. Luego se añadieron 400 μL de la solución A y se agitaron por otros 45 s. Después, se añadieron 200 μL de la solución C y se agitaron nuevamente. Finalmente, se añadió suficiente agua destilada para completar 10 mL. La solución resultante fue transferida a tubos de ensayos, los cuales fueron sumergidos en el baño de

circulación calefactado a 40 ℃ por 20 minutos. Las medición de absorbancia fue realizada a 845 nm (UV-Vis).

Curva de calibración

Para la preparación de la curva de calibración se utilizó una solución patrón de arsénico de 1000 mg/L As, a partir de la cual se preparó una solución madre con una concentración de 1 mg/L. Se prepararon patrones en el intervalo de concentración comprendido entre 0.01 y 0.1 mg/L As (ppm), adicionando 0.01 mL a 0.1 mL de la solución madre a como se muestra en la tabla B.1. Se trataron los patrones igual que la muestra y se midieronn la absorbancia a una longitud de onda de 845 nm (UV-Vis) como lo sugiere Vazquez-Jaime et al. (2020).

Resultados

En la tabla B.1 se muestran los valores de absorbancia obtenidos para las diferentes concentraciones. Así mismo, en la figura B.1 se muestra la curva de tendencia y el promedio de observaciones experimentales. A partir del Analisis de varianza, se obtuvo la ecuación del modelo de regresión (eq. 0.1), y los resultados del análisis de varianza se muestran en la tabla (B.2).

$$Abs = -0{,}0023 + 0{,}3761 * C(mg/L) \tag{0.1}$$

Tabla B.1
Valores experimentales de absorbancia obtenidos para tres réplicas

Item	V (mL)	C (mg/L)	Abs. 1	Abs. 2	Abs. 3
1	0	0.00	0.001	0.000	0.000
2	1	0.01	0.003	0.002	0.003
3	2	0.02	0.004	0.005	0.005
4	4	0.04	0.010	0.011	0.011
5	6	0.06	0.018	0.017	0.016
6	7	0.08	0.028	0.028	0.026
7	8	0.1	0.040	0.038	0.040

Tabla B.2
Análisis de varianza (ANOVA) para la regresión

Source	**DF**	**Adj SS**	**Adj MS**	**F-Value**	**P-Value**
Regression	1	0.001184	0.001184	143.36	0.000
C (mg/L)	1	0.001184	0.001184	143.36	0.000
Error	5	0.000041	0.000008		
Total	6	0.001225			

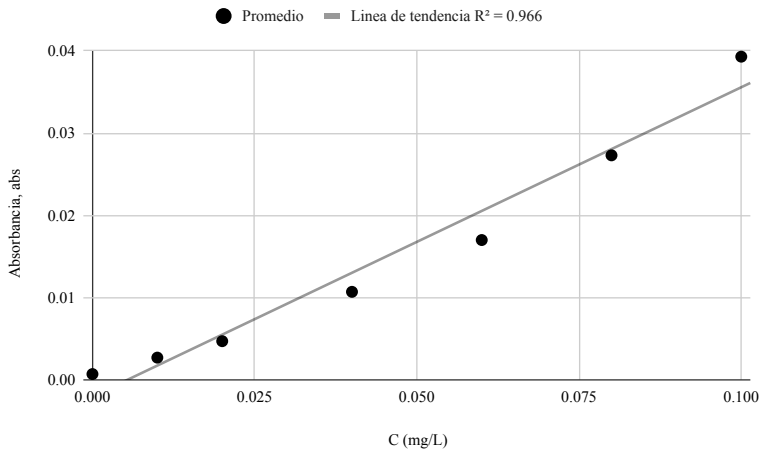


Figura B.1
Prueba de microfiltración para membrana Z029

Anexo C

Pruebas preliminares para la determinación de tiempo y tamaño de muestra óptimo para el cribado de pumicita y CBCA

Materiales y método

Materiales

Para el análisis del cribado de las muestras de pumicita y CBCA, se utilizó el arreglo A de la figura 18, presentado en la sección 4.1.1.

Cribado de las muestras y definición del diseño experimental

Para el cribado de pumicita sin molienda se utilizaron dos factores (n y m) a tres niveles cada uno, los cuales se detallan en la Tabla C.1. De forma similar, se utilizaron los mismos factores para el cribado de pumicita con molienda y CBCA.

Para el caso de la pumicita con molienda se realizó una variación en el tiempo de cribado (n) debido al tamaño de partículas que predominan en la muestra. Por su parte para la CBCA, se utilizaron los mismos tiempos de cribado utilizados para la pumicita con molienda, pero con diferentes tamaños de muestra (m) debido a la limitada capacidad del tamiz. De esta forma, en virtud de realizar un diseño con 500, 1000 y 1500 gramos de muestra de CBCA, se realizó un diseño con 200, 500 y 1000 gramos de muestra.

Tabla C.1
Definición del diseño experimental

Muestra	Factores	Niveles		
		Bajo	Medio	Alto
Pumicita sin molienda	Tiempo de cribado, min [n]	0	2,5	5
	Tamaño de muestra, g [m]	500	1000	1500
Pumicita con molienda	Tiempo de cribado, min [n]	5	10	15
	Tamaño de muestra, g [m]	500	1000	1500
CBCA	Tiempo de cribado, min [n]	5	10	15
	Tamaño de muestra, g [m]	200	500	1000

Procesamiento de datos de cribado

Una vez obtenidas las cantidades de masa retenida en los tamices, se construyó una curva de función acumulativa de distribución (CFD, por sus siglas en inglés) como lo sugiere Reed (1995) para la presentación de datos granulométricos (P. 105), usando el software MATLAB.

Se compararon las curvas CFD generadas para las muestras de CBCA y pumicita con y sin molienda. Asimismo, para la pumicita molida y CBCA, se

estudió el efecto del tiempo de tamizado y tamaño de muestra en la cantidad másica de la muestra retenida por los tamices No. 230 y fondo, cuyo tamaño de partícula será utilizado para las etapas posteriores del desarrollo de la membrana cerámica.

Análisis y discusión de resultados

Cribado de pumicita sin molienda

Análisis de curvas CFD con 0 minutos de cribado

La composición granulométrica de la pumicita sin molienda muestra en la figura C.1. Al inicio del proceso de cribado, no se obtienen partículas menores a 63 μm, independientemente al tamaño de muestra utilizado.

De acuerdo con lo mostrado en la figura C.1 Con 0 minutos de cribado, el 100 % de las partículas, para todas las muestras, tienen tamaños mayores a 63 μm y el 95 % de las partículas de las muestras de 500 g y 1500 g presentan tamaños mayores a 500 μm. Sin embargo, para la muestra de 1000 g el 88 % de las partículas son mayores a 500 μm, por lo que el 12 % de partículas más finas se han depositado en los tamices inferiores sin necesidad de agitación de la criba vibratoria.

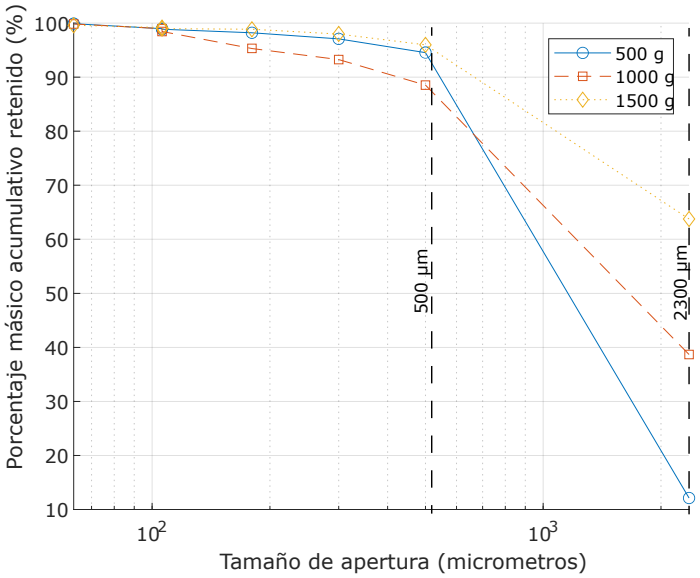


Figura C.1
Curva CFD con 0 minutos de cribado

Por último, la muestra de 500 g solamente contiene 12 % de partículas más gruesas que 2300 μm. Por su parte, la muestra de 1000g contiene 39 % de partículas más gruesas y la muestra de 1500 g contiene 63 % de partículas más gruesa que 2300 μm.

Análisis de curvas CFD con 2.5 minutos de cribado

A como se presenta en la figura C.2, con 2.5 minutos de cribado, las curvas para las tres muestras presentan distribuciones de partículas similares, conteniendo ahora entre 88 % - 92 % partículas mayores a 300 μm, 68 % - 73 % partículas más gruesas que 500 μm y menos del 10 % partículas más gruesas que 2300 μm para las tres muestras, de las cuales la muestra de 500 g es la que contiene los menores porcentajes y la muestra de 1500 g la que contiene los mayores porcentajes de los rangos previamente descritos.

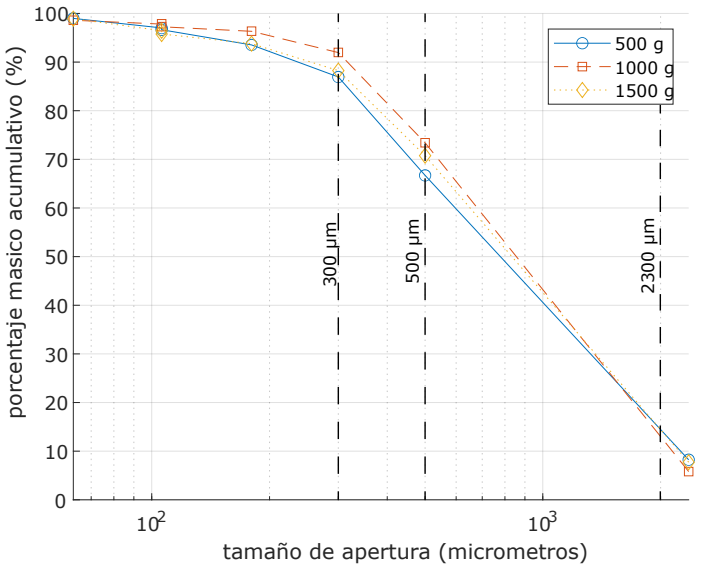


Figura C.2
Curva CFD con 2.5 minutos de cribado

Análisis de curvas CFD con 5 minutos de cribado

Las curvas generadas con 5 minutos de cribado se presentan en la figura C.3. En esta figura se muestra que, con 5 minutos de cribado, para la muestra de 500g, 95 % de las partículas contienen un tamaño promedio mayor a 63 μm, 89 % son mayores a 106 μm, 74 % son mayores a 300 μm, 56 % son mayores a 500 μm y menos del 10 % es mayor a 2300 μm. Esto representa una disminución porcentual del 14 % para partículas mayores a 300 μm y del 12 % para partículas mayores a 500 μm con respecto a los datos obtenidos con 2.5 minutos de cribado.

Por su parte para la muestra de 1000 g y 1500 g cerca del 95 % de las partículas contienen tamaños de partícula mayores a 200 μm, 86 % de las partículas tienen tamaños mayores a 300 μm, entre 66 % - 71 % de las partículas tienen tamaños mayores a 500 μm y menos del 10 % contienen partículas con tamaños mayores a 2300 μm. Esto representa una disminución porcentual del 6 % en promedio para partículas mayores a 300 μm y del 2 % en promedio para partículas mayores a 500 μm en relación con los datos obtenidos con 2.5 minutos de cribado.

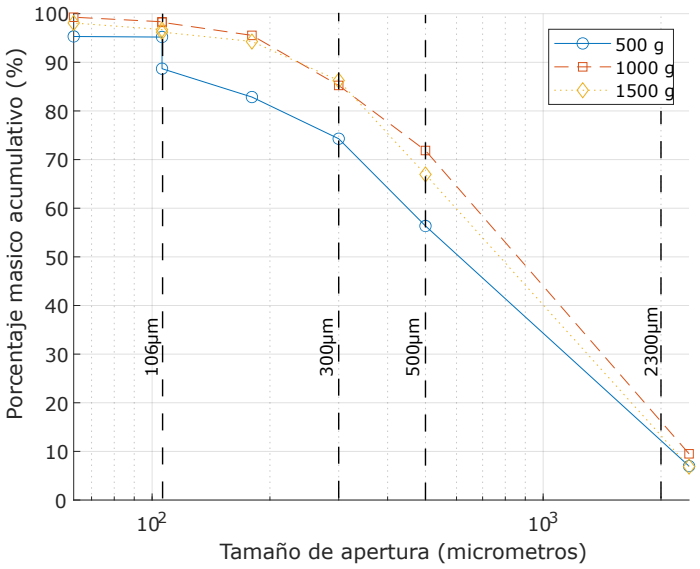


Figura C.3
Curva CFD con 5 minutos de cribado

Anexo D

Imágenes de las membranas y procesos de conformación

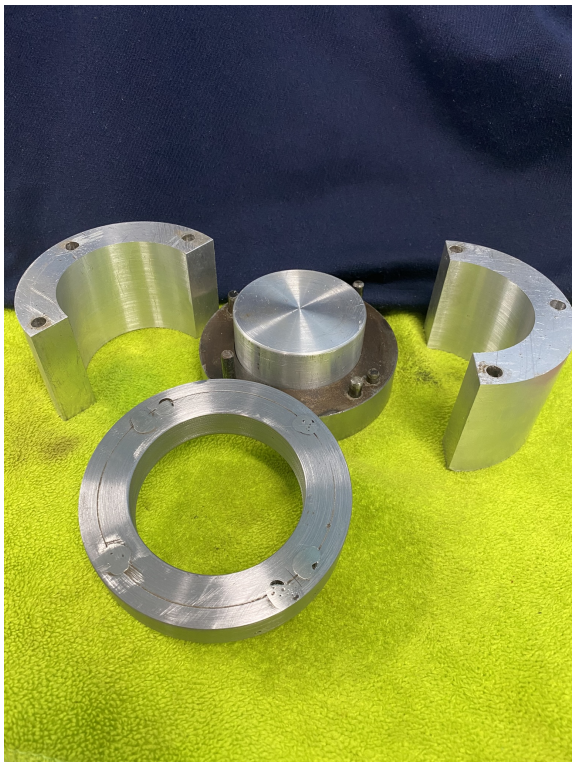


Figura D.1
Conformador de membranas cerámicas ZTMY-01



Figura D.2
Pasta cerámica en el conformador ZTMY-01



Figura D.3
Ceniza de Bagazo de Caña de Azúcar



Figura D.4
Pumicita



Figura D.5
Membrana en verde posterior al proceso de secado al ambiente

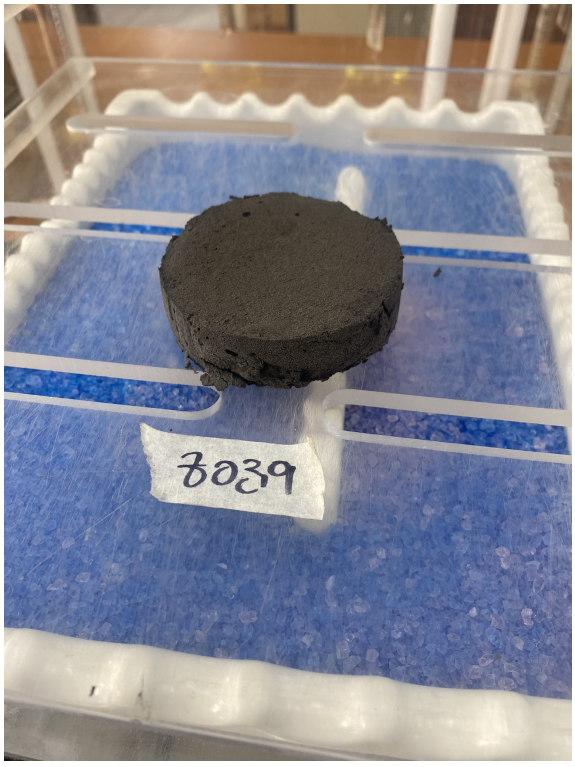


Figura D.6
Membrana en verde en el desecador

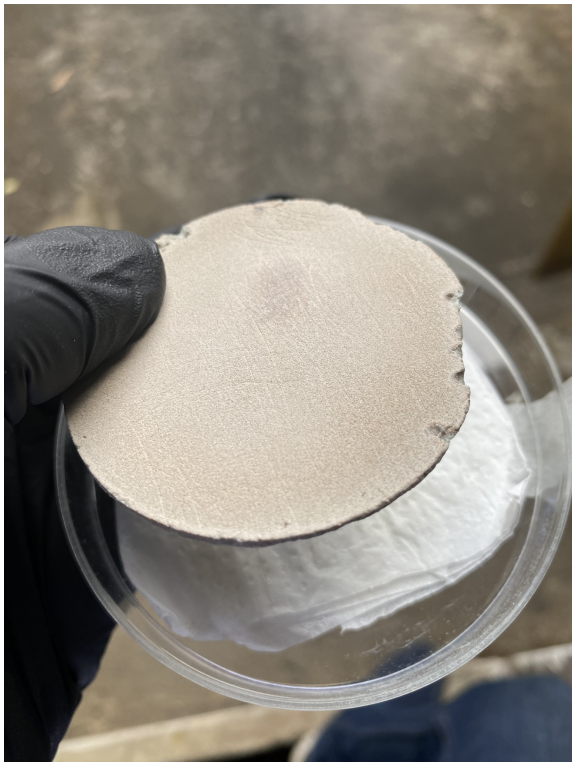


Figura D.7
Membrana Sinterizada



Figura D.8
Fracturas en membranas por condiciones de conformado inapropiadas

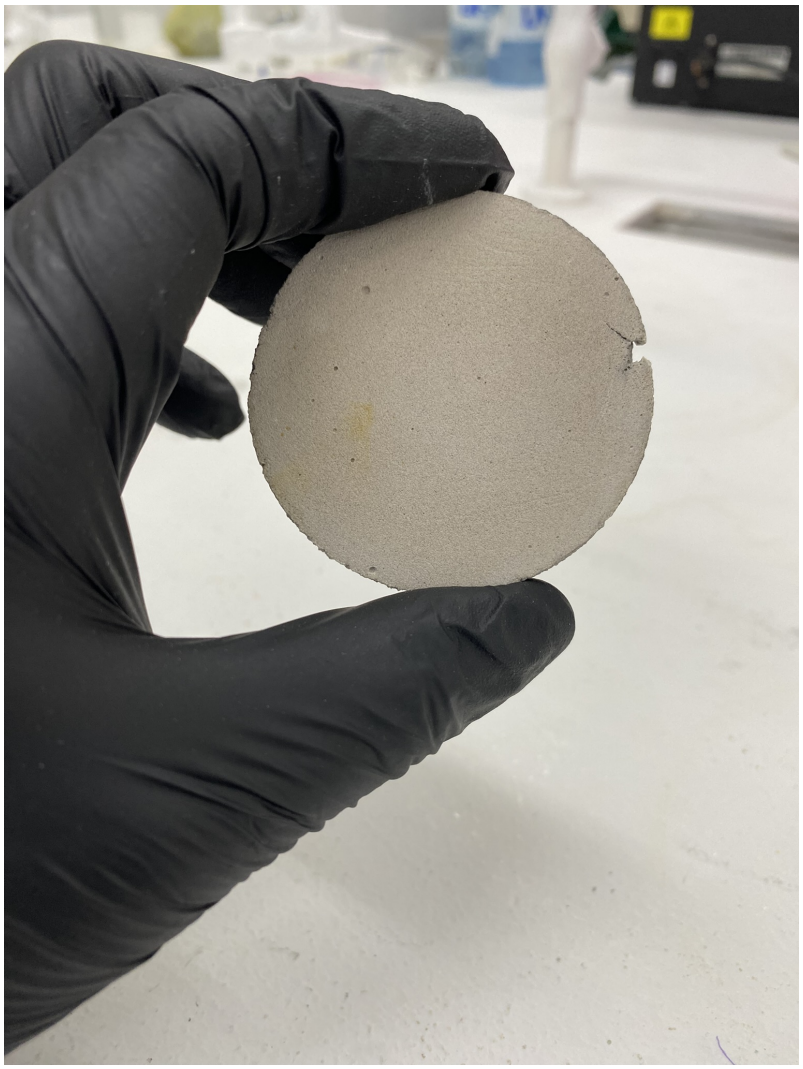


Figura D.9
Membrana utilizada para microfiltración

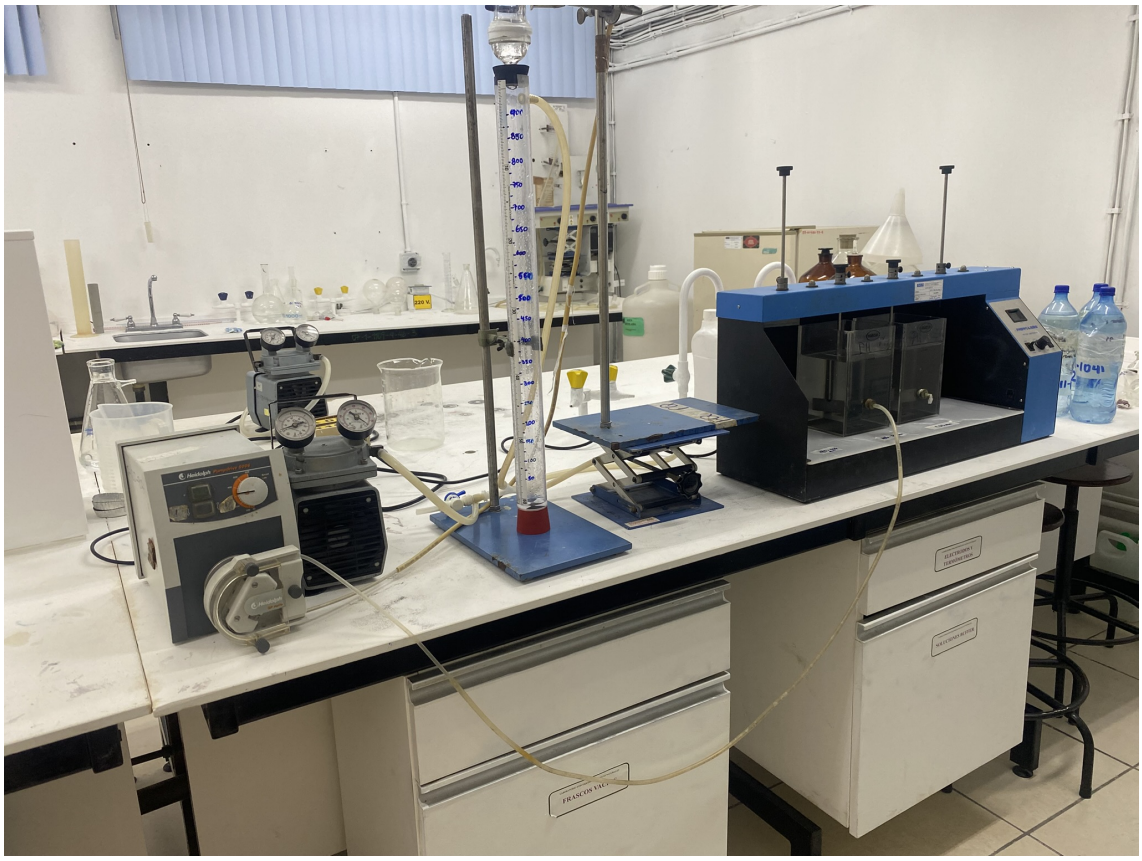


Figura D.10
Sistema de Microfiltración a nivel de laboratorio

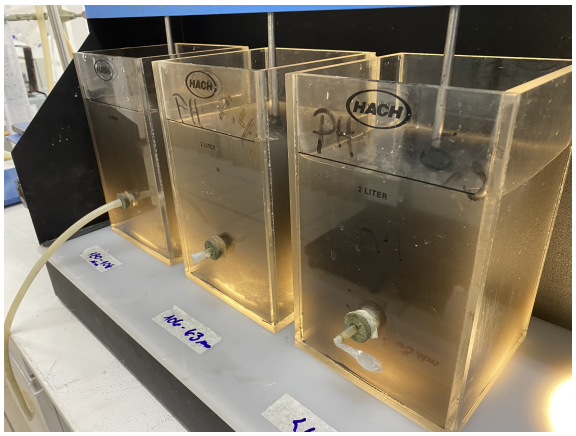


Figura D.11
Rangos de tamaños para sistema PRT

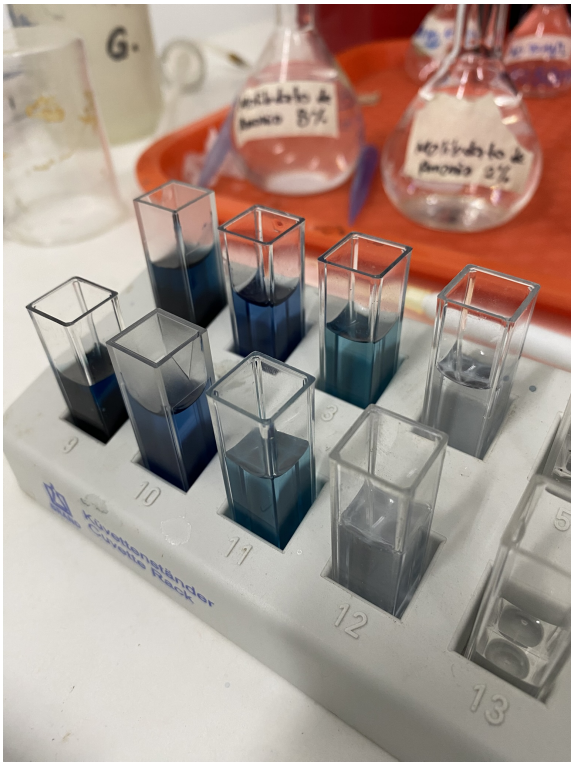


Figura D.12
Ensayos para detección de Arsénico por el método de azul de molibdeno



Figura D.13
Partículas de 180 - 106 μm retenidas en la superficie de la membrana

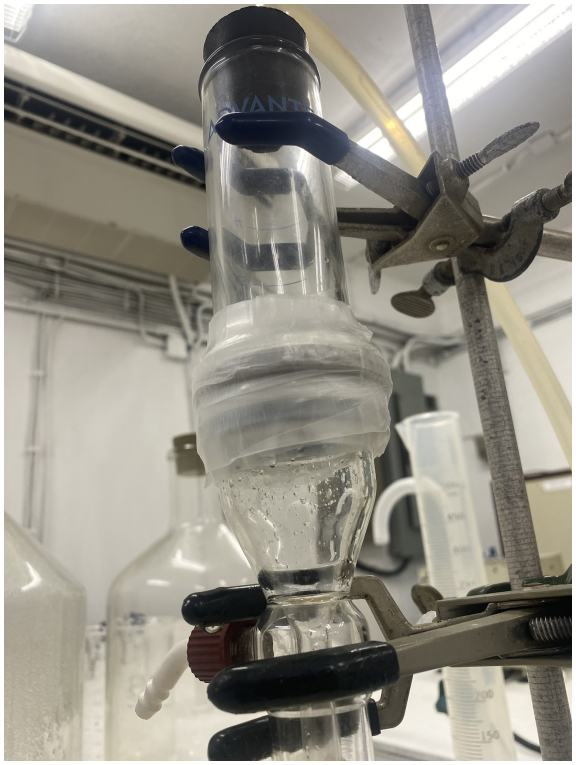


Figura D.14
Montaje de membranas en soportes y sellado para pruebas de filtración