



DESARROLLO DE MEMBRANAS DE CARBÓN PARA PROCESOS DE TRATAMIENTO DE AGUA

Aramís Fernández⁽¹⁾, Blasa Delgado⁽¹⁾, Rubén Aja⁽¹⁾, Tania Lubián⁽¹⁾

⁽¹⁾. Centro Investigaciones Industria Minero Metalúrgica, Cuba, CP 10300, aramis@cipimm.minbas.cu

RESUMEN

En el presente trabajo se exponen los aspectos teóricos sobre los procesos de preparación y síntesis de los soportes inorgánicos utilizados para realizar la deposición de membranas de carbón en la superficie activa de cada uno de ellos y se muestran, además, la distribución de poros, características y microscopía electrónica de los soportes obtenidos.

Se obtuvo un lote de 15 soportes, de ellos, 9 con resultados satisfactorios de acuerdo a los valores de permeabilidad obtenidos.

Para la obtención de la membrana de carbón se partió de un polímero (resina marca **CETEPOXVP-598-5-H** y un catalizador del tipo **CETEPOX 100-R**) el que fue depositado sobre el sustrato cerámico de forma homogénea y calentado lentamente hasta una temperatura de 850°C de manera que ocurra la descomposición del polímero y su transformación en una película de carbono microporoso.

Las membranas soportadas obtenidas, presentan índices de remoción para dos impregnaciones de resina con el catalizador, de 99% y 95% para coliformes totales y de 66% para coliformes fecales lo que posibilitó una mejoría en el ajuste de la porosidad de la membrana no así, para dos ciclos de impregnación con resina solamente. Es importante señalar que no se evaluaron otros tipos de microorganismo.

Un aspecto importante en este trabajo reside en el hecho de utilizar como precursor de membrana microporosa de carbón un material polimérico disponible.

ABSTRACT

The present work shows the theoretical aspects of the synthesis and preparation processes of the inorganic supports used to carry out the coal membrane deposition in the active surface of each of them; also, there are shown the pore distribution, characteristics and electronic microscopy of the obtained supports.

15 supports were obtained, 9 of them with satisfactory results, according to the obtained permeability values

For the coal membrane obtaining, the starting point was a polymer (a CETEPOXVP-598-5-H resin and a catalyst type CETEPOX 100-R) that was deposited in a ceramic substratum in an homogeneous way and heated until 850 °C so that the polymer decomposition can occur as well as its transformation into micro porous.

The obtained supported membranes present, removal indexes for two resin impregnations with a catalyst, of 99.31% to coliform and 94.74% to focal coliforms which allowed an improvement in the porosity adjustment of the membrane, not in the case of the 2 cycles of resin impregnation . It is important to point out that other types of microorganisms were not analyzed.

An important aspect of this research is the fact that an available polymeric material was used as a coal micro porous membrane precursor.

INTRODUCCIÓN

Existen en la literatura numerosas experiencias en el uso de M para potabilización de agua. Entre ellas, podemos citar las reportadas por González Carlos, Delgado Blasa y colaboradores (González y Delgado, 2005).

Mongorgé, Bauver y Pascal demostraron la efectividad del uso de M carbón/carbón compositadas le Carbone Lorraine en la filtración de agua potable; ejecutadas con M de 0.2 µm en el rango de flujos 1000 y 2000 l/m² h a una presión transmembrana de 1-2 bar.



Otros autores reportaron el uso de M Kerasep (Rhone-Poulenc alúmina/alúmina de 0.2 μm de diámetro) las que permitieron flujos de 600-1200 $\text{l/m}^2\text{ h}$ a una presión transmembrana de 2 bar.

Moulin y otros usaron un coagulante y ozono para mejorar el flujo de sus M cerámicas Membralox de 0.2 μm . Con el ozono y una concentración de coagulante de 45 ppm el flujo es aproximadamente de 1500 $\text{l/m}^2\text{ h}$, con 110 ppm de coagulante el flujo se incrementó hasta 2000 $\text{l/m}^2\text{ h}$. El ozono descompone la materia orgánica y así son mantenidas al mínimo las tupiciones.

Poulet y otros usaron una combinación de electrocoagulación, flotación y microfiltración. Usaron M compostadas de zirconia/alúmina de 50-100 nm y electro coagulación.

Peuchot, Mietton, Ben y Aim usaron para el tratamiento de agua de río, cloruro de polialuminio como floculante, logrando un flujo de 300 $\text{l/m}^2\text{ h}$ con M Membralox de 0.2 μm .

Bourbigot, Bourdon y Faivre demostraron la efectividad de los microfiltros de flujo cruzado (Membralox de 0.2 μm de diámetro de Al_2O_3) para la producción de agua potable a partir de agua subterránea; obteniendo una disminución de la turbidez de 200 NTU hasta 0.1-0.25 NTU, Materia orgánica desde 6.3-7.3 $\mu\text{gO}_2/\text{L}$ hasta 0.5, Al desde 2700 $\mu\text{g/L}$ hasta 15, Fe desde 3000 $\mu\text{g/L}$ hasta 40, gérmenes desde más de 1000 (20-30 $^\circ\text{C}$) hasta 0. Para la remoción del Fe fueron usadas M poliméricas de flujo cruzado.

Dudert, Manden y otros reportaron el uso de M de 0.2 μm de Al_2O_3 para la efectiva remoción de bacterias; por ejemplo, coliformes totales desde 2000-10000 hasta 0, coliformes fecales desde 15000-500 hasta 0.

Las M polisulfónicas tubulares o de enrollado en espiral de ultrafiltración son ampliamente usadas con éxito en las industrias alimentarias, farmacéuticas para la purificación de agua, el tratamiento de residuales, en la industria química y de papel.

Las M de UF se han usado en Japón para la potabilización, con resultados comparables con los tradicionales, pero con mayor exactitud y estabilidad eliminándose todas las bacterias y sólidos suspendidos entre ellos muchos compuestos inorgánicos de hierro, manganeso, aluminio, arsénico y compuestos orgánicos de masas moleculares bajas y medias. En algunas ocasiones estos procesos son mejorados, en el pretratamiento de aguas de alimentación, por ejemplo con bromuro de tetradeciltrimetil amonio, lográndose eliminar los contenidos de nitratos de las aguas subterráneas.

En Alaska se logró obtener agua potable con M con un 75 % de rendimiento con un sistema de flujo cruzado a partir de los residuales de una planta procesadora de pescado, rechazando los virus, bacterias y pirógenos.

Las referencias del empleo de M tanto en la purificación de aguas como en el tratamiento de residuales es muy amplia. Las M Membralox® de Al_2O_3 de 0.2 μm de diámetro se utilizaron con éxito en la potabilización de aguas subterráneas, e incluso en periodos lluviosos en los cuáles se produce una alta turbidez, las M aún resultaron efectivas, aunque es necesario tomar medidas para contrarrestar las tupiciones; estas M resultaron menos efectivas para la eliminación del hierro que las de ZrO_2 y las polisulfónicas. Se ha reportado la eliminación completa de coliformes (incluso fecales) desde niveles de 300000 con una reducción simultánea de la turbidez desde 5-20 NTU. Estas M son reportadas para el tratamiento de aguas que contenían metales pesados, aceites y sólidos; en una industria petroquímica, con costos similares a los previstos con tecnologías convencionales.

En la producción de agua potable, no sólo es necesario la reducción de la turbidez y la remoción de bacterias, sino también la reducción del hierro hasta límites aceptables. Los tratamientos de técnicas convencionales involucran la conversión del hierro divalente en estado disuelto a la forma insoluble



de hierro trivalente por oxidación atmosférica. Los precipitados de partículas son entonces removidos con el uso de filtros de medio. Los procesos de MF cruzada y UF pueden remover partículas de hidróxido de hierro en una sola etapa.

Los procesos de producción de agua para el consumo humano e industrial por M poliméricas se ha expandido considerablemente en los últimos años. Recientes aplicaciones en el campo de la potabilización involucran procesos de MF y UF a bajas presiones. El proceso de ultrafiltración se ha expandido más rápidamente, existiendo en estos momentos 30 estaciones de tratamientos registrados en Francia con capacidades de 100 cm^3 a $55000 \text{ m}^3/\text{D}$.

Cualquiera que sea el peso molecular de corte de una M de microfiltración o ultrafiltración no puede ser aplicado directamente para aguas superficiales con alta concentración de materia orgánica disuelta para producir agua potable, estas ocasionarían serias tupiciones a las M. En estos casos las tecnologías de M son combinadas con tratamientos convencionales como oxidación, coagulación y adsorción sobre carbón activado; obteniéndose magníficos resultados y un agua de alta calidad

Se usaron tubos porosos estampados en cerámica para ser usados en filtración tangencial, esto se basa en la modificación de la superficie interna de la M con una configuración de hélice geométrica para producir un incremento de la turbulencia y así disminuir o limitar el proceso de polarización de la concentración. Las variaciones dieron buenos resultados en microfiltración. La eficiencia de las M estampada depende de la geometría estampada y los parámetros de filtración, tales como rango de alimentación

Las M de MF y UF constituyen una barrera efectiva para la suspensión de bacterias, virus y otros microorganismos en el tratamiento de agua potable con una calidad invariable con la adición mínima de sustancias químicas y bajos consumos de energía. Los ensayos se realizaron con M cerámicas y poliméricas de microfiltración y ultra filtración de diferentes configuraciones (planas, tubulares, multicanales y sistemas capilares); obteniéndose los mejores resultados referidos a eficiencia para el tratamiento de agua de pozo con M capilares de microfiltración construidas de polipropileno, pero todas las M empleadas dieron buenos resultados.

Fue medida la retención de virus por varios tipos de M, MF, NF y UF. La evaluación cuantitativa de la retención de virus fue en un alto rango empleando colifagos QB y T_4 como modelos de virus. QB es el virus más pequeño de los virus estudiados y el mismo penetró todas las piezas ensayadas de UF y NF en el orden de 99.9999 %.

La filtración de los virus es causada por la mayoría de los poros irregulares, los cuáles no están incluidos en la distribución principal del tamaño de poros. Sin embargo el otro virus ensayado T_4 , que es un poco mayor que QB, no pudo penetrar las M inorgánicas de microfiltración. Algunos tipos de M s de MF representaron retenciones de virus más altos que las de UF y NF. Esto sugiere las posibilidades de desarrollar M de alta retención de virus con bajas resistencia de filtración.

Como se ve, el uso de la tecnología de M ofrece una flexibilidad considerable a la hora de diseñar procesos que posibiliten la minimización y el reciclado de desechos, a la vez que puedan servir para solucionar determinados problemas en plantas ya existentes.

MATERIALES Y MÉTODOS

➤ Evaluación de las materias primas utilizadas para la obtención del soporte inorgánico.

Según (González y Delgado, 2005) se señala la tendencia moderna a fabricar soportes en bloques prefabricados celulares, y a crear materiales porosos que resistan medios agresivos y abruptos



cambios de temperatura en base a cerámicas de alta alúmina, mullita-corindón, corindón, espinela-corindón y carburo de silicio, comentando cuatro formas posibles de obtención de estructuras porosas predeterminadas:

- ✓ Sinterización de polvos de granulometría controlada.
- ✓ Sinterización con aditivos volátiles en la masa.
- ✓ Sinterización con aditivos volátiles en el aglutinante.
- ✓ Sinterización con aditivos volátiles en la masa y en el aglutinante.

Sin embargo, plantean que la construcción de soportes a partir de partículas muy finas de forma diversa engendra una serie de factores indeseables que complican el transcurso de las reacciones químicas a altas temperaturas en el caso en que las *M* estén acopladas a reactores debido a la presencia de efectos difusivos, la elevada formación de coque, la pérdida de selectividad de las reacciones, etc. También señalan los requerimientos que deben cumplir los soportes en procesos de alta temperatura:

- ✓ Estabilidad a la acción de las altas temperaturas.
- ✓ Estabilidad a los choques térmicos.
- ✓ Alta resistencia mecánica.

Por último, un número importante de soluciones se basan en los materiales alumosilicáticos tradicionales de la industria cerámica con adiciones de CaO, MgO, CMC, carbón activado, lignito y la cordierita.

La alúmina calcinada es el componente principal de los soportes y se empleó la alúmina importada por la corporación Cerámica Cubana. El análisis de difracción de rayos-X de esta materia prima arrojó la presencia solamente de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$.

La dolomita del yacimiento Remedios tenía la siguiente composición química (% en masa): SiO_2 0,80; Al_2O_3 0,32; TiO_2 0,01; Fe_2O_3 0,26; Na_2O 0,36; K_2O 0,04; CaO 34,27; MgO 16,00; PPI 45,48. La dolomita aporta calcio y magnesio, que son mineralizadores del proceso de sinterización; y además, la liberación de CO_2 debe contribuir a la porosidad abierta en la primera etapa de la sinterización. El análisis de difracción de rayos-X de esta materia prima arrojó la presencia fundamentalmente de dolomita con algo de calcita.

Metodologías empleadas

Una vez escogidas las materias primas idóneas, fue posible plantear la formulación conveniente a los fines que se perseguían partiendo de las experiencias y resultados obtenidos por los investigadores de referencia, los que utilizaron para su mejor formulación la alúmina calcinada.

Siguiendo el procedimiento empleado por ellos, las materias primas se molieron en una orza de porcelana de 1 L, utilizando la alúmina calcinada a partir de la cual se formuló la pasta PAC-1.

Primeramente se añadían 710 g del compuesto de aluminio, 40 g de dolomita, 40 g del bulk clay, 0,7 L de agua y 1 kg de bolas. Se efectuaba una premolienda (incluyendo una trituración a mano de los granos gruesos de la dolomita) de 1 h; y posteriormente se añadía el resto del bulk clay (210 g) y se molía una hora adicional.

La pasta se deshidrató sobre una placa de yeso y posteriormente se confeccionó una barra en un molde metálico con dimensiones de $150 \times 20 \times 15$ mm que se dejó secar primeramente al aire durante 24 h y posteriormente a 105°C hasta peso constante. En la tabla No. I se presentan las propiedades en verde de la pasta obtenida, determinadas según las normas. [13, 14, 15, 16, 17]



Tabla I Resultados de los ensayos en crudo de los soportes cerámicos para M.

Propiedad	PAC-1
Humedad (% m/m)	21,04
Contracción al secado (% L/L)	2,36

✓ Sinterización y propiedades de la masa quemada.

La barra preparada a partir de la pasta PAC-1 se sometió al régimen de quema del horno industrial de la fábrica del Rincón, representado en la tabla II. El horno es de tipo gaveta y funciona en atmósfera oxidante de la combustión del fuel oil. La barra se colocó en el horno después de secarse completamente.

Tabla II Régimen de calentamiento programado y calcinación del horno industrial de la fábrica de aisladores de El Rincón.

Tiempo (h)	Velocidad (°C/h)	Temperatura (°C)
1	220	260
2	100	360
3	100	460
4	100	560
5	100	660
6	80	740
7	80	820
8	80	900
9	80	980
10	40	1020
11	40	1060
12	40	1100
13	30	1130
14	30	1160
14 ½	30	1175
15	30	1190
15½	30	1205
16	30	1220
16½	30	1235
17	-	1235

En la tabla III se presentan las propiedades de la masa PAC-1 preparada a escala de laboratorio y quemada en el horno industrial del Rincón.

Tabla III Resultados de los ensayos de las masas cerámicas quemadas para soportes de Membranas.

Propiedad	PAC-1
Absorción de agua (% m/m)	15,65
Densidad aparente (kg/m ³)	2250
Estabilidad química (% m/m)	0,014
Densidad real (kg/m ³)	3790
Resistencia a la flexión (Mpa)	24,5
Porosidad abierta (% V/V)	35,2
Porosidad cerrada (%)	5,4
Contracción total (% L/L)	5,7



La masa PAC-1 fue sometida a un análisis de porosimetría de mercurio en un porosímetro PO-4000 de la firma Carlo Elba entre 0- 1000 bar. (Fig. No. 3). En la tabla No. IV se presentan los resultados calculados por el software del equipo.

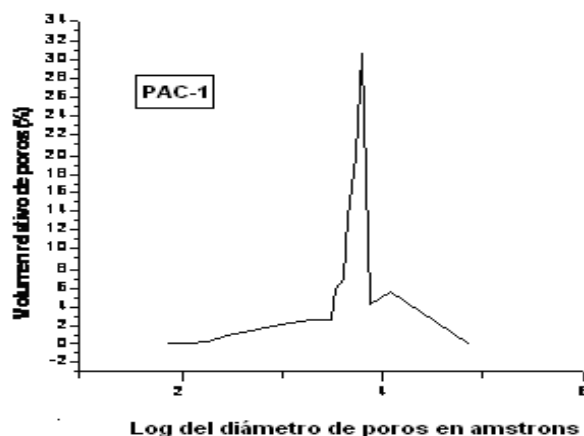


Figura 1 Distribución de poros de la muestra PAC-1

Tabla IV Parámetros calculados por el software Milestone 200 en un porosímetro de mercurio PO-4000 de la firma Carlo Elba entre 0- 1000 bar para la muestra de soportes cerámicos.

Parámetro	PAC-1
Volumen acumulado total (m^3/g)	$1,81 \cdot 10^{-7}$
Superficie específica (m^2/g)	0,94
Radio medio de poros (μm)	0,67
Porosidad total de la muestra (%)	40,75

Los resultados de la porosimetría confirman la selección de la masa PAC-1 como soporte para las M. Los análisis de difracción de rayos-X del soporte mostraron la presencia de una mezcla de corindón y mullita como fases predominantes, lo que se ilustra en la fig. 2. Los difractogramas se corrieron en un equipo Philips PW 1710 con radiación K_{α} del Fe y filtro de Mn en el intervalo de 6- 60° de 2θ .

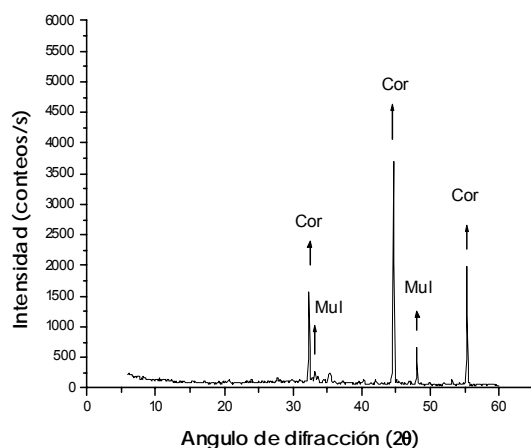


Figura 2 Difractograma de Rayos X del soporte de la Masa PAC-1

Al soporte cerámico PAC-1 se le realizaron varias observaciones por microscopía

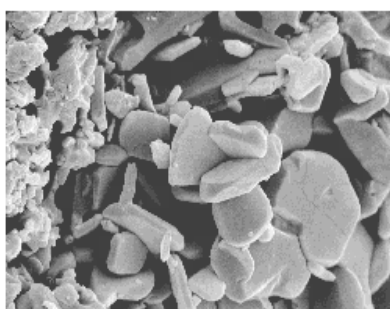


Figura 3 Imagen de microscopía electrónica barrido del soporte PAC-1

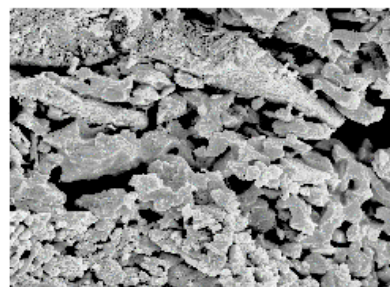


Figura 4 Imagen de microscopía electrónica (Escala 10 μm) del soporte PCA-1 (escala 20 μm)

✓ Conformación y calcinación de discos de soporte.

Para poder caracterizar la integridad y las propiedades filtrantes del soporte; así como para proporcionar material para realizar todos los experimentos de síntesis de M a escala de laboratorio, se conformaron discos de 30 mm de diámetro y 3 mm de espesor, tal y como es la práctica usual en otros laboratorios que se ocupan del desarrollo de M. Para ello se partió de la formulación PAC-1

La pasta era introducida a presión en un tubo de acero inoxidable con el diámetro interno deseado y una longitud de 90 mm, e inmediatamente era extraída presionando con un pistón por uno de los extremos, y era puesta a secar al aire. Después de seca, la pasta era calcinada a 1000°C durante 1 h, aumentando la temperatura a 10°C/min. El objetivo del calcinado era poder llevar el material hasta un estado intermedio de alta resistencia mecánica que permitiera darle un acabado liso y rectificar los errores que pudieran producirse sobre todo en las manipulaciones de los productos sin un elevado índice de roturas.

Las pastillas se obtenían entonces cortando los cilindros calcinados con una sierra de disco de diamante. La superficie donde se realizarían las acciones de síntesis de las M (superficie activa) se desbastaba con polvos abrasivos de SIC.

Para comprobar la integridad de los soportes se ensayaron 15 de ellos y se aceptaron 9 de acuerdo a los niveles de permeabilidad obtenidos y que a continuación se presentan.

Tabla V Permeabilidad de las pastillas del soporte cerámico de la masa PAC-1

Muestras	Flujo ($\text{m}^3/\text{s}/\text{m}^2$)	Temp ($^{\circ}\text{C}$)
Soporte 1	0.000184332	30
Soporte 3	0.00028169	31
Soporte 4	0.000248447	32
Soporte 5	0.000307692	34
Soporte 6	0.000353982	35
Soporte 7	0.000444444	36
Soporte 9	0.000155642	37
Soporte 13	0.00027972	37.5
Soporte 15	0.00043956	38



➤ Métodos de síntesis de las membranas.

✓ Membranas de carbón.

Se han realizado muchas investigaciones tendientes a obtener membranas con características superiores en la separación de mezclas de oxígeno y nitrógeno debido a su importancia industrial. (Wang et al., 1995) informa la producción de membranas de carbón sobre discos de α -alúmina, mediante el método de deposición química. Estas membranas tienen un significativo incremento en la selectividad de H_2/N_2 (30-45) sin reducir la permeación (alrededor de $2 \cdot 10^{-6} \text{ mol} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$ a 423 K). Este tipo de membranas tienen una ejecución superior a membranas poliméricas en la separación de mezclas de oxígeno y nitrógeno. Las membranas de carbón muestran un factor de separación (consistente en la relación que existe entre los gases que se utilizan para la permeabilidad) de 30 siendo este el valor más alto reportado en la literatura a bajas temperaturas. Sin embargo la permeación de gases es aún baja debido al espesor de las membranas.

✓ Membranas de Carbón por Pirolisis.

Mediante la pirólisis de polímeros termo-endurecidos o gomas siliconadas se obtienen membranas de carbón o sílice tipo tamices moleculares con tamaños de poros muy pequeños. Los Tamices Moleculares de Carbón (MSC) son preparados pirolizando fibras huecas de poliacrilonitrilo (PAN) en una atmósfera inerte, lo cual lleva a una membrana densa de carbón seguida de un tratamiento de oxidación para la apertura de poros. Cuando el tratamiento de oxidación se realiza a temperaturas moderadas (400-500°C), para finalizar la operación a altas temperaturas (700°C). Estas membranas son utilizadas para la separación de O_2 / N_2 (Marchese, 1995).

Otro ejemplo son las membranas de TECH SEP, preparadas con un tubo de carbón macroporoso (poro > 300 nm) embebido con acetona. En forma separada se prepara una suspensión coloidal de partículas de ZrO_2 en H_2O /metanol. Esta suspensión es introducida en el interior del tubo de carbón. A continuación el H_2O y metanol son disueltos en la acetona, lo que desestabiliza la suspensión, produciendo un cubrimiento de zirconio con espesores de $\approx 20 \mu\text{m}$ y tamaños de poros $\geq 5 \text{ nm}$.

Se han propuesto otros procedimientos para la preparación de las MSC en donde se incluyen metales para catálisis. Actualmente Le Carbone – Lorraine (Francia) produce membranas asimétricas para ultrafiltración (ver figura 1). Para ello se utiliza un soporte poroso de carbón, con espesores variables entre 1–0,2 mm, posteriormente se deposita en su parte interior una capa delgada de resina (< 1 mm) la cual es luego transformada en una capa porosa de carbón por una pirolisis controlada. Otra técnica permite preparar una estructura entrecruzada de cadenas de Si-O, obtenidas por la pirolisis de mezclas de gomas siliconadas mezcladas con otros polímeros.

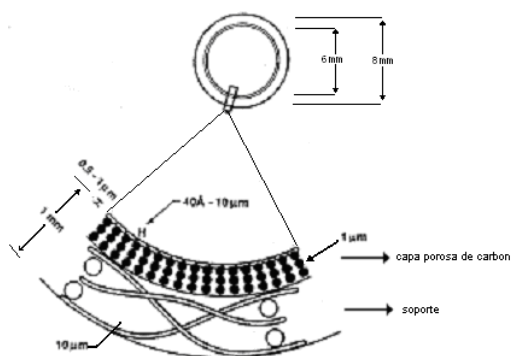


Figura 5 -Estructura de membranas de carbón compuestas

Los autores (Shiflett y Foley, 2001) reportaron membranas inorgánicas de carbón con propiedades separativas. Estas fueron preparadas por deposición de alcohol polifurfúrico sobre un soporte poroso inorgánico, seguido de una pirólisis a 473-873K bajo condiciones controladas para convertir la capa de polímero en carbón microporoso (Figura 6).

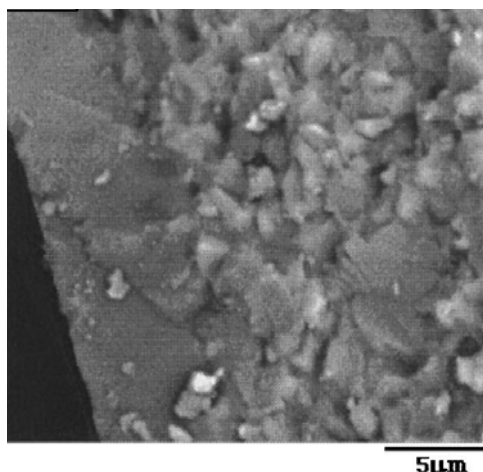


Figura 6 Imagen SEM de una sección transversal de una membrana soportada después de dos ciclos de tratamiento.

Y. Pan y colaboradores (Pan et al., 1995) informaron la preparación de membranas de carbón a partir de la pirólisis a 900°C de tubos extrudados preparados a partir de un tipo de antracita. Las membranas obtenidas mostraron un tamaño de poro uniforme y estrecho de 0,43 micras y fueron aplicadas con éxito a la separación de mezclas aceite-agua.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

➤ Desarrollo experimental de la síntesis de membranas de carbón.

Previo selección de la masa cerámica (**PAC-1**) para el desarrollo y obtención del soporte se procedió a la síntesis de la membrana de carbón de acuerdo a lo especificado en la literatura ^{8, 9, 10, 11} utilizando para ello los soportes No 4 y No 15 cuyas características se presentan en la tabla No 6 mientras que para la síntesis de la membrana se utilizó una resina marca **CETEPOXVP-598-5-H** y un catalizador del tipo **CETEPOX 100-R**.

Tabla VI Permeabilidad de los soportes utilizados para la impregnación con resina.

Membranas	Impregnación	Espesor Inicial (mm)	Espesor 1 (mm)	Espesor 2 (mm)
4	Resina más catalizador	3,9	4,0	N.D
15	Resina sin catalizador	3,6	3,6	N.D

Soporte No 4 * Soporte No 15

Tabla VII Impregnación de los soportes con resina y (sin) catalizador.

Espesor 1: Impregnación antes de sinterizar

Espesor 2: Espesor después de la sinterización

Volumen (ml)	t (min)	t(s)	T total (s)	Presión	Caudal (mls/seg)	Permeabilidad (L/hm ² bar)	Permeabilidad (m ³ /hm ² bar)	Permeabilidad (m ³ /m ² seg)
15	12	85	805	2	0,01863354	447,2049689	0,447204969	0,000248447 *
15	6	95	455	2	0,032967033	791,2087912	0,791208791	0,00043956

Para la impregnación de los soportes se utilizó una relación 3 / 1 de resina / catalizador para uno de los casos, mientras que para el otro no se usó catalizador depositando la mezcla sobre la cara activa del soporte de forma homogénea dejándolo secar 72 horas a temperatura ambiente y finalmente se realizaba la medición del soporte para determinar el espesor de la impregnación aplicada.

El procedimiento empleado para la sinterización de la membrana fue depositar los soportes impregnados sobre un porta muestra de refractario el cual se colocó en el interior de una mufla marca BT- 170 con control de temperatura programable utilizando una rampa de calentamiento de 5°C/min en atmósfera inerte de argón de 6 L/Min hasta una temperatura de 850°C que una vez alcanzada, se mantenía un tiempo de residencia de 60 min y posteriormente se dejaba enfriar hasta temperatura ambiente en atmósfera inerte.

Los resultados de las síntesis de las membranas fueron analizados por microscopía electrónica de barrido (SEM) en el Instituto Técnico de Minerales de Argentina (INTEMIN) para poder observar la deposición de carbono sobre la superficie del soporte lo que se presenta en la Figura 7.

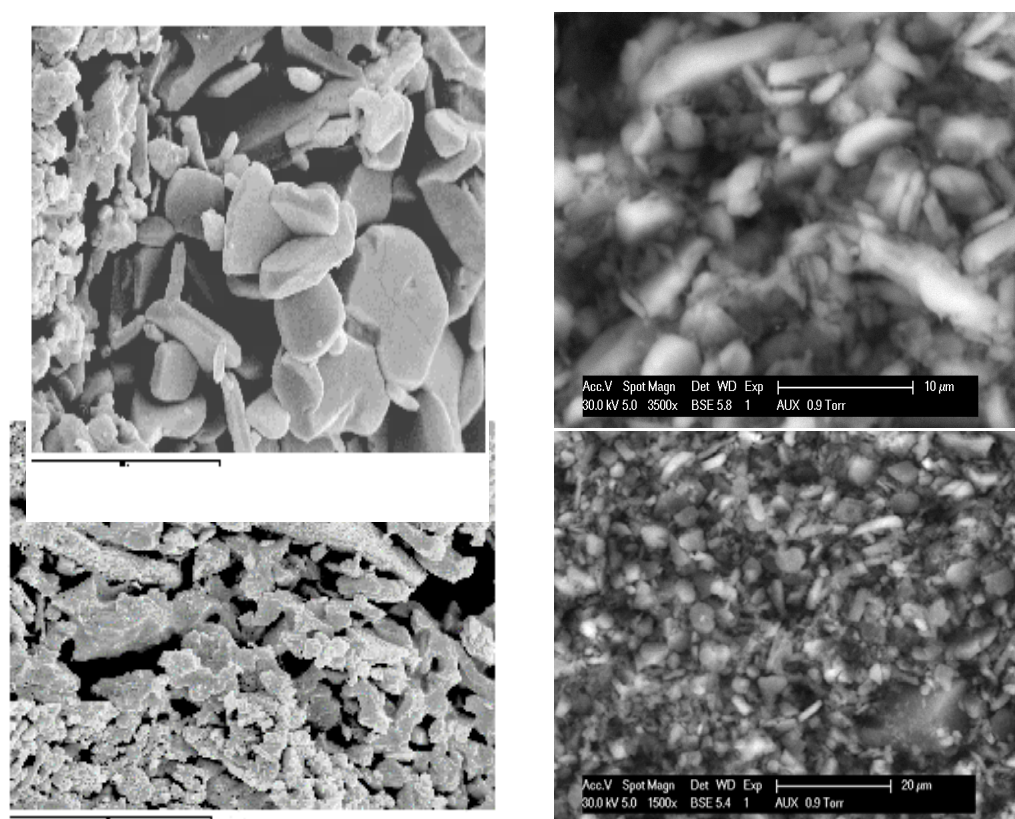


Figura 7 Obtención de membranas sobre soportes inorgánicos para la potabilización de agua.

Imagen de microscopía electrónica de barrido del soporte SM 0-2 y de la membrana soportada (escala de 10 μm y 20 μm .)

En las mismas se pueden observar los cambios de coloración del soporte como resultado de la deposición de la membrana de carbón, posterior a la descomposición del polímero utilizado.



Por último, con vistas a su aplicación en el tratamiento de agua se dispuso para la evaluación de la membrana de una muestra de agua contaminada M-1 con las siguientes características de coliformes totales y fecales.

Tabla VIII Pruebas de filtración de las membranas soportadas en soportes inorgánicos.

Identificación de las muestras	Coliformes totales NMP/100ML	Coliformes fecales NMP/100ML
M-1 Prueba en blanco	240	12
M-4 filtrada con soporte impregnado con resina	13	4
M-15 Filtrada con soporte con resina y catalizador	8	4

Como podemos observar de la tabla No 8 el agua filtrada por las membranas obtenidas con resina (con y sin catalizador) tienen una remoción de microorganismo de 94.58 y 96.66% de coliformes totales y 66.66% de coliformes fecales lo que implica que se debe de continuar ajustando la porosidad de la membrana debido a que por la norma SMWW9221B, E considerada la técnica para la determinación de coliformes totales y fecales establece como límites permisibles valores menores de **2 NMP/100ML** de ambos.

En función de ir ajustando la porosidad de la membrana se llevó a efecto una segunda etapa de impregnación de los soportes que incluyó uno nuevo identificado como el soporte No 3 el cual se impregnó al igual que la No 15 con dos capas de resina más catalizador, mientras que en la No 4 se utilizaron dos capas de resina con los siguientes resultados.

Tabla IX Pruebas de filtración de las membranas soportadas en soportes inorgánicos para una segunda etapa de impregnación.

Identificación de las muestras	Coliformes totales NMP/100ML	Coliformes fecales NMP/100ML
M-2 Prueba en blanco	1600	38
M-4 filtrada con soporte impregnado con resina	80	30
M-15 Filtrada con soporte con resina y catalizador	11	<2
M-3 Filtrada con soporte con resina y catalizador	11	2

Como podemos observar de la tabla No IX la muestra No 4 con dos capas de impregnación de resina solamente tiene una remoción de coliformes totales de 95% y de fecales de 21.0% lo que no mejoró en relación a lo anterior por el contrario la eliminación de fecales resultó mucho menor, no así en los casos de las muestras no 3 y 15 respectivamente donde se usaron dos capas de resina con catalizador para una remoción de 99.31% en coliformes totales y 94.74 en coliformes fecales lo que implica que una segunda etapa de impregnación para la segunda variante consistente en el uso de la resina en conjunto con el catalizador posibilita una mejoría en el ajuste de la porosidad de la membrana soportada y con ello, una eliminación mayor de microorganismos a pesar de que aún no se cumple con la norma permisible de **< 2 NMP/100ML** lo que implicará un estudio de la aplicación de esta tecnología por etapas de tratamiento para la potabilización del agua.

Considerando estos resultados se procedió al tratamiento de la muestra de agua seleccionada aplicando la tecnología por etapas de tratamiento, es decir, se utilizaron las muestras 3 y 15 con dos capas de resina mas catalizador filtrando primero por la membrana No 3 un volumen de 450 ml y a



continuación a partir del volumen residual obtenido de la muestra No 3 se pasó por la membrana No. 15 obteniéndose resultados por debajo de la norma **< de 2 NMP/100ML**. No obstante, los valores de coliformes totales y fecales iniciales distaron mucho del nivel de contaminación de las muestras anteriores al parecer por el cambio de la fuente de abasto.

CONCLUSIONES

1. La búsqueda bibliográfica realizada permitió obtener la información necesaria para seleccionar el método de obtención de una membrana de carbón para su deposición sobre soportes (discos) de α -alúmina.
2. Las materias primas escogidas (alúmina técnica, la arcilla caolinítica tipo bulk clay y la dolomita) permitieron obtener la formulación pertinente a fin de sintetizar soportes con características adecuadas tal y como se exponen en la tabla No 3 y No 4 respectivamente.
3. De la formulación practicada a partir de la pasta PAC-1 se obtuvo un lote de 15 soportes en forma de discos de los cuales se seleccionaron 9 para la deposición de membranas de carbón con resultados satisfactorios (ver tabla No V).
4. Las membranas soportadas obtenidas, presentan índices de remoción para dos impregnaciones de resina con el catalizador, de 99% para coliformes totales y de 95% para coliformes fecales lo que posibilitó una mejoría en el ajuste de la porosidad de la membrana. No así, para dos ciclos de impregnación con resina solamente. Lo que aun para ambos casos está por debajo del límite permisible (**2 NMP/100ML**) según las norma de métodos estándar para el análisis de agua y aguas residuales (SMWW, 1998).

BIBLIOGRAFÍA

- Arora, M.L and B.M Michalczyk.1986.Pilot scale evaluation ultrafiltration to remove humic substances from groundwater.
- González, Carlos; Blasa Delgado. 2005. Tecnología para la producción de membranas. Informe de Investigación del CIPIMM.
- Firma Fairey. 2000. Catalogo de la Firma Fairey.
- Kolega, M. et al. Desinfection and clarification of treated Sewage by advance Microfiltration. NC 54-183.1978.Arcilla. Contracción al secado, contracción de quemado, contracción total. NC 54-293, 1984.Caolín levigado. Ensayos físicos NC 54-312. 1985. Materias primas para cerámicas. Determinación de la densidad y la adsorción NC 54-185.1985.Materias primas para cerámicas. Determinación de la humedad.
- Mandra, V. et al. 1992..Utilisation Ultrafiltration Pour la disinfection d residue Urbane.
- Mallevalle, Joel;Meter Odendaal;Mark R. Wiesner.1998.Tratamiento de agua por procesos de membrana. American water works association.
- Márchese, José. 1995. Proceso con membranas. Argentina: Editorial Universitaria de San Luis.
- Olivieri, V.P. et al. 1991 Continous Microfiltration of secondary wastewater effluent.
- Pan, Y. et al. 1995. Preparación de membranas de carbón a partir de la pirolisis de antracita.
- Saavedra, Aldo; Julio Romero. Membranas inorgánicas cerámicas para micro y ultrafiltración. Universidad de Santiago de Chile
- Shiflett, Mark B. and Henry C. Foley. 2001. Reproducible production of nanoporous carbon membranes, Carbon 39 (9): 1421-1425.
- Taylor, J.S.; D.M.Thompson. 1987. Applying Membrane Processes to Groundwater.
- Universidad de Valladolid. 2005. Principales líneas de investigación en membranas del grupo de superficies y materiales porosos de la Universidad de Valladolid.
- Wang, L. et al. 1995. Producción de membranas de carbón sobre discos de α -alúmina, mediante el método de deposición química