



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO**

---

---

**FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTILÁN**

**“Estudio experimental del transporte de masa en el proceso híbrido de intercambio iónico y electrodiálisis para la remoción de arsénico en soluciones diluidas”**

**TESIS**

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

**INGENIERA QUÍMICA**

PRESENTA

**KENIA ELIZABETH CONTRERAS MARTÍNEZ**

**IRAZEMA OLIVA TAPIA**

ASESOR: I. Arturo Ortega Díaz

COASESOR: Dr. Eligio Pastor Rivero Martínez

CUAUTITLAN IZCALLI, MEXICO 2018



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



UNIVERSIDAD NACIONAL  
AUTÓNOMA DE  
MÉXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN  
UNIDAD DE ADMINISTRACIÓN ESCOLAR  
DEPARTAMENTO DE EXÁMENES PROFESIONALES

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN

ASUNTO: VOTO APROBATORIO



M. en C. JORGE ALFREDO CUÉLLAR ORDAZ  
DIRECTOR DE LA FES CUAUTITLÁN  
PRESENTE

ATN: I.A. LAURA MARGARITA CORTAZAR FIGUEROA  
Jefa del Departamento de Exámenes Profesionales  
de la FES Cuautitlán.

Con base en el Reglamento General de Exámenes, y la Dirección de la Facultad, nos permitimos comunicar a usted que revisamos el: Trabajo de Tesis

**Estudio experimental del transporte de masa en el proceso híbrido de intercambio iónico y electrodiálisis para la remoción de arsénico en soluciones diluidas.**

Que presenta la pasante: Kenia Elizabeth Contreras Martínez  
Con número de cuenta: 309089120 para obtener el Título de la carrera: Ingeniería Química

Considerando que dicho trabajo reúne los requisitos necesarios para ser discutido en el EXAMEN PROFESIONAL correspondiente, otorgamos nuestro VOTO APROBATORIO.

ATENTAMENTE  
"POR MI RAZA HABLARÁ EL ESPÍRITU"  
Cuautitlán Izcalli, Méx. a 25 de Octubre de 2017.

PROFESORES QUE INTEGRAN EL JURADO

	NOMBRE	FIRMA
<b>PRESIDENTE</b>	Dr. José de Jesús Pérez Saavedra	
<b>VOCAL</b>	Dr. Ricardo Paramont Hernández García	
<b>SECRETARIO</b>	M. en I. Arturo Ortega Díaz	
<b>1er. SUPLENTE</b>	M. en C. Gilberto Atilano Amaya Ventura	
<b>2do. SUPLENTE</b>	Dra. Sandy María Pacheco Ortín	

NOTA: los sinodales suplentes están obligados a presentarse el día y hora del Examen Profesional (art. 127).

LMCF/cga\*



UNIVERSIDAD NACIONAL  
AUTÓNOMA DE  
MÉXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN  
UNIDAD DE ADMINISTRACIÓN ESCOLAR  
DEPARTAMENTO DE EXÁMENES PROFESIONALES

ASUNTO: VOTO APROBATORIO



M. en C. JORGE ALFREDO CUÉLLAR ORDAZ  
DIRECTOR DE LA FES CUAUTITLÁN  
PRESENTE

ATN: I.A. LAURA MARGARITA CORIAZAR FIGUEROA  
Jefa del Departamento de Exámenes Profesionales  
de la FES Cuautitlán.

Con base en el Reglamento General de Exámenes, y la Dirección de la Facultad, nos permitimos comunicar a usted que revisamos el: Trabajo de Tesis

Estudio experimental del transporte de masa en el proceso híbrido de intercambio iónico y electrodiálisis para la remoción de arsénico en soluciones diluidas.

Que presenta la pasante: Irazema Oliva Tapia  
Con número de cuenta: 412115471 para obtener el Título de la carrera: Ingeniería Química

Considerando que dicho trabajo reúne los requisitos necesarios para ser discutido en el EXAMEN PROFESIONAL correspondiente, otorgamos nuestro VOTO APROBATORIO.

ATENTAMENTE  
"POR MI RAZA HABLARÁ EL ESPÍRITU"  
Cuautitlán Izcalli, Méx. a 25 de Octubre de 2017.

PROFESORES QUE INTEGRAN EL JURADO

	NOMBRE	FIRMA
PRESIDENTE	Dr. José de Jesús Pérez Saavedra	
VOCAL	Dr. Ricardo Paramont Hernández García	
SECRETARIO	M. en I. Arturo Ortega Díaz	
1er. SUPLENTE	M. en C. Gilberto Atilano Amaya Ventura	
2do. SUPLENTE	Dra. Sandy María Pacheco Ortín	

NOTA: los sinodales suplentes están obligados a presentarse el día y hora del Examen Profesional (art. 127).

LMCF/cga\*

# Dedicatoria

Kenia Elizabeth

Dedico este trabajo a mis padres y Lesly, son mi principal fuente de energía. También a Carlos por acompañarme todo este tiempo, escucharme y alentarme. A mis asesores de tesis por su paciencia y enseñanzas, además de permitirnos formar parte de este proyecto, de igual forma a Irazema por invitarme, sin la cual no estaría aquí.

Irazema

Le dedico esta Tesis principalmente a Dios por permitirme llegar esta parte tan importante de mi vida profesional, a mis padres porque son el pilar de mi formación académica y profesional, sin ellos no habría podido lograrlo. A mi compañera de tesis Kenia conocemos cuanto nos costó poder culminar esta Tesis, te la dedico porque dedicaste una gran parte de tiempo en la realización de este proyecto. A mis asesores de Tesis que me permitieron formar parte de su equipo y logramos nuestro principal objetivo.

# Agradecimientos

Kenia Elizabeth

En primer lugar quiero agradecer a mis papás, Guadalupe y Pepe, sin los cuales no estaría aquí. Una vida no me alcanzará para devolverles todo el amor y cuidado que han puesto en mi educación, han dado lo mejor de ustedes para hacerme una persona de buenos valores. Créanme cuando digo que para mí no hay nada más valioso que todo el esfuerzo que han dedicado a sus hijas.

A ti Lesly, te agradezco por ser mi compañera de vida, crecimos juntas y hemos aprendido muchas cosas de igual forma, a pesar de poseer distintas personalidades he aprendido mucho de ti y me gustaría ser una inspiración para ti al igual que tú lo eres para mí.

A las personas que son como mi familia: Rosa, mi amiga de toda la vida y voz de la realidad, Viridiana un ángel en mi vida y una gran persona de la cual he aprendido mucho y espero seguir aprendiendo, y Juan Carlos, la persona que ha estado conmigo durante más de tres años los cuales han significado mucho en mi vida y me ha dado la confianza en mí misma que tanto necesitaba, además me soportaste en los momentos más difíciles de la elaboración de este trabajo.

A todos ustedes los amo infinitamente.

También quiero agradecer a la UNAM y a sus profesores, que desde que ingresé a la ENP 9 me ha dado las herramientas necesarias para mi formación académica y la orientación para escoger la carrera de Ingeniería Química en la FES Cuautitlán. Formar parte de esta comunidad ha sido una de las mejores experiencias de mi vida y no lo cambio por nada. Igual a los compañeros que me ayudaron cuando no comprendía algunas cosas.

Al programa de apoyo de investigación e Innovación tecnológica PAPIIT (PROGRAMA UNAM-DGAPA-PAPIIT IN114315), por su apoyo económico que se nos proporcionó durante este proyecto. También a la sección de química analítica por prestarnos el equipo de absorción atómica con generador de hidruros para cuantificar al arsénico y a Arturo por enseñarnos a utilizarlo.

Al Dr. Pastor Rivero y al ahora Dr. Arturo Ortega, por darme la oportunidad de participar en este proyecto donde he aprendido muchas cosas, ha sido una experiencia muy agradable.

A mi familia en general abuelitos, tíos, primos... los quiero mucho.

Y finalmente a Irazema, sin la cual no habría participado en este proyecto, muchas gracias por invitarme, y por tu paciencia, nos costó pero hicimos un buen trabajo. Te quiero mucho.

# Agradecimientos

## Irazema

A Dios porque creo en la existencia de un ser divino que me ha puesto en esta tierra para un objetivo y que finalmente me ha permitido culminar con este proyecto de vida, a él que me ha acompañado hasta este momento y lo seguirá haciendo, me ha dado las mejores enseñanzas de vida, agradezco la infinita felicidad que hasta hoy tengo, gracias DIOS.

A mis padres María de Lourdes y Hernán Esteban, mi más grande respeto y admiración, mi gran ejemplo, gracias a ellos he llegado hasta donde ahora estoy y por ellos me convertiré en lo que estoy destinada a ser, gracias por guiar mi camino, gracias por sus valores, enseñanzas, costumbres y creencias, son la mejor herencia que pudieron darme, porque me enseñaron que para poder cumplir nuestros sueños es necesario esforzarse, ser constante y perseverante. A mi papá un gran guerrero que me ha demostrado que cuando haces las cosas con amor nunca tendrás que trabajar, que ante la adversidad siempre hay que poner la mejor cara, por sus conocimientos que ha compartido a lo largo de nuestra carrera escolar y que ahora comparte en nuestra vida personal y laboral, porque es y seguirá siendo mi más grande admiración, el mejor maestro e ingeniero. A mi mamá la mujer más admirable y guerrera, que sin pedir nada a cambio ha sacrificado su vida por nuestra familia, porque me ha enseñado a soñar con los pies en la tierra, a no olvidar la humildad y nuestros orígenes, porque me ha dado la fuerza y el carácter que necesito, gracias por su tiempo, dedicación, esfuerzo, por sus desvelos, por sus consejos por sus enojos, por todo y más. Son los mejores padres que la vida me ha dado los Amo.

A mi hermana Izamat Oliva mi gran compañera de vida, me enseñó que ante la adversidad hay que saberse levantar y buscar la soluciones, que de los errores se aprende y se hace más fuerte, que aún con muchos obstáculos es posible cumplir los sueños y que no hay nada imposible que no pueda lograrse, gracias por quererme tanto, por tú tiempo y cuidados gracias hermanita.

Al Dr. Pastor Rivero y el Dr. Arturo Ortega, por invitarme a participar en este proyecto, porque creyeron en mí y me motivaron, por su apoyo, por compartir sus conocimientos, por su sabiduría, por su tiempo y dedicación gracias, me llevo la mejor experiencia de mi vida y todas sus enseñanzas.

A la Dr. Alicia por su compañía, por sus consejos, por su paciencia, por compartirnos su espacio de trabajo, por apoyarnos con las dudas presentadas durante la tesis muchas gracias.

Al programa de apoyo de investigación e Innovación tecnológica PAPIIT, por su apoyo económico que nos ayudó durante este proyecto.

A mi mejor amiga Azalea Medina, un gran ejemplo a seguir, no hace falta estar cerca para demostrarme su cariño, porque me ha escuchado y comprendido, me ha dado los mejores consejos en la vida, porque aprendí muchas cosas de ti y principalmente el amor por el estudio por ser tan dedicada que me inspiraba, con todo cariño gracias Azalea.

A mi tía Julia que nos ha demostrado su cariño a lo largo de nuestra vida, quien nos ha visto crecer y convertirnos en lo que somos ha sido como una madre desde lejos pero que siempre nos cuida y está pendiente de nosotros, gracias por soportar nuestros berrinches la quiero mucho tía.

A mis compañeros de la Universidad Jacqueline Medina, quien inicialmente formo parte de este proyecto gracias por tu apoyo y ejemplo, a Rosario, Yadira, Rocio por soportarme durante nuestro periodo de Universidad y que siguen compartiendo su amistad. A Mary Paz mi gran admiración porque iniciamos este camino juntas y ya cada quien lo está culminando, gracias por tu confianza por enseñarme, por tus consejos. A David Avelino muchas gracias eres un gran amigo, gracias por enseñarme y ayudarme a comprender en las materias que se me hacían difíciles.

A mis maestros de universidad quienes compartieron sus conocimientos y técnicas para poder desarrollarme en el ámbito laboral, gracias por su experiencia, paciencia, consejos, tiempo y dedicación a ellos les debo los conocimientos obtenidos durante las clases para que finalmente pueda aplicarlo de la mejor manera.

Finalmente agradezco a la persona más importante, a mi compañera de Tesis Kenia Elizabeth porque sin su presencia no podríamos haber culminado este proyecto, gracia por tu paciencia y dedicación sabemos cuánto tiempo nos tomó lograr este proyecto, gracias por aceptar participar en el mismo, gracias por todo el esfuerzo que le pusiste al final cuando a mi ya se me complicaba, te quiero, la mejor compañera de Tesis.

Gracias a todas las personas que me ayudaron directa e indirectamente en la realización de esta Tesis.

# Contenido

<b>INTRODUCCIÓN .....</b>	<b>12</b>
<b>OBJETIVOS .....</b>	<b>13</b>
OBJETIVO GENERAL .....	13
OBJETIVOS PARTICULARES .....	13
<b>CAPÍTULO 1. ANTECEDENTES .....</b>	<b>14</b>
<b>1.1 AGUA .....</b>	<b>14</b>
1.1.1 POTABILIZACIÓN DEL AGUA .....	14
<b>1.2 ARSÉNICO .....</b>	<b>16</b>
1.2.1 FORMAS INORGÁNICAS DEL ARSÉNICO .....	17
1.2.2 IMPACTO EN LA SALUD Y EL AMBIENTE .....	18
1.2.2.1 Efectos del arsénico en la salud humana .....	19
1.2.3 CUANTIFICACIÓN DEL ARSÉNICO .....	20
1.2.3.1 Cuantificación del Arsénico por el método de espectrometría de absorción atómica-generación de hidruros .....	20
1.2.3.2 Fundamento teórico .....	20
1.2.3.3 Generación de Hidruros .....	21
<b>CAPÍTULO 2. PROCESO HÍBRIDO DE INTERCAMBIO IÓNICO Y ELECTRODIÁLISIS (IXED) .....</b>	<b>23</b>
<b>2.2 INTERCAMBIO IÓNICO .....</b>	<b>24</b>
2.2.1 FUNDAMENTO DEL INTERCAMBIO IÓNICO .....	25
2.2.2 INTERCAMBIADORES IÓNICOS .....	26
2.2.3 RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO .....	27
2.2.3.1 Propiedades de las resinas: .....	28
<b>2.3 ELECTRODIÁLISIS .....</b>	<b>29</b>
2.3.1 MEMBRANAS DE INTERCAMBIO IÓNICO .....	29
2.3.1.1 Características de las Membranas: .....	32
<b>CAPÍTULO 3. ESTUDIO EXPERIMENTAL DEL PROCESO IXED CON CLORURO DE SODIO .....</b>	<b>34</b>
<b>3.1 EXPERIMENTACIÓN CON UNA CELDA DE TRES COMPARTIMIENTOS ALIMENTADOS DE UNA SOLUCIÓN DE NaCl .....</b>	<b>34</b>
<b>3.2 EXPERIMENTACIÓN CON UNA CELDA DE CINCO COMPARTIMIENTOS .....</b>	<b>38</b>
3.2.1 METODOLOGÍA PARA EL ESTUDIO DE LA CELDA IXED ALIMENTADA CON UNA SOLUCIÓN DE NaCl .....	39
3.2.2 RESULTADOS Y ANÁLISIS DE LOS EXPERIMENTOS REALIZADOS EN LA CELDA IXED CON NaCl .....	39
3.2.3 CONCLUSIONES .....	41
<b>CAPÍTULO 4. ESTUDIO EXPERIMENTAL DEL PROCESO IXED CON ARSENIATO DE SODIO .....</b>	<b>43</b>
<b>4.1 METODOLOGÍA DE TRABAJO CON LA CELDA IXED .....</b>	<b>43</b>
4.1.1 METODOLOGÍA PARA LA CUANTIFICACIÓN DE AS CON EL EQUIPO VARIAN SPECTRAA 800 DE ABSORCIÓN ATÓMICA CON GENERADOR DE HIDRUROS .....	44
4.1.2 OPERACIÓN DEL EQUIPO DE ABSORCIÓN ATÓMICA CON GENERADOR DE HIDRUROS .....	45
4.1.3 RESULTADOS DE LA MEDICIÓN EN EL EQUIPO DE ABSORCIÓN ATÓMICA CON GENERADOR DE HIDRUROS .....	46

<b>4.2 RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....</b>	<b>48</b>
<b>4.3 CONCLUSIONES.....</b>	<b>55</b>
<b>CONCLUSIONES GENERALES.....</b>	<b>56</b>
<b>ANEXO A. DIAGRAMA DE DISTRIBUCIÓN DE ESPECIES DE ARSÉNICO.....</b>	<b>58</b>
<b>ANEXO B. ACONDICIONAMIENTO DE LA RESINA Y MEMBRANAS DE INTERCAMBIO IÓNICO. ....</b>	<b>61</b>
<b>REFERENCIAS .....</b>	<b>62</b>

## Lista de tablas por capítulo

### CAPÍTULO 1

<b>TABLA 1.1</b> PROPIEDADES QUÍMICAS Y FÍSICAS DEL ARSÉNICO .....	16
<b>TABLA 1.2</b> POTENCIALES ESTÁNDAR DE REDUCCIÓN .....	17
<b>TABLA 1.3</b> CONCENTRACIÓN DE ARSÉNICO EN DIFERENTES ESTADOS DE LA REPÚBLICA MEXICANA.....	18
<b>TABLA 1.4</b> TÉCNICAS DE CUANTIFICACIÓN DE ARSÉNICO.....	20

### CAPÍTULO 3

<b>TABLA 3.1</b> DATOS DE EXPERIMENTOS REALIZADOS EN LA CELDA EDI DE TRES COMPARTIMIENTOS ALIMENTADA CON UNA SOLUCIÓN DE NaCl EN EL COMPARTIMIENTO SD .....	36
---	----

### CAPÍTULO 4

<b>TABLA 4.1</b> PREPARACIÓN DE LA CURVA DE CALIBRACIÓN .....	45
<b>TABLA 4.2</b> PARÁMETROS ESTABLECIDOS PARA LA LECTURA DE AS EN EL EQUIPO DE ABSORCIÓN ATÓMICA. ....	46
<b>TABLA 4.3</b> FLUJOS DE ALIMENTACIÓN.....	46
<b>TABLA 4.4</b> CÁLCULO DE CONCENTRACIONES DE LAS MUESTRAS SD, CC Y CA DE LA CELDA IXED OPERADA A 15 V Y UNA CONCENTRACIÓN INICIAL DE 10 PPM AS. ....	47
<b>TABLA 4.5</b> EFICIENCIA DE CORRIENTE EN LA REMOCIÓN DE As(V) DEL COMPARTIMIENTO SD. ....	54

# Lista de figuras por capítulo

## CAPÍTULO 1

<b>FIGURA 1. 1</b> DIAGRAMA EH-PH DE ESPECIES ACUOSAS DE ARSÉNICO EN EL SISTEMA AS-O <sub>2</sub> -H <sub>2</sub> O.....	18
<b>FIGURA 1.2</b> GRÁFICO DE VARIACIÓN DE ABSORBANCIA EN FUNCIÓN DE LA CONCENTRACIÓN.....	21

## CAPÍTULO 2

<b>FIGURA 2. 1</b> EJEMPLOS DE INTERCAMBIO IÓNICO ANIÓNICO. A) CON CARGAS POSITIVAS EN LA MATRIZ Y CONTRAIONES. B) EJEMPLO DEL PROCESO DE INTERCAMBIO ANIÓNICO.....	24
<b>FIGURA 2. 2</b> ESQUEMA DE RESINAS CATIONICA Y ANIÓNICA .....	25
<b>FIGURA 2. 3</b> REPRESENTACIÓN ESQUEMÁTICA DE LA DESMINERALIZACIÓN .....	26
<b>FIGURA 2. 4</b> INTERCAMBIO IÓNICO POR PERMEACIÓN DE MEMBRANA.....	29
<b>FIGURA 2. 5</b> ESTRUCTURA DE LAS MEMBRANAS.....	30
<b>FIGURA 2. 6</b> MECANISMOS DE TRANSFERENCIA A TRAVÉS DE LAS MEMBRANAS.....	31
<b>FIGURA 2. 7</b> REPRESENTACIÓN ESQUEMÁTICA DE LA ESTRUCTURA DE LAS MEMBRANAS.....	31
<b>FIGURA 2. 8</b> REPRESENTACIÓN ESQUEMÁTICA DE UNA MEMBRANA CATIONICA SELECTIVA. ....	32
<b>FIGURA 2. 9</b> REPRESENTACIÓN ESQUEMÁTICA DE UNA MEMBRANA ANIÓNICA SELECTIVA.....	33

## CAPÍTULO 3

<b>FIGURA 3. 1</b> ESQUEMA DE LA CELDA DE EDI PARA LA REMOCIÓN DE CLORUROS, CON TRES COMPARTIMIENTOS SEPARADOS POR UNA MEMBRANA ANIÓNICA (MA) Y CATIONICA (MC). EL COMPARTIMIENTO SD SE EMPACÓ CON RESINA COMBINADA. ....	35
<b>FIGURA 3. 2</b> PH VS. TIEMPO PARA EXPERIMENTO CON TRES COMPARTIMIENTOS A 15V Y 10.07 MA .....	37
<b>FIGURA 3. 3</b> ESQUEMA D LA CELDA IXED PARA LA REMOCIÓN DE CLORUROS, CON CINCO COMPARTIMIENTOS SEPARADOS POR MEMBRANAS ANIÓNICAS (MA) Y CATIONICAS (MC). EL COMPARTIMIENTO SD SE EMPACÓ CON RESINA ANIÓNICA.....	38
<b>FIGURA 3. 4</b> VISTA EXTENDIDA DE LA CELDA IXED .....	39
<b>FIGURA 3. 5</b> CONCENTRACIÓN DE CLORUROS (MOL/L) DE LOS COMPARTIMIENTOS SD Y CA EN FUNCIÓN DEL TIEMPO EN LA CELDA EDI A 10MA Y 25MA. ....	40
<b>FIGURA 3. 6</b> CONDUCTIVIDAD (μS) Y PH DEL COMPARTIMIENTO SD EN FUNCIÓN DEL TIEMPO EN LA CELDA EDI, A 10 MA Y 25 MA .....	41
<b>FIGURA 3. 7</b> CONDUCTIVIDAD (μS) Y PH DEL COMPARTIMIENTO CA EN FUNCIÓN DEL TIEMPO EN LA CELDA EDI, A 10 MA Y 25 MA .....	41

## CAPÍTULO 4

<b>FIGURA 4. 1</b> ESQUEMA DEL SISTEMA EXPERIMENTAL PARA LA REMOCIÓN DE AS EN UNA CELDA HÍBRIDA DE INTERCAMBIO IÓNICO Y ELECTRODIÁLISIS (IXED).....	44
<b>FIGURA 4. 2</b> ESQUEMA DEL ARREGLO PARA LA DETERMINACIÓN DE ARSÉNICO POR EL MÉTODO DE ABSORCIÓN DE ATÓMICA CON GENERADOR DE HIDRUROS Y SISTEMA DE INYECCIÓN DE FLUJO. ....	45
<b>FIGURA 4. 3</b> CURVA DE CALIBRACIÓN UTILIZADA EN LA CUANTIFICACIÓN DE ARSÉNICO PRESENTE MUESTRAS OBTENIDAS DEL EXPERIMENTO REALIZADO A 15V Y UNA CONCENTRACIÓN INICIAL DE 10 PPM AS (LA LÍNEA ÚNICAMENTE MUESTRA LA TENDENCIA DE LOS DATOS OBTENIDOS).....	47
<b>FIGURA 4. 4</b> CONCENTRACIÓN NORMALIZADA DE AS RELATIVA A LA CONCENTRACIÓN INICIAL C <sub>0</sub> PARA LAS SOLUCIONES CA, SD Y CC DURANTE EL PROCESO IXED A 15 V Y C <sub>0</sub> =13.3 PPM AS (LAS LÍNEAS SÓLO MUESTRAN LA TENDENCIA DE LOS DATOS EXPERIMENTALES).....	48
<b>FIGURA 4. 5</b> CONDUCTIVIDAD NORMALIZADA RELATIVA A LA CONDUCTIVIDAD INICIAL PARA LAS SOLUCIONES CA, CC Y SD DURANTE LA REMOCIÓN DE ARSENIATOS; IXED A 15 V Y C <sub>0</sub> =13.3 PPM AS (LAS LÍNEAS SOLAMENTE MUESTRAN LA TENDENCIA DE LOS DATOS EXPERIMENTALES).....	48
<b>FIGURA 4. 6</b> ESQUEMA DEL TRANSPORTE DE LOS IONES PRESENTES DENTRO DE LA CELDA IXED. A <sup>-</sup> REPRESENTA LOS IONES DE AS(V).....	49

<b>FIGURA 4. 7</b> DISMINUCIÓN DE CONCENTRACIÓN DE ARSÉNICO NORMALIZADA EN SOLUCIONES SD DURANTE LOS EXPERIMENTOS IXED A DIFERENTES CONCENTRACIONES INICIAL Y A UN POTENCIAL DE CELDA DE 15 V. ....	50
<b>FIGURA 4. 8</b> DISMINUCIÓN DE LA CONCENTRACIÓN NORMALIZADA DE ARSÉNICO EN LAS SOLUCIONES DE CC DURANTE EXPERIMENTOS IXED A DIFERENTES CONCENTRACIONES INICIALES Y POTENCIALES DE CELDA: (A) 5 Y 10 V; (B) 15 V. ....	51
<b>FIGURA 4. 9</b> CONDUCTIVIDAD NORMALIZADA RELATIVA A LA CONDUCTIVIDAD INICIAL A DISTINTOS VOLTAJES DEL COMPARTIMIENTO SD CON $C_0=15$ PPM. ....	51
<b>FIGURA 4. 10</b> CONDUCTIVIDAD NORMALIZADA RELATIVA A LA CONDUCTIVIDAD INICIAL A DISTINTOS VOLTAJES DEL COMPARTIMIENTO CA CON $C_0=15$ PPM. ....	51
<b>FIGURA 4. 11</b> VARIACIÓN DE PH EN EL COMPARTIMIENTO SD. ....	52
<b>FIGURA 4. 12</b> VARIACIÓN DE PH EN EL COMPARTIMIENTO CA PARA DISTINTOS EXPERIMENTOS. ....	52
<b>FIGURA 4. 13</b> VARIACIÓN DE PH DEL COMPARTIMIENTO CA A DISTINTOS POTENCIALES DE CELDA A 10 PPM AS DURANTE EL PROCESO IXED. ....	53

# Introducción

El agua es uno de los recursos con mayor demanda para toda la población, sin embargo nuestro país posee aproximadamente el 0.1% del total de agua dulce disponible a nivel mundial, por lo que México es considerado un país con baja disponibilidad de agua.

De acuerdo con las cifras de la CONAGUA (2010), el 70% del agua consumida en nuestro país es extraída del subsuelo, 27% de las aguas superficiales son de calidad aceptable y 24% de estas aguas no se usan porque están muy contaminadas, cerca del 15% de la demanda nacional del líquido (calculada en 78.4 miles de millones de m<sup>3</sup>), proviene de fuentes no sostenibles y de este porcentaje 56% se extrae de acuíferos considerados sobreexplotados.

Si al pequeño porcentaje de agua dulce que posee México le añadimos que está sujeto a perder su calidad, ya sea por contaminación natural o antropogénica, la disponibilidad de agua potable para los diferentes usos se reduce, por lo que existe una gran necesidad aplicar métodos eficientes que nos ayuden a disminuir la contaminación. Actualmente debido al crecimiento industrial se han presentado casos de contaminación de agua por alto contenido de metales que han afectado a comunidades enteras con sus consecuentes efectos a la salud humana. Estos problemas son motivo de ocupación a nivel internacional, por cual, existen criterios y normas sobre la calidad del agua.

Uno de los contaminantes que más afectan la calidad del agua es el arsénico, debido a que es uno de los elementos con mayor toxicidad que se pueden encontrar en el medio ambiente, ya sea en alimentos, en agua o aire; de ahí la necesidad de controlar las cantidades de arsénico que puede ser ingerida por los humanos. La Organización Mundial de la Salud ha establecido un límite de 10ppb de arsénico como concentración máxima recomendada.

El presente trabajo hace referencia a una de las nuevas técnicas para la remoción de metales: el proceso híbrido de Intercambio Iónico y Electrodialisis, IXED, por sus siglas en inglés. La cual surge como una alternativa a la problemática de la contaminación del agua, debida a la presencia de metales disueltos en ésta.

Por tanto tiene como objetivo principal el desarrollo experimental para la remoción de arsénico en soluciones diluidas. En este trabajo se desarrolla de forma teórica y experimental el proceso IXED, la cual, como su nombre indica, es una combinación de las técnicas de Electrodialisis (ED) e Intercambio Iónico (IX). Este sistema consta de diversos compartimientos separados por membranas de intercambio iónico, además uno (o más) de estos compartimientos es empacado con un lecho de resina de intercambio; en estos compartimientos se llevan a cabo procesos que involucran la migración de iones a través del sistema, debido a la aplicación de una diferencia de potencial a unos electrodos colocados en los extremos de los compartimientos, además de una continua regeneración de la resina.

En el trabajo experimental se utilizó primero NaCl y posteriormente NaH<sub>2</sub>AsO<sub>4</sub>. El primero para comenzar a entender la estructura y funcionamiento de una celda IXED. La solución se alimentó a cada compartimiento, uno de estos compartimientos, principalmente el que se encuentra

empacado con la resina, el cual es el objeto de estudio, debido a que en éste es donde se lleva a cabo la mayor parte de la remoción de As. Cabe mencionar que además de NaCl o  $\text{NaH}_2\text{AsO}_4$  se utilizan otras sustancias en la celda, como el  $\text{NaNO}_3$  y el  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , las cuales sirven para equilibrar las cargas dentro del sistema.

En el Capítulo 1 se hace una recopilación de información de diversas fuentes, donde se abordan conceptos básicos relacionados con el metal de interés: sus efectos en la naturaleza y en los seres vivos así como también en que consiste la técnica de cuantificación de As utilizada para este trabajo, qué es y los elementos que la componen. En el Capítulo 2 se hará una descripción del proceso IXED, cómo funciona, las ventajas y desventajas que tiene respecto a otras técnicas así como también se describirán la funcionalidad de sus elementos (resinas y membranas).

Finalmente, los siguientes dos capítulos desarrollan la descripción de los experimentos realizados con la celda IXED, incluyendo el arreglo de celda utilizado, la metodología correspondiente, materiales y reactivos utilizados, así como el análisis de los resultados obtenidos en los distintos experimentos.

## Objetivos

### Objetivo General

1. Analizar el funcionamiento de una celda híbrida de intercambio iónico y electrodiálisis (IXED), realizando diferentes pruebas con diferentes arreglos del sistema, para la remoción de arsénico en soluciones diluidas.
2. Cuantificar experimentalmente la remoción de arsénico, As (V), en soluciones diluidas, empleando el proceso híbrido de intercambio iónico y electrodiálisis (IXED), para su posible aplicación en tratamientos de agua terciarios, los cuales generalmente son los encargados de remover metales presentes en agua.

### Objetivos Particulares

1. Analizar el proceso híbrido de intercambio iónico y electrodiálisis en la separación de As(V) de una solución diluida, cuantificando el arsénico mediante el método analítico de absorción atómica con generación de hidruros; y así evaluar la efectividad de dicho proceso.
2. Cuantificar la masa de As (V) removida y comprobar la eficiencia de un sistema de IXED.
3. Establecer los mecanismos (difusión, migración y convección) que pueden presentarse en el transporte del ion arseniato para analizar el desempeño de la celda IXED.
4. Analizar el efecto de la concentración y potencial eléctrico en el desempeño de la celda de EDI en la remoción de As (V).

# Capítulo 1. Antecedentes

## 1.1 Agua

Es de gran importancia señalar que sin el agua, una sustancia aparentemente simple, la vida como la conocemos no sería posible. Tan vital es este líquido que de encontrar su existencia en la luna o en otro planeta sería un indicio de vida en tales lugares.

Hoy en día el agua la encontramos en plantas y animales. Sin agua no podrían realizarse funciones vitales de los organismos como la alimentación y eliminación de desechos, las plantas no podrían realizar la fotosíntesis, que permite la generación de alimentos para los niveles superiores de la cadena alimenticia.

En el mundo contamos con aproximadamente 1,386 millones de km<sup>3</sup> disponibles de agua anualmente, de los cuales el 97.5% es agua salada y el resto es agua dulce, sin embargo de esa cantidad de agua dulce, casi el 70% se encuentra congelada, quedando una mínima cantidad en ríos, lagos, depósitos subterráneos y la humedad del suelo (CONAGUA 2013).

Sin embargo, el agua no puede ser consumida directamente de los ríos, lagos o depósitos subterráneos, ya que esta sustancia debe cumplir con los parámetros dependiendo del uso que se le vaya a dar, por lo que es necesario darle un tratamiento previo a su consumo.

El tratamiento del agua se da porque ésta puede contener sustancias que lleguen a dañar la salud de los seres vivos, a pesar que se encuentren en bajas concentraciones; diversas investigaciones han demostrado que ciertos elementos en baja concentración tienen efectos nocivos y si a eso le añadimos el incremento de las actividades industriales, los residuos químicos en los ríos, lagos y mantos acuíferos provocan que la potabilización del agua se vuelva más laboriosa y costosa.

### 1.1.1 Potabilización del agua

La potabilización consiste en encontrar contaminantes químicos o biológicos dentro del agua dónde se aplican operaciones para eliminarlos, algunas de estas consisten en la eliminación de compuestos volátiles seguido de la precipitación de impurezas con floculantes, filtración y desinfección con cloro u ozono.

Hoy en día las actividades humanas han afectado la calidad del agua de manera significativa, ya que para llevarlas a cabo se requiere agua en grandes cantidades, la cual, una vez tratada y asegurada la calidad, se regresa a los ríos.

Los procesos de potabilización están en función de la calidad del agua en las fuentes de captación, pudiendo ser tan sencillo como la desinfección, o involucrar diversas operaciones unitarias como oxidación, coagulación, floculación, sedimentación y filtración, además de la desinfección. En algunos casos, se llega a requerir intercambio iónico, ósmosis inversa o adsorción con carbón activado.

Además, el agua que procede de ríos necesita un tratamiento complejo y caro antes de llegar a su destino, debido a que las precipitaciones traen cantidades apreciables de materia sólida. También, las emisiones domésticas e industriales incorporan sustancias a la atmósfera que se almacenan en las nubes y posteriormente son liberados mediante la lluvia.

Según la CONAGUA (2007), un proceso básico de potabilización va desde la floculación, sedimentación, filtración hasta la desinfección; se incluye la dosificación y alimentación de los reactivos coagulantes y gas cloro en la desinfección. Con este sistema se puede remover fundamentalmente la turbiedad, contaminación bacteriológica y disminuir los niveles de otros parámetros.

## 1.2 Arsénico

El arsénico es un elemento químico que fue descubierto por el químico alemán Alberto Magno que actualmente se utiliza para la fabricación de aleaciones con el plomo y el cobre. Algunas propiedades químicas y físicas se muestran en la tabla 1.1.

**Tabla 1.1** Propiedades químicas y físicas del arsénico

Número atómico	33
Grupo	15
Periodo	4
Estados de oxidación	-3 +3 +5
Electronegatividad	2.18
Radio atómico/pm	124.5
Densidad (g/dm <sup>3</sup> ) a 25°C	5780
Volumen molar (cm <sup>3</sup> /mol) a 25°C	12.96

Este elemento se encuentra distribuido en la atmósfera, la hidrósfera y la biosfera. En la corteza se encuentra en un promedio de entre 2 y 3 mg As/kg (Nriagu et al., 2007). Es considerado un elemento calcófilo, por su tendencia a concentrarse en las fases sulfuradas. Gran parte del As proviene de fuentes naturales como la meteorización, la actividad biológica y las emisiones volcánicas; además, existe una importante contribución a partir de actividades antropogénicas, tales como procesos industriales (minería, fundición de metales, pesticidas, conservantes de la madera, etc.). El arsénico se encuentra en 320 formas minerales, pero sólo 10 son comunes en los sedimentos de la corteza, suelos y rocas (Henke, 2009).

El elemento puede estar presente en distintos estados de oxidación -III, 0, III, V y en formas inorgánicas y orgánicas, en un amplio rango de concentraciones en aire, agua, suelos, vegetales y animales.

Se puede clasificar a los minerales de arsénico principalmente en arsénico elemental, arseniuros, arsenosulfuros, arsenitos y arseniatos. Los principales minerales del As es la arsenopirita (FeAsS), el realgar(As<sub>4</sub>S<sub>4</sub>) y oropimento (As<sub>2</sub>S<sub>3</sub>). Éstas y otras especies químicas de arsénico que encontramos en el medio son provenientes tanto de fuentes naturales como antropogénicas.

A continuación se mencionan las especies químicas más importantes de arsénico que encontramos, provenientes tanto de fuentes naturales como antropogénicas.

### Naturales

1. Minerales de sulfuros son una de las fuentes más importantes de As en el agua subterránea.
2. Oxidación de Sulfuros de Arsénico, es una fuente primaria de As en la naturaleza, como la arsenopirita (FeAsS), que puede contribuir con altas concentraciones de As en el agua.
3. Los oxihidróxidos de hierro que contienen al As adsorbido pueden ser potenciales fuentes de As disuelto en el agua subterránea, sobre todo si hay condiciones reductoras o si el Arsénico es transportado como coloide al Acuíferos.

4. Productos de la combustión de la arsenopirita. Los vapores consisten esencialmente de  $As_4O_6$  el cual suele originarse por la combustión de los sulfuros que contienen al As en el carbón.
5. El arsénico puede estar presente en la atmósfera en forma de As (III) y As (V).

### Antropogénicas

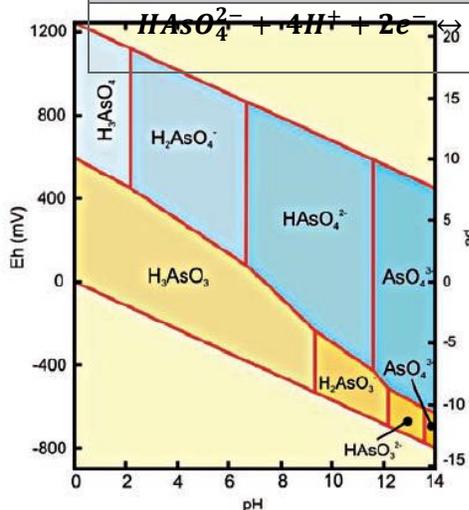
1. Compuestos como arseniato de calcio, arseniato de plomo y arseniato de sodio, han sido utilizados como insecticidas en la agricultura por muchos años.
2. Países como Francia, Alemania, Perú México, Estados Unidos, han sido de los principales productores de As cuyo 80% estaban destinados a la agricultura durante los 70's.
3. En el siglo XX se desarrollaron preservadores a base de arseniatos para proteger la madera de microorganismos, hongos e insectos, entre estos compuestos se incluye al arseniato de cobre amoniacal, arseniato de cobre, zinc amoniacal que sigue siendo comunes.
4. El As elemental es utilizado principalmente en aleaciones con Pb, Cu, Sb, Sn, Al y Ga.

#### 1.2.1 Formas inorgánicas del Arsénico

La forma de arsénico que nos interesa en este estudio es la inorgánica, la cual tiene diferentes estados de oxidación y en aguas naturales se encuentra de forma disuelta. Sin embargo, debido a sus características y propiedades existen especies que predominan más que otras, en este caso las especies As(III) y As(V) predominan más que As(0) y As(-III). La tabla 1.2 muestra los potenciales de reducción en algunas reacciones representativas de As(V) a As(III).

Tabla 1.2 Potenciales estándar de reducción

Semirreacción	E° (V)
$H_3AsO_4 + 3H^+ + 2e^- \leftrightarrow AsO^+ + 3H_2O$	+0.55
$H_3AsO_4 + 2H^+ + 2e^- \leftrightarrow H_3AsO_3 + H_2O$	+0.559
$H_3AsO_4 + 2H^+ + 2e^- \leftrightarrow H_3AsO_3 + H_2O$	+0.577 (1 mol dm <sup>-3</sup> HCl)
$H_3AsO_4 + 2H^+ + 2e^- \leftrightarrow H_3AsO_3 + H_2O$	+0.577 (1 mol dm <sup>-3</sup> HClO <sub>4</sub> )
$H_2AsO_4^- + 3H^+ + 2e^- \leftrightarrow H_3AsO_3 + H_2O$	+0.666
$HAsO_4^{2-} + 4H^+ + 2e^- \leftrightarrow H_3AsO_3 + H_2O$	+0.881



El arseniato [As(V)], es la especie de arsénico más difundida en el medio ambiente, es la mayoritaria en agua y suelos. El arsenito [As(III)] es la forma inorgánica

reducida y está presente en forma minoritaria en agua, suelos y seres vivos. (Litter, et al. 2009).

Estos estados de oxidación, así como su movilidad, están en función de las condiciones redox (potencial redox (Eh)) y el pH como se muestra en la figura 1.1. Tanto el As(V) como el As(III) son móviles en el medio, aunque este último es el estado más móvil y de mayor toxicidad.

Dentro de las aguas subterráneas encontramos que la movilidad del arsénico se da entre los valores de pH típicos de 6.5 y 8.5, en el diagrama se aprecia la zona de predominio del estado de

**Figura 1. 1 Diagrama Eh-pH de especies As(V) sobre el As(III).  
acuosas de arsénico en el sistema  
As-O<sub>2</sub>-H<sub>2</sub>O**

### 1.2.2 Impacto en la salud y el ambiente

La contaminación por metales se ha venido incrementando al paso de los años causada por fuentes industriales, principalmente de la industria mineral. En el caso del arsénico, su presencia en las aguas subterráneas es un problema muy extendido; varias regiones presentan niveles importantes de consumo de agua contaminada.

La contaminación de aguas subterráneas por sales de As inorgánico (As) origina lo que se conoce como hidroarsenicismo regional endémico. Se ha estimado que más de 100 millones de individuos en el mundo están expuestos a concentraciones elevadas de As a través del agua bebida proveniente de pozos profundos.

En los años noventa, uno de los casos más relevantes en relación al envenenamiento a causa de este metal fue en Bangladesh debido a que las aguas subterráneas que se utilizan para beber están contaminadas con arsénico inorgánico. Desde entonces, se han logrado notables progresos, y el número de personas expuestas al arsénico en niveles superiores a los permitidos por las normas nacionales de calidad del agua potable ha disminuido en alrededor de un 40%. Pese a estos esfuerzos, se estima que el número de personas con riesgo de exposición a concentraciones de arsénico superiores a la norma nacional de 50 ppb y al valor guía de la OMS de 10ppb ronda en Bangladesh los 20 millones y los 45 millones de personas, respectivamente.

En cuanto a la concentración de As en México, se encuentra por arriba de la NOM en varias regiones especialmente en áreas ubicadas en el centro y norte del país (Del razo et al. 1990,1993).La tabla 1.3 muestra las regiones de México donde existen concentraciones importantes de As en el agua. Para 1999 la mayor parte del arsénico proviene de fuentes naturales, siendo los pozos profundos los más contaminados por estar en contacto directo con un suelo de origen volcánico.

**Tabla 1. 3 Concentración de arsénico en diferentes estados de la República Mexicana**

Estado	Localidad	As(µg/L)	Autor
Chihuahua	Delicias, Moqui, Julimes y Rosales	10-370	Espino-Valdez et al. 2009
Coahuila y Durango	Comarca lagunera	8-624	Del razo et al. 1990,1993, Trejo y Bonilla 2002
Guanajuato	San Luis de la Paz, Acambaro,	>25	Revisión en Armienta y Segovia,

	Abasolo		2008
<b>Hidalgo</b>	Zimapán	2-378	Armienta et al, 1997; Valenzuela et al. 2007
<b>Jalisco</b>	Los Altos	15-135	Hutado-Jimenez y Gardea Torresday, 2003
<b>Puebla</b>	Achichiplco, Valsequillo	>25	Petkova et al. 1997
<b>Sonora</b>	Hermosillo	75-134	Piñon-Miramontes et al. 2003
<b>Zacatecas</b>	Loreto, Guadalupe-Bañuelos, Chupaderos	>25	Leal-Ascencio y Gelover-Santiago 2006

### 1.2.2.1 Efectos del arsénico en la salud humana

A pesar de que los compuestos de arsénico tienen diversas aplicaciones, estos son considerados altamente tóxicos. En el humano adulto, la cantidad de arsénico inorgánico que resulta letal, se estima en una dosis de 1-3 mg de arsénico/kg. La ingesta de arsénico se ve reflejada a lo largo del cuerpo y sus órganos internos. Este elemento puede causar intoxicación aguda, subaguda y efectos a largo plazo.

Algunos efectos cardiovasculares resultantes de la exposición a largo plazo al arsénico incluyen el síndrome de Raynaud, la enfermedad de pie negro, la hipertensión y el infarto cerebral.

Otros efectos clínicos incluyen la encefalopatía, el daño a los nervios periféricos, diabetes mellitus, melanosis, hiperqueratosis y trastornos circulatorios, la toxicidad del arsénico está relacionada con su forma química y el estado de oxidación, ya que normalmente los compuestos inorgánicos de arsénico son más tóxicos que los compuestos orgánicos de arsénico, excepto MMA III (ácido monometilarsenioso). El arseniato puede interrumpir el proceso de formación de enlaces de fosfato de alta energía (ATP, adenosin-5'-trifosfato), como forma de almacenamiento de energía primaria en la célula. Esta interrupción se traducirá en la pérdida de energía.

Es así que viendo los efectos, se debe estar pendiente de los síntomas que indican si es que hay intoxicación debida al arsénico, así como un daño a largo plazo, es por eso que a continuación se mencionan síntomas que se presentan cuando hay algún daño debido al arsénico.

1. **Intoxicación aguda.** Los síntomas inmediatos de intoxicación aguda por arsénico incluyen vómitos, dolor abdominal y diarrea. Seguidamente aparecen efectos como entumecimiento u hormigueo en las manos y los pies o calambres musculares y en casos extremos, la muerte.
2. **Intoxicación subaguda.** Los síntomas incluyen sequedad de la garganta, apetito, náusea, vómitos, diarrea, ictericia, eritema, hormigueo en los pies y las manos, y debilidad nerviosa. Además, la exposición a largo plazo provoca intoxicación crónica por arsénico (arsenicosis) que puede conducir a daños en los sistemas respiratorio, digestivo, renal, circulatorio, nervioso y otros órganos internos.

### 1.2.3 Cuantificación del Arsénico

Existen diversas técnicas para la determinación de arsénico como se mostrará a continuación. El uso de la técnica a emplear depende de la cantidad de arsénico que se requiere analizar o determinar; algunas de las técnicas nos permiten un análisis a nivel de trazas. En la selección de la técnica es importante considerar los recursos con los que se cuentan.

*Tabla 1. 4 Técnicas de cuantificación de Arsénico*

<b>Técnica</b>	<b>Límite de detección</b>
<b>ICP-MS(Plasma acoplado inductivamente- masas)</b>	0.0006 µg/L
<b>Espectrometría de absorción atómica por generador de hidruros</b>	0.03 µg/L
<b>Horno de grafito</b>	0.05 µg/L
<b>ICP-OES(Espectrometría de emisión óptica de plasma acoplado inductivamente)</b>	2 µg/L
<b>Espectrometría de flama</b>	150 µg/L
<b>AFS-HG (Florescencia atómica-generación de hidruros)</b>	Mejores límites de detección pero mayores volúmenes de muestra
<b>Métodos de espectroscopia con rayos X</b>	Registro in situ datos primarias del entorno químico del átomo de As

La Tabla 1.4 muestra las principales técnicas usadas y su límite de detección. Como podemos observar algunas técnicas tienen mejores límites de detección que otras sin embargo se deben tomar en cuenta otros factores como el costo o la cantidad de muestra necesaria para el análisis, lo cual puede ser una desventaja importante. Dentro de las técnicas mostradas en la Tabla 1.4, la espectrometría de absorción atómica-generación de hidruros es una metodología sencilla y muy versátil, con excelente poder de detección para arsénico total e inorgánico.

#### 1.2.3.1 Cuantificación del Arsénico por el método de espectrometría de absorción atómica-generación de hidruros

*La información acerca de la técnica de cuantificación del arsénico fue extraída de: IBEROARSEN, Metodologías analíticas para la determinación y especiación de arsénico en aguas y suelos. Editado por M.I. Litter, M.A. Armienta y S.S. Farías. (2009).*

La generación de hidruros sigue el mismo principio que las otras técnicas de absorción atómica, variando la forma de atomizar los metales a medir. En este caso, en lugar de aplicar calor se añade un reactivo a la muestra a temperatura ambiente que reacciona con los elementos y genera hidruros del elemento gaseosos. Estos hidruros se conducen a un tubo de vidrio que puede calentarse para inducir la absorción del haz de luz que pasa a través.

Esta técnica es usada en metales y metaloides como arsénico, selenio y mercurio que generan productos gaseosos al reaccionar con el reactivo reductor, usualmente borohidruro de sodio. La ventaja es que puede medir concentraciones de nivel traza (µg/L o incluso menos) que normalmente no se pueden medir en equipos de absorción atómica.

#### 1.2.3.2 Fundamento teórico

La espectroscopía de absorción atómica mide la cantidad de luz que es absorbida por los átomos del analito a la longitud de onda resonante.

La luz se absorbe siguiendo la ley de Lambert-Beer, la cual establece que la absorbancia está relacionada proporcionalmente con las propiedades intrínsecas del analito, con su concentración y la longitud de la trayectoria del haz de radiación al atravesar la muestra. En la figura 1.2 se puede ver como se representa gráficamente lo antes mencionado. Sin embargo, también se observa que llega un punto donde se pierde la proporcionalidad por lo que se debe trabajar dentro de cierto rango de concentraciones del metal.

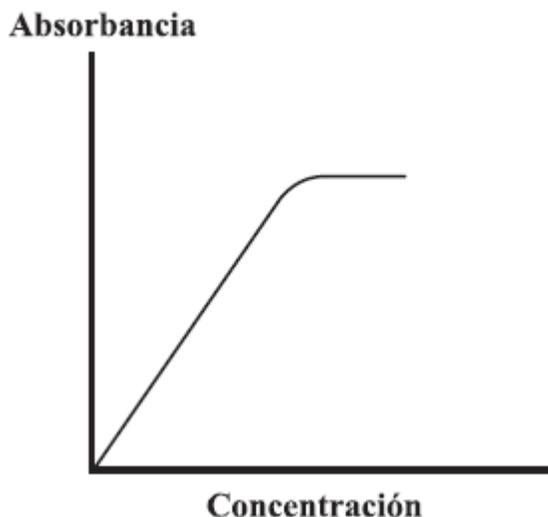


Figura 1.2 Gráfico de variación de Absorbancia en función de la concentración.

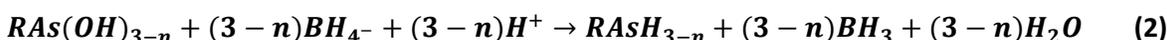
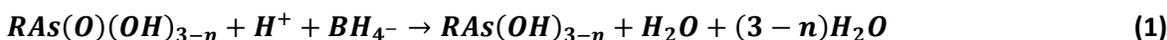
La luz incidente (de las longitudes de onda específicas a las cuales absorben los átomos del analito) es emitida por una lámpara de cátodo hueco o de descarga sin electrodo y es absorbida por la solución que es interceptada por la luz.

La lámpara que utilizamos en este caso fue la de cátodo hueco, en la que la fuente de luz se llena con un gas inerte (Ne o Ar) a baja presión, el cual es ionizado en el ánodo. Los iones del gas cargados positivamente son atraídos hacia el cátodo, que está formado por el elemento de interés y, al chocar, expulsan átomos y los excitan. Cuando los átomos vuelven a su estado basal, producen un espectro de emisión del elemento a analizar.

### 1.2.3.3 Generación de Hidruros

La técnica de absorción atómica con generación de hidruros permite cuantificar en el orden de ppb o ultratrazas elementos como As, Se, Hg, Sn, Sb, Ge, Bi y Te, que tienen la propiedad de formar el hidruro correspondiente.

La muestra disuelta en ácido diluido se mezcla con un agente reductor, por ejemplo borohidruro de sodio que suele ser el más común, aunque también se puede utilizar una solución de zinc y ácido clorhídrico, o cloruro de estaño. Esta reacción produce hidrógeno atómico que reacciona con el metal en la solución para formar hidruros volátiles. El mecanismo de formación de los hidruros es complicado, y se han propuesto las siguientes reacciones, donde R se refiere a un radical orgánico o puede ser hidrógeno.



Los hidruros volátiles son arrastrados por un gas portador como nitrógeno a una celda de cuarzo, que es calentada por una llama de aire-acetileno a una temperatura optimizada (o con un sistema de calentamiento eléctrico) para producir la atomización del analito.

Cuando los gases pasan a través de este tubo calentado, ocurre una descomposición térmica, y se liberan los átomos del elemento:



Al pasar la luz emitida por la lámpara a través del conjunto de átomos, la absorción crece a medida que éstos se producen, llega a un máximo y cae al consumirse el analito y agotarse los átomos de la celda de absorción. Se puede registrar un máximo de absorción, que corresponde a la altura de pico, o el área bajo la curva, para relacionarlas con la concentración del analito.

El procedimiento de generación de hidruros suele utilizarse con un sistema de inyección en flujo (FIAS), ya que permite el análisis de menor cantidad de muestra, disminuye la producción de residuos y de arsina y también optimiza la técnica.

El sistema FIAS se basa en la manipulación física y química de una zona que contiene la muestra dispersa formada por la inyección de la misma en un fluido portador. Un arreglo FIA consta de una bomba, una válvula de inyección y un sistema de mangueras.

Se utiliza una bomba peristáltica para impulsar las corrientes al detector por una manguera angosta. Estas corrientes contienen los solventes, reactivos y soluciones reguladoras. La válvula de inyección se utiliza para introducir periódicamente un pequeño volumen de muestra en el flujo portador. Cuando la muestra se transporta hacia el detector, la muestra y los reactivos se mezclan (a causa de la dinámica del flujo ocasionada por las mangueras delgadas y su arreglo) y forman las especies que se pueden registrar en un detector específico. Al trabajar con un sistema de inyección es importante considerar que la sensibilidad depende de la cantidad de muestra inyectada, del tiempo permitido para la reacción, de la cantidad que se desecha en el separador gas-líquido, del flujo de argón y de las condiciones de la superficie de la celda de cuarzo.

# Capítulo 2. Proceso híbrido de intercambio iónico y electrodiálisis (IXED)

Como ya se mencionó, el agua potable que llega a nuestras manos tiene que pasar previamente por un proceso, para que cumpla normas establecidas para obtener agua de calidad destinada al consumo humano; sin embargo, en ciertas ocasiones se requiere el uso de técnicas adicionales para que haya mayor porcentaje de remoción de contaminantes del agua, estas pueden ser ósmosis inversa, coagulación, suavización, electrodiálisis, intercambio iónico, adsorción, entre otros. Desafortunadamente estas tecnologías tienen ciertas desventajas como la gran generación de residuos, un alto consumo de energía, la regeneración de la resina o el mantenimiento de las membranas de intercambio iónico. Por lo que actualmente se están investigando nuevas técnicas que permitan una mayor remoción y además reduzcan las desventajas.

Para este trabajo se plantea como objetivo el estudio experimental, para la remoción de arsénico en el agua, del proceso híbrido de intercambio iónico/electrodiálisis (IXED, por sus siglas en inglés); esta nueva técnica consiste, como su nombre lo dice, en la combinación de las técnicas de electrodiálisis e intercambio iónico.

El proceso IXED es capaz de tratar soluciones con baja conductividad debido a un lecho de resina de intercambio iónico empacada en un compartimiento delimitado entre dos membranas. Y al aplicar un campo eléctrico, el agua se puede disociar y la resina de intercambio es continuamente regenerada por la formación de  $H^+$  y  $OH^-$ .

## 2.1 Proceso híbrido de intercambio iónico y electrodiálisis (IXED)

Al combinar las técnicas de intercambio iónico (IX) y electrodiálisis (ED), se tiene un proceso que ofrece ventajas que éstas no pueden ofrecer por separado: el proceso IXED es continuo y no es necesario adicionar químicos para la regeneración de la resina. Al empacar con resina el compartimiento del fluido a desionizar, la conductividad eléctrica aumenta debido a una alta acumulación de iones en la resina; mientras que en una ED la conductividad disminuye conforme se reduce la concentración de iones en la solución ocasionando un aumento en el consumo de energía. Sin embargo, el proceso IXED tiene la desventaja de manejar pequeños volúmenes de agua y concentraciones bajas de electrolitos.

Este proceso híbrido puede llevarse a cabo ya sea para remover cationes y aniones del agua, cuyo proceso es conocido como electrodeionización (EDI), o para remover únicamente cationes o aniones. Para estos casos, las celdas tienen distintas configuraciones. En el caso de EDI el compartimiento de la solución a desionizar se empaca con un lecho de resina de intercambio catiónico y aniónico combinadas, donde ambos iones de la solución son removidos y se alcanza cierto nivel de desionización. Otra configuración empleada en EDI son los lechos separados de resina catiónica y aniónica. Una tercera configuración, propone el uso de lechos, catiónico y aniónico separados por una membrana bipolar en la cual se produce la disociación de agua y permite la regeneración de ambas resinas. Además la configuración de lecho simple, catiónico o

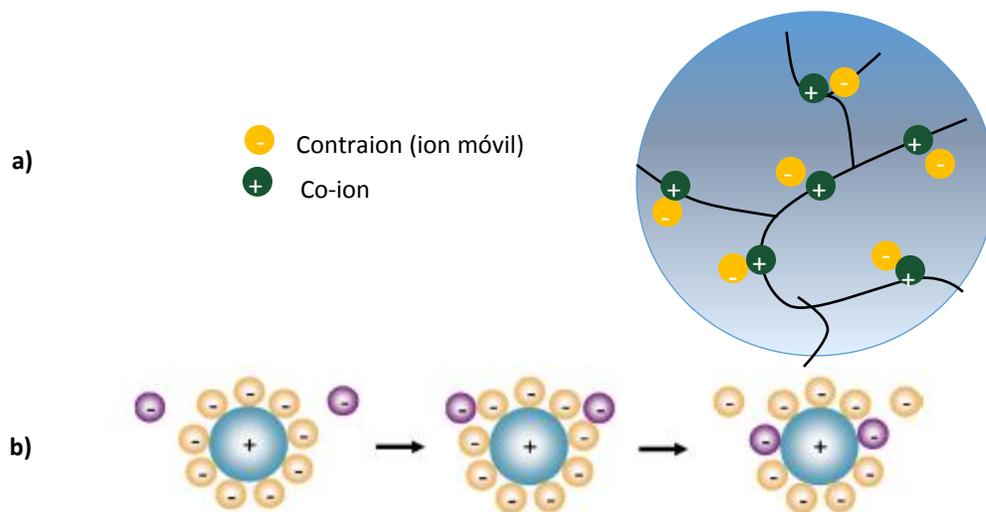
aniónico delimitado por dos membranas con la misma funcionalidad que la resina del lecho, funciona como una etapa de la EDI con lechos separados, donde solamente se intercambian los cationes o aniones de una solución por iones de la resina.

A pesar de las ventajas de esta tecnología (IXED), hasta hoy, no se han entendido totalmente los mecanismos de transporte iónico a través de los diferentes medios que constituyen la celda, y primordialmente en las interfaces: solución-resina, solución membrana y resina-membrana; al aplicar el potencial eléctrico.

Es importante entender en qué consiste tanto la electrodiálisis como el intercambio iónico. Por lo que se dará una breve explicación acerca de cada una de las técnicas para proseguir con el estudio experimental del proceso IXED y entender cómo está constituida este sistema.

## 2.2 Intercambio iónico

El intercambio iónico es una de las operaciones unitarias que tiene como función la separación en base a la transferencia de materia de tipo líquido-sólido, gracias a la distribución iónica difusiva que ocurre entre un material insoluble que es capaz de intercambiar cationes o aniones en una solución que contiene especies iónicas. Este proceso comienza cuando un gradiente de potencial químico surge entre la solución y el intercambiador de iones.



**Figura 2. 1** Ejemplos de intercambio iónico aniónico. a) Con cargas positivas en la matriz y contraiones. b) Ejemplo del proceso de intercambio aniónico.

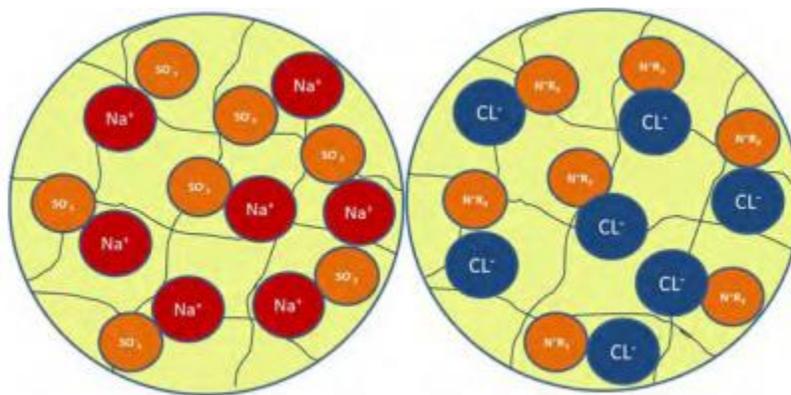
Como se observa en la figura 2.1, los iones en solución se difunden dentro de la superficie de intercambio y desplaza las especies móviles dentro de la resina, los cuales son después retenidos como resultado de la atracción intermolecular entre los sitios fijos y el ion intercambiado. Sin embargo, en una solución que contiene varios iones de la misma carga (positiva o negativa), exhiben una preferencia iónica. Las causas de tal selectividad son asociadas con las dimensiones del ion intercambiado (impedimento estérico), su valencia, el tamaño de poro dentro de la matriz, tanto como las interacciones electrostáticas entre la matriz y los contra iones.

La cinética del proceso depende de las movilidades de los iones que son intercambiados entre la resina y los contra iones así como de la temperatura del sistema. La eficiencia del proceso es una función de la afinidad de la resina de intercambio iónico para un ion particular, el pH de la solución, la concentración de iones en solución y la temperatura.

La eficiencia del proceso depende del equilibrio sólido-líquido y de la velocidad de transferencia de materia. Las resinas de intercambio iónico son de polímero sintético que contienen una matriz reticulada a través de la acción de un agente reticulante y los grupos funcionales fijos. (Alvarado et al. 2014, p. 586).

### 2.2.1 Fundamento del intercambio iónico

El proceso de intercambio iónico ocurre cuando hay iones libres en una solución que se intercambian en la superficie de una resina de intercambio iónico. En la Figura 2.2 se representa un esquema de las perlas de resina, a la izquierda se encuentra la resina catiónica cuyos iones fijos son sulfonatos ( $\text{SO}_3^-$ ) atados al esqueleto (representado por las líneas negras) y los iones móviles son cationes de sodio ( $\text{Na}^+$ ) y una vez que la solución entra en contacto con las perlas de la resina, un ión de la solución entra y el ión móvil de la resina sale, manteniendo la neutralidad eléctrica. Lo mismo sucede con la resina aniónica, sólo los iones de la misma carga se pueden intercambiar, asimismo la resina de intercambio iónico y la soluciones permanecen en condiciones de electroneutralidad.



**Figura 2. 2** Esquema de resinas catiónica y aniónica

Un ejemplo común de intercambio iónico es la desmineralización del agua, en el cual los iones en la solución se difunden dentro de la red molecular del intercambiador ocupando sitios de intercambio, cationes o aniones disueltos en el agua ( $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$  o  $\text{Cl}^-$ ) y los iones en el intercambiador se difunden fuera del intercambiador hacia la solución, es decir iones de  $\text{H}^+$  u  $\text{OH}^-$  se liberan en el agua, este proceso viene representado en la Figura 2.3.

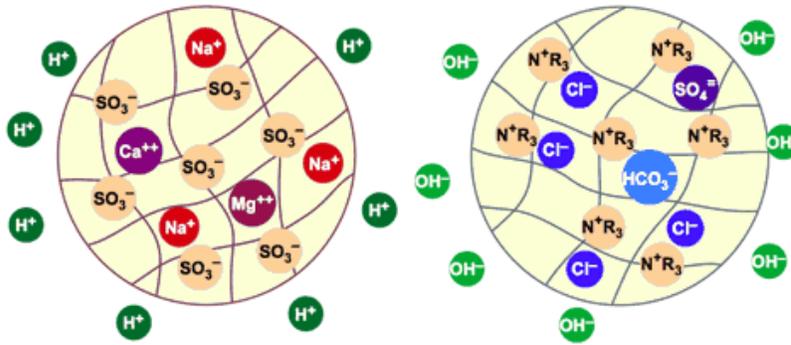
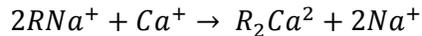


Figura 2. 3 Representación esquemática de la desmineralización

Los materiales comúnmente utilizados en el intercambio iónico son resinas sintéticas hechas por polimerización de varios compuestos orgánicos. Los compuestos más utilizados son el estireno y el divinil-benceno. La cadena larga de copolímeros contiene una mayor proporción de estireno (80-92%) y una proporción menor de divinil-benceno (8-20%). Las resinas de intercambio iónico convencional consisten en una matriz reticulada de polímero con una distribución relativamente uniforme de los sitios ion-activos a través de la estructura.

La utilidad del intercambio iónico proviene de la capacidad del material de ser regenerado. Como por ejemplo en el ablandamiento de agua representado en la figura 2.3:



En la ecuación anterior, el intercambiador R en la forma de ion sodio es capaz de intercambiarse por calcio y viceversa, para remover el calcio del agua dura y sustituirlo con una cantidad equivalente de sodio. Subsecuentemente, la resina cargada de calcio se debe tratar con una solución de cloruro de sodio, regenerándola para que regrese a su forma de sodio, y que esté lista para otro ciclo de operación. La reacción de regeneración es reversible; ya que el intercambio iónico no es permanente (Applebaum 1968).

### 2.2.2 Intercambiadores iónicos

Los intercambiadores iónicos se clasifican en ácidos o básicos, fuertes o débiles. Los grupos sulfonatos (-SO<sub>3</sub><sup>-</sup>) de resinas ácidas fuertes siguen ionizadas incluso en disoluciones muy ácidas. Los grupos carboxilo (-CO<sub>2</sub><sup>-</sup>) en las resinas ácidas débiles se protonan a un pH próximo a 4 y pierden su capacidad de intercambio catiónico por debajo de ese pH. Los grupos muy básicos de amonio cuaternario (-CH<sub>2</sub>NR<sub>3</sub><sup>+</sup>) (que en realidad no son básicos) siguen siendo catiónicos a cualquier valor de pH. Los intercambiadores aniónicos básicos débiles de amonio terciario (-CH<sub>2</sub>NHR<sub>2</sub><sup>+</sup>) se desprotonan en disoluciones moderadamente básicas y pierden su capacidad de unirse a aniones por encima de ese pH.

Las resinas se hacen más rígidas y menos porosas a medida que aumenta el entrecruzado. Las resinas poco entrecruzadas permiten un rápido equilibrio del soluto dentro y fuera de la partícula. Sin embargo las resinas con poco entrecruzado se hinchan en agua. Esta hidratación disminuye la densidad de los puntos de intercambio iónico y la selectividad de la resina respecto a distintos iones. Las resinas más entrecruzadas se hinchan poco y tiene mayor capacidad de intercambio y mayor selectividad, pero requieren más tiempo para alcanzar el equilibrio.

Estas cadenas están unidas transversalmente formando una estructura de forma irregular y tridimensional denominada matriz, que proporciona las siguientes propiedades:

1. **Rigidez:** La matriz contiene una estructura estable y resistente a la partícula de resina.
2. **Insolubilidad:** Al estar formada de cadenas hidrocarbonadas (hidrofóbicas), pero enlazadas en una estructura tridimensional compleja prácticamente no puede ser atacada por disolvente alguno.
3. **Elasticidad:** La matriz no posee una rigidez total, permitiendo cierto grado de elasticidad, esto produce el hinchamiento de la partícula de resina al entrar en contacto con la fase líquida. Ese fenómeno de hinchamiento es fundamental en el proceso de difusión y contradifusión de los iones durante el intercambio

### 2.2.3 Resinas de intercambio iónico

Las resinas de intercambio iónico están constituidas por productos polímeros de elevado peso molecular, insolubles que contiene grupos funciones (positivo o negativos) de esta forma podemos dividir a las resinas de intercambio iónico en:

1. **Intercambiador catiónico ácido fuerte:** Intercambia iones positivos, funciona a cualquier pH, contiene grupos de ácidos sulfónicos ( $-\text{SO}_3\text{H}^+$ ) tienen una selectividad por los siguientes cationes en el orden que se muestran  $\text{Ag}^+ > \text{Rb}^+ > \text{Cs}^+ > \text{K}^+ > \text{Na}^+$  etc. Tienen una estabilidad térmica buena hasta  $150^\circ\text{C}$ . Algunas de sus aplicaciones son: suavizado de agua, como primera columna de desionización en los desmineralizadores o para lechos mixtos. Elimina los cationes del agua y necesitan una gran cantidad de regenerante normalmente HCl (Harris, 2007).
2. **Intercambiador catiónico ácido débil:** Tienen menor capacidad de intercambio, no funcionan a pH bajos, elevado hinchamiento y contracción, lo que hace aumentar las pérdidas de carga, se trata de un resina muy eficiente que requiere menos ácido para su regeneración, aunque trabajan a flujos menores que las de ácido fuerte. Tienen grupos de ácido carboxílico unidos ( $\text{R}-\text{COO}^- \text{Na}^+$ ) cuya selectividad es  $\text{H}^+ \gg \text{Ag}^+ > \text{K}^+ > \text{Na}^+ > \text{Li}^+$ ;  $\text{H}^+ \gg \text{Fe}^{2+} > \text{Ba}^{2+} > \text{Sr}^{2+} > \text{Ca}^+ > \text{Mg}^{2+}$ . Tienen buena estabilidad térmica hasta  $100^\circ\text{C}$  (Harris, 2007).
3. **Intercambiador aniónico base fuerte:** Intercambian iones negativos, necesitan una gran cantidad de regenerante, normalmente sosa contienen grupos de amonio cuaternario ( $-\text{CH}_2\text{N}(\text{CH}_3)_3^+\text{Cl}^-$ ) con selectividad de aniones en el siguiente orden:  $\text{I}^- > \text{fenolato}^- > \text{HSO}_4^- > \text{ClO}_3^- > \text{NO}_3^- > \text{Br}^- > \text{CN}^- > \text{NO}_2^- > \dots$  etc. Su estabilidad en la forma de OH es buena hasta  $50^\circ\text{C}$  y en forma de Cl y otras hasta  $150^\circ\text{C}$  (Harris, 2007).
4. **Intercambiador aniónico base débil:** Se trata de una resina muy eficiente, requiere menos sosa para su regeneración y no se puede utilizar a pH altos, puede sufrir problemas de oxidación o ensuciamiento. Contiene grupo de polialquilamina unidos a copolímeros de estireno y divinilbenceno ( $-\text{NH}(\text{R})_2^+\text{Cl}^-$ ) (Harris, 2007).

### 2.2.3.1 Propiedades de las resinas:

#### **Físicas**

Materiales vendidos como esferas o granulados, con un tamaño específico y una uniformidad para cubrir las necesidades de una aplicación en particular. Se preparan de forma convencional con una distribución que va de 0.3 mm a 1.2 mm.

#### **Químicas**

1. **Capacidad:** la capacidad total es el número total de sitios disponibles para el intercambio y se determina normalmente después de convertir la resina por la técnica de regeneración química para darle una forma iónica. La capacidad de operación es la medición del funcionamiento útil de una columna bajo un conjunto de condiciones preestablecidas. Es dependiente de un número de factores incluyendo la capacidad de la resina, el nivel de regeneración las composiciones de la solución tratada, el flujo a través de la columna, temperatura, tamaño de partícula y distribución
2. **Selectividad:** se mide por el coeficiente de selectividad K y se define como la afinidad que ésta presenta hacia un determinado tipo de ion. La selectividad depende del tipo de sustancia, los iones intercambiados, la solución en los que están presentes los iones, la magnitud de la carga y el tamaño de iones.
3. **Cinética:** La velocidad con la que el intercambio iónico toma lugar. El proceso de intercambio iónico involucra una difusión a través de una capa de la solución que está en contacto directo con la resina y la difusión dentro de la partícula de resina. La velocidad de difusión de la capa es controlada a bajas concentraciones y la velocidad de difusión de partícula es controlada a altas concentraciones.
4. **Estabilidad:** los agentes oxidantes fuertes, como el ácido nítrico o crómico rápidamente degradan las resinas de intercambio iónico. La lenta degradación con el oxígeno y el cloro puede inducirse catalíticamente. Por esta razón algunos iones metálicos de hierro, manganeso y cobre, deben minimizarse en la solución. Las resinas con alto reticulado tienen una vida útil extensa gracias al gran número de sitios que deben de ser atacados antes de que la expansión reduzca el volumen útil basado en la capacidad y produzca propiedades físicas inaceptables.

## 2.3 Electrodiálisis

Es un proceso electroquímico que sirve para separar iones presentes en solución, el principio de funcionamiento se basa en la transferencia de iones a través de una membrana selectiva, provocado por la fuerza de un campo eléctrico, en la que los aniones presentes en la solución migran hacia el cátodo y los cationes hacia el ánodo de una solución menos concentrada a una más concentrada como se muestra en la figura 2.5. La transferencia de iones se da cumpliendo con la ley de Faraday "la masa liberada por electrólisis es directamente proporcional a la carga que pasa por el electrolito y a la masa atómica e inversamente proporcional a su valencia"

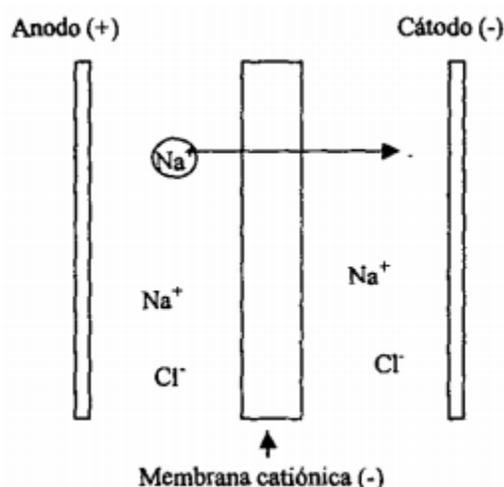


Figura 2. 4 Intercambio iónico por permeación de membrana

Como la conductividad de la solución es directamente proporcional a la concentración, la electrodiálisis se aplica a soluciones concentradas.

La electrodiálisis se utiliza para llevar a cabo diversos tipos de separación como:

1. Separación y concentración de sales, ácidos y bases de soluciones acuosas.
2. Separación de iones monovalentes de iones polivalentes y múltiples componentes cargados.
3. Separación de componentes iónicos de moléculas no cargadas.

### 2.3.1 Membranas de intercambio iónico

La membrana es un material en forma de una pared delgada que es capaz de ejercer una resistencia selectiva para la transferencia de diferentes constituyentes, permitiendo la separación de algunos de estos elementos.

Dependiendo de su estructura, las membranas pueden ser clasificadas en tres grupos.

1. **Membranas homogéneas.** Estas membranas exhiben buenas propiedades electroquímicas y gran estabilidad química, pero tienen un alto precio, presentan deficientes propiedades mecánicas y problemas ambientales debido a la dificultad de eliminación, se obtienen

mediante un proceso de bombardeo seguido por un tratamiento químico. Se usan en micro-filtración (en la figura 2.5 (a) se muestra un esquema de este tipo de membranas).

2. **Membranas asimétricas.** Se hacen de material polimérico, pero el grosor de la capa selectivamente permeable ha sido reducido significativamente (.01 a 1 micros) para reducir la resistencia de transferencia. Esta capa esta soportada por otra más gruesa (50 a 200 micros) la cual tiene poros más grandes y tiene la función de proveer propiedades mecánicas a la membrana, sin impedimentos significativos al flujo de agua (Figura 2.5 (b)).
3. **Membranas compuestas.** En este caso la fina membrana selectiva se soporta sobre un material poroso que en su caso puede ser una membrana asimétrica (figura 2.5 (c)). Debido a que los dos materiales tienen generalmente diferentes propiedades, su combinación permite obtener un producto con propiedades especiales.

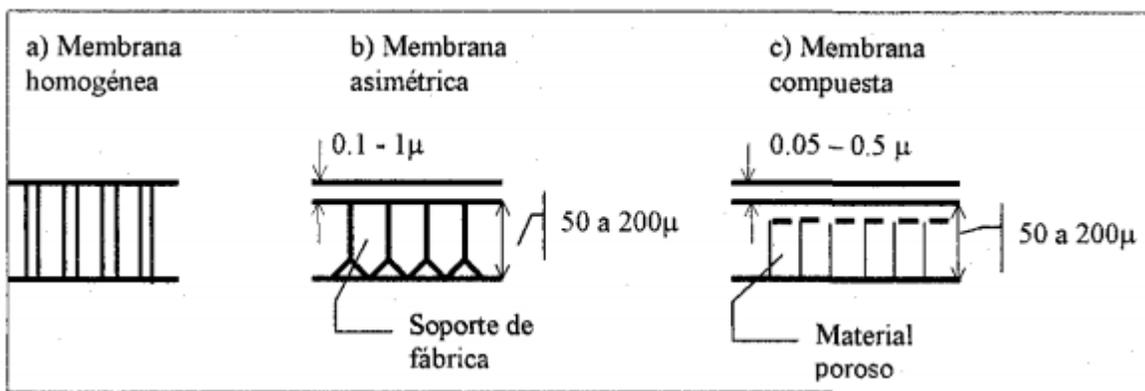
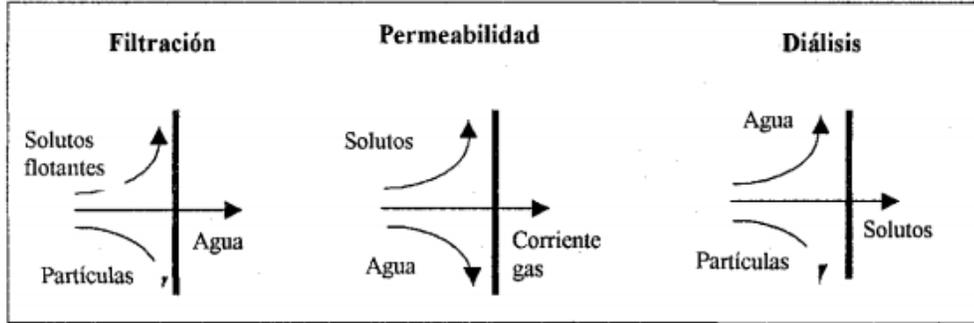


Figura 2. 5 Estructura de las membranas

De acuerdo a los mecanismos de transferencia a través de las membranas, éstas también pueden ser clasificadas en tres grupos (figura 2.6):

1. **Membranas para filtración o semi-permeables.** En este tipo de membranas se lleva a cabo una transferencia por convección del solvente a través del medio poroso. En este caso la solución se concentra debido al paso selectivo del agua (transferencia por convección del solvente a través del medio poroso). Los constituyentes del agua se retienen sobre la superficie. Las membranas ideales permiten solamente el paso de las molécula de agua, como es el caso de las membranas osmóticas.
2. **Membranas permeables.** Se usan para separación de mezclas permitiendo el paso a través de la membrana de uno de los constituyentes en fase gaseosa.
3. **Diálisis.** Estas membranas selectivamente permiten el paso del soluto pero no permiten el paso del agua. Estas membranas pueden ser neutras o con carga. Si son cargadas (el material para su elaboración es idéntico al utilizado para las resinas intercambiadas de iones, pero en forma de capas), las membranas se vuelven selectivas en la transferencia de iones de cargas opuestas (Méndez, 2011).

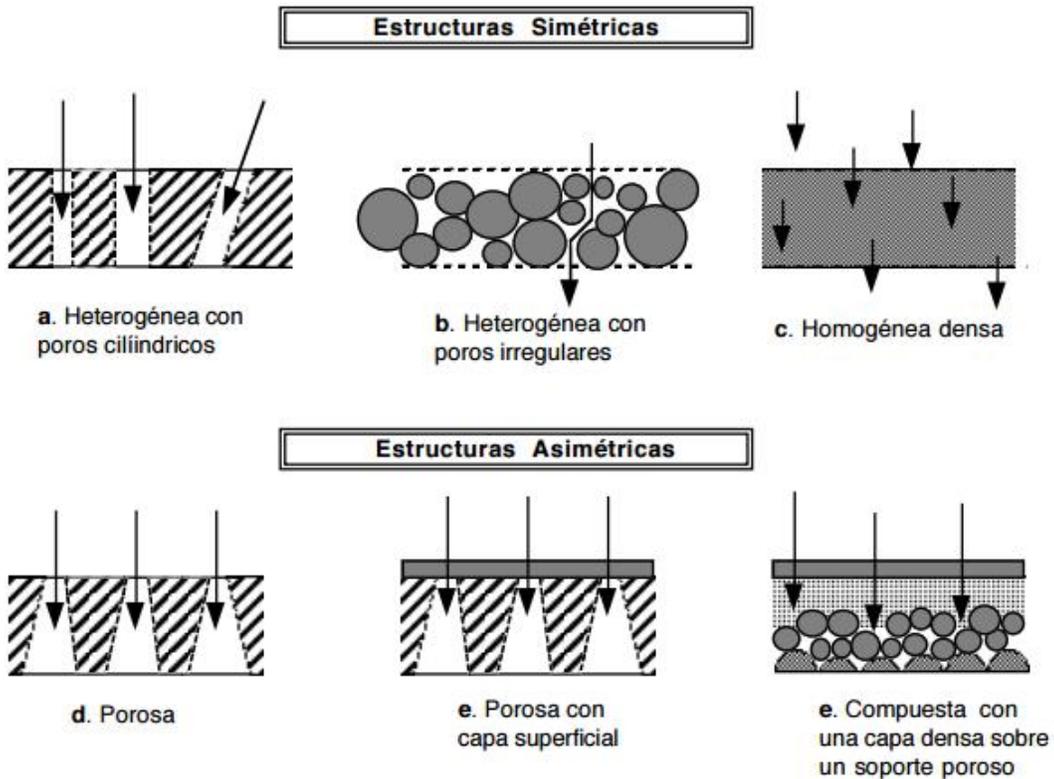


**Figura 2. 6** Mecanismos de transferencia a través de las membranas.

En cuanto a la estructura porosa de las membranas existen tres grupos según el tamaño de poros:

1. Los macroporos de diámetro superior a 50nm.
2. Lo mesoporos de diámetro entre 2 y 50 nm.
3. Los microporos con un diámetro inferior a 2nm.

La clasificación anterior sigue las recomendaciones de la IUPAC y en la figura 2.7 se muestra la representación esquemática de la estructura de las membranas.



**Figura 2. 7** Representación esquemática de la estructura de las membranas

### 2.3.1.1 Características de las Membranas:

En el proceso de electrodiálisis se utilizan dos tipos de membranas, las membranas de transferencia aniónica y catiónica. Cada membrana tiene la apariencia física de una hoja de plástico, es esencialmente impermeable al agua bajo presión y está reforzada con una fibra sintética. Por lo tanto las membranas son translúcidas y las superficies son uniformemente con una textura suave.

Ciertas propiedades son características a ambas membranas:

1. Baja resistencia eléctrica
2. Insoluble en soluciones acuosas.
3. Semi-rígidas para un fácil manejo.
4. Resistencia a cambio de pH de 1 a 10
5. Operan a temperatura por arriba de 46°C
6. Resistencia a la presión osmótica
7. Expectativas de larga vida.
8. Resistencia a la formación de depósitos.
9. Impermeable al gua bajo presión
10. Espesor de 0.5 mm.

#### Membrana Catiónica

Su color característico es el color ámbar, permiten el paso de cationes y tienen grupos sulfonatos adheridos que repelen los iones negativos evitan el paso de agua y aniones como se observa en la figura 2.8. También está la membrana catiónica fuerte, que tiene las mismas características sólo que esta soporta grandes diferenciales de presión además de ser más gruesa.

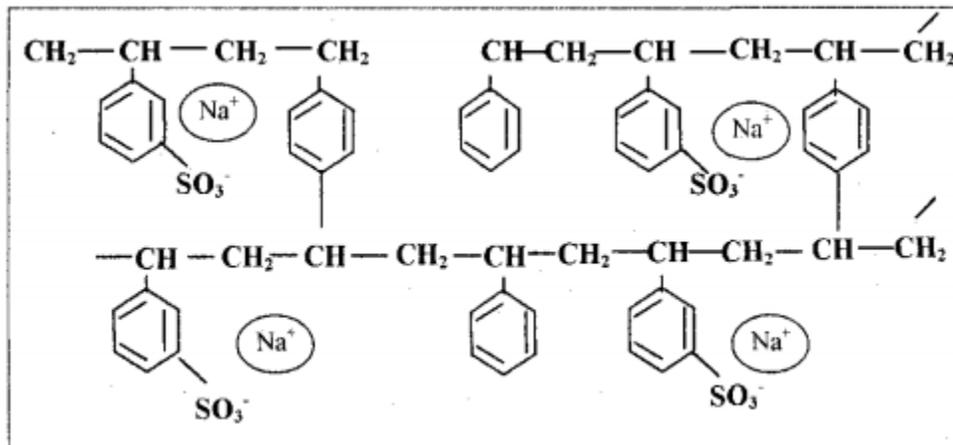


Figura 2. 8 Representación esquemática de una membrana catiónica selectiva.

#### Membrana Aniónica

Tienen un color característico blanco con las características químicas necesarias para evitar el paso del agua y cationes y permitir el paso de aniones, las cargas adheridas a estas son iones de amonio cuaternario que repelen los iones positivos Figura 2.9 (Méndez, 2011).

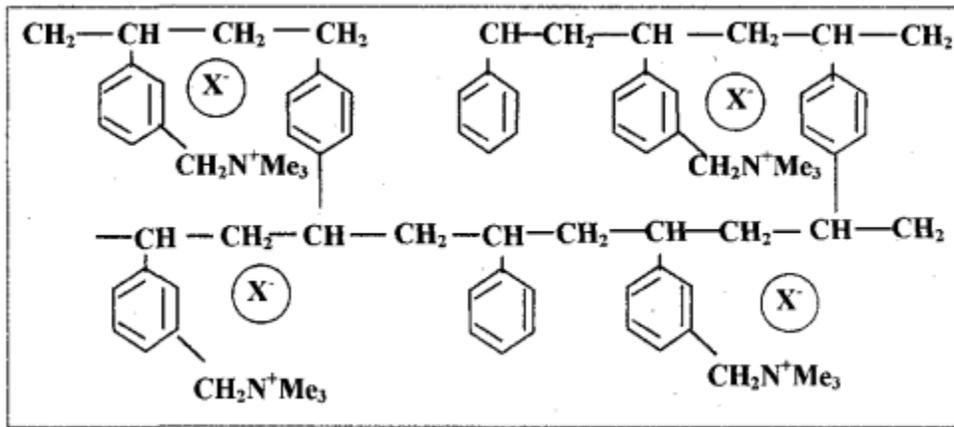


Figura 2. 9 Representación esquemática de una membrana aniónica selectiva.

# Capítulo 3. Estudio experimental del proceso IXED con cloruro de sodio

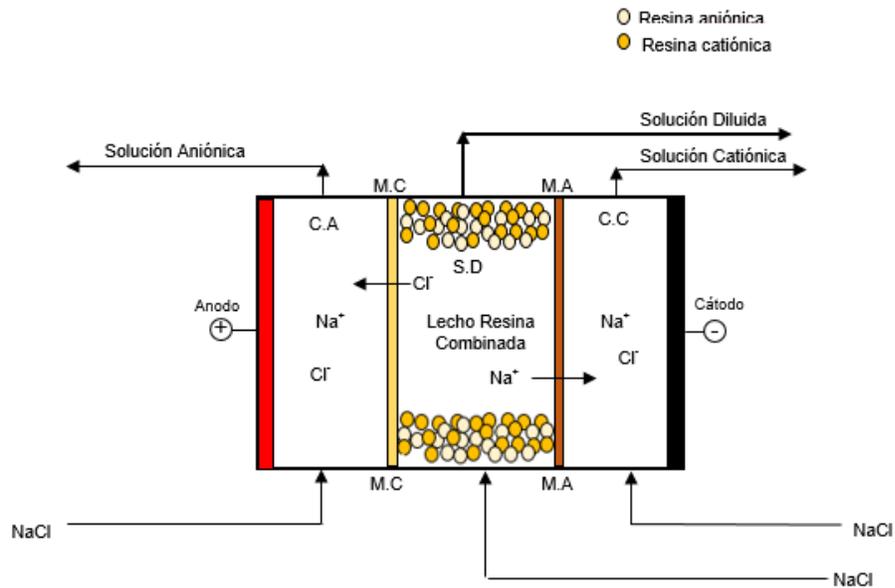
La celda IXED consta de distintos compartimientos, separados por las membranas, en los cuales se llevan a cabo procesos de migración de iones, debido a la aplicación de una fuerza impulsora, en este caso una diferencia de potencial eléctrico, por medio de dos electrodos colocados en los extremos de los compartimientos que provocan que los iones migren a través de la celda de electrodeionización, ya sea en dirección al ánodo o al cátodo. Pasando a través de una resina de intercambio aniónico y membranas aniónicas y catiónicas.

En el capítulo anterior se describieron los elementos que constituyen una celda híbrida de intercambio iónico y electrodiálisis (IXED), sin embargo, no se profundizó en cómo estos elementos se acomodan al armar una celda para hacerla funcionar. Es por eso que las páginas siguientes se refieren a los distintos experimentos realizados, con el fin de encontrar un arreglo (o acomodo) en la celda que nos permita obtener la mínima cantidad de arseniato en agua, por debajo de 10 ppb As (límite recomendado por la OMS).

A continuación se presentan los experimentos realizados con los distintos arreglos de los compartimientos que constituyen la celda híbrida

## 3.1 Experimentación con una celda de tres compartimientos alimentados de una solución de NaCl

La primera fase de la experimentación consistió en conocer el funcionamiento de la celda IXED partiendo de una solución preparada de cloruro de sodio NaCl a la que denominamos solución diluida, esto con el fin de obtener datos que nos permitieran entender el comportamiento de los iones de la solución dentro del equipo. El primer arreglo que se propuso está constituido de tres compartimientos entre dos electrodos, los cuales se definen como: compartimiento anódico lateral (CA) ya que se encuentra junto al ánodo, compartimientos de la solución diluida (SD), y compartimiento catódico (CC) como se muestra en la Figura 3.1. Estos compartimientos se encuentran separados por una membrana aniónica (MA) y una membrana catiónica (MC), en medio de éstas, se encuentra un lecho empacado de resina combinada (aniónica y catiónica). Este arreglo de celda corresponde al proceso de electrodiálisis (EDI) el cual remueve tanto cationes como aniones.



**Figura 3. 1** Esquema de la celda de EDI para la remoción de cloruros, con tres compartimientos separados por una membrana aniónica (MA) y catiónica (MC). El compartimiento SD se empacó con resina combinada.

El diseño de la celda consiste en dos electrodos (Ti/Pt y Acero inoxidable), una membrana de intercambio catiónico (MC) Nafion 117, una membrana de intercambio aniónico (MA) Neopseta AMX y un lecho empacado de resina aniónica Lewatit M-500 combinada con una resina catiónica (Figura 3.1). Los compartimientos CA y CC se alimentaron con 120 mililitros por minuto de solución 0.01 M NaCl, respectivamente, y el compartimiento SD se alimentó a  $20 \text{ mL min}^{-1}$  de la misma solución. Cada uno de los efluentes alimentados se recircularon en los mismos compartimientos (proceso por lotes).

Para el estudio, se propuso realizar diferentes experimentos modificando el voltaje y la concentración de la solución, de esta forma tendríamos un panorama de las condiciones adecuadas para operar la celda EDI bajo los cuales se cumpliera nuestro principal objetivo, electrodeionizar.

El proceso de experimentación consistió en tomar muestras de cada compartimiento en intervalos de tiempo, en sucesivo se realizaron mediciones de pH, conductividad y concentración de cloruros, para cada una de las muestras que se obtuvieron.

Con este arreglo se esperaba que los iones de cloro ( $\text{Cl}^-$ ), al aplicar la diferencia de potencial, migraran en dirección al ánodo pasando a través de la membrana aniónica del compartimiento SD hacia el CA y que los iones de sodio ( $\text{Na}^+$ ) fueran atraídos del compartimiento de la solución diluida hacia el cátodo quedándose en el compartimiento catódico como se muestra en la Figura 3.1, en donde se observa el movimiento de iones, esperado dentro de la celda.

Sin embargo, después de observar los resultados obtenidos en distintos experimentos, se llegó a la conclusión que este arreglo no cumplió con los objetivos planteados, ya que en la mayoría no se obtenían cambios significativos de la concentración de cloruros en la solución diluida (SD) además, en algunos experimentos hubo un incremento de la concentración de  $\text{Cl}^-$ , lo que indica que la diferencia de potencial aplicado a la celda tuvo un efecto contrario al que se esperaba. Esto se puede observar en los datos registrados en la tabla 3.1 donde se incluye el tiempo de operación dentro de la celda, el voltaje, la corriente y la concentración de la solución diluida (SD) tanto a la entrada como a la salida de la celda.

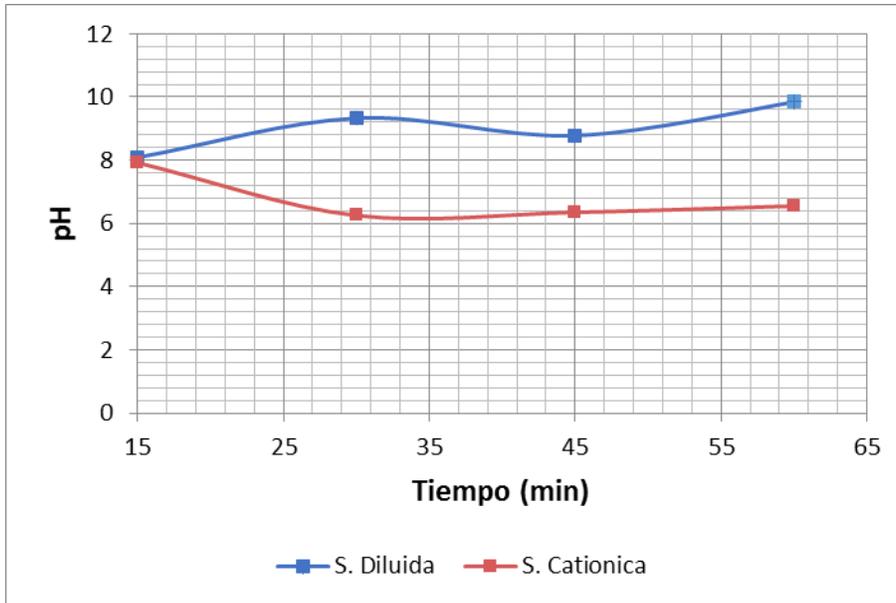
**Tabla 3. 1** Datos de experimentos realizados en la celda EDI de tres compartimientos alimentada con una solución de NaCl en el compartimiento SD

t(min)	Voltaje (V)	Corriente (mA)	Concentración $\text{Cl}^-$ (M)	
			Inicial	final
180	16.1	10	0.00038	0.00021
45	16.4	10	0.00021	0.000175
60	14.3	10	0.00186	0.00203
105	4.8	15	0.01974	0.0208
135	4.8	15	0.01974	0.0203
90	4.9	15	0.02086	0.01692
90	5.8	20	0.0175	0.0183
90	6.6	25	0.01804	0.01805

Otro parámetro que nos permitieron identificar qué sucedía en la celda fue el pH, donde se observó que tampoco había cambios significativos en la variación de este, sin embargo nos permitió identificar el efecto que tenía el voltaje aplicado sobre la resina y la solución, ya que el pH de la solución diluida y de la solución del concentrado catiónico incrementó de un pH inicial de 8 a uno final de 10 (como se observa en la figura 3.2); con lo que se comprueba que, al aplicar la diferencia de potencial, hay mayor producción de iones hidrógeno ( $\text{H}^+$ ) e hidroxilos ( $\text{OH}^-$ ) debido a la disociación del agua. Así pues, con la generación de estos iones se puede observar la regeneración continua de la resina, que es una de las ventajas de la electrodeionización antes mencionadas, ya que no se emplean reactivos.

Por otro lado, cabe mencionar que en estos experimentos se percibió el olor característico del hipoclorito de sodio ( $\text{NaClO}$ ) a la salida del compartimiento catódico, que indicaba la formación de éste compuesto en dicho compartimiento, mismo que no debería estar presente en la celda EDI. Lo que significa que el cloro presente en CC reaccionó con el hidróxido de sodio que se estaba formando, dando como resultado la existencia del hipoclorito dentro de este sistema, que es un compuesto originado por la dismutación del cloro, es decir, que el cloro es reducido y oxidado al mismo tiempo, en una solución diluida de hidróxido a temperatura ambiente; y también por electrólisis de una solución de NaCl.





**Figura 3. 2** pH vs. Tiempo para experimento con tres compartimientos a 15V y 10.07 mA

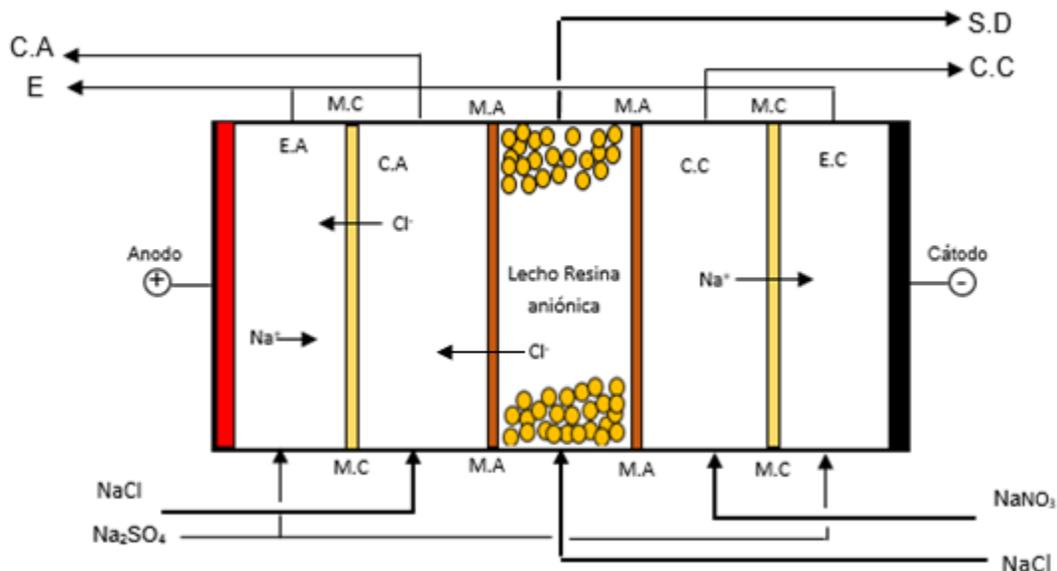
Finalmente, la variable que nos falta analizar y no menos importante es la conductividad de las soluciones, igualmente a las anteriores variables, ésta no cambia significativamente con el tiempo, lo cual sirvió como indicador del poco movimiento de los iones dentro de la celda.

Por tanto se concluye que el arreglo de la celda no es adecuado para trabajar con el arsénico, debido a las reacciones de óxido-reducción presentes en la celda EDI ya que se pretende evitar que el As(V) se reduzca a As(III), además del el poco cambio de las concentraciones de Cl<sup>-</sup> que se apreció en los compartimientos a las condiciones de voltaje y concentración aplicados a la celda y por consiguiente es mejor cambiar el arreglo de ésta para obtener mejores resultados.

### 3.2 Experimentación con una celda de cinco compartimientos

Ya que vimos que el primer arreglo con el que se trabajó no era funcional para cumplir con los objetivos planteados al principio de este trabajo, se decidió cambiar el arreglo de los compartimientos dentro de la celda EDI, con el fin de lograr disminuir la concentración de la sal en la solución diluida, sin la presencia de reacciones de óxido-reducción dentro de la celda, además de observar el transporte del arsénico sin interferencia de otros iones, aunque se siguió trabajando con NaCl para obtener datos que nos permitieran describir el movimiento de los iones dentro de la celda y posteriormente trabajar con una solución preparada de arseniato de sodio.

Al nuevo arreglo que se propuso se le agregaron dos compartimientos a los extremos los cuales fueron alimentados con una sal inerte con el fin de mantener el equilibrio de los iones dentro de la celda, los cuales denominamos de enjuague, teniendo entonces cinco compartimientos que se definen como: EA enjuague anódico, CA compartimiento anódico lateral, SD solución diluida donde se empaqueta únicamente con la resina aniónica en la forma de  $\text{Cl}^{-1}$ , CC compartimiento catódico lateral y EC enjuague catódico. Estos compartimientos están separados por dos membranas aniónicas (MA) y dos membranas catiónicas (MC) como se observa en la figura 3.3 en la que se muestra el acomodo de la celda, así como también el movimiento esperado de los iones dentro de ésta. Sin embargo este arreglo corresponde únicamente a la mitad de un verdadero sistema de electrodeionización, ya que con este arreglo únicamente se espera estudiar el movimiento de los aniones, por lo que este sistema sería un sistema híbrido de intercambio iónico y electrodiálisis, IXED, por sus siglas en inglés (ion exchange/ electrodiálisis), la cual tiene una configuración aniónica.



**Figura 3. 3** Esquema de la celda IXED para la remoción de cloruros, con cinco compartimientos separados por membranas aniónicas (MA) y catiónicas (MC). El compartimiento SD se empacó con resina aniónica

Con este arreglo se pretende que al aplicar la diferencia de potencial eléctrico los iones  $\text{Cl}^-$  migren en dirección al ánodo pasando a través de la membrana aniónica del compartimiento SD hacia el CA; así conforme avanza el tiempo la concentración de  $\text{Cl}^-$  irá disminuyendo en SD y aumentará en el compartimiento CA como se muestra en la Figura 3.3.

### 3.2.1 Metodología para el estudio de la celda IXED alimentada con una solución de NaCl

Se construyó la celda IXED de configuración aniónica con: dos electrodos (Ti/Pt y acero inoxidable), dos membranas de intercambio catiónico (MC) Nafion 117, dos membranas de intercambio aniónico (MA) Neopseta AMX y el lecho de resina de intercambio aniónico Lewatit M-500 (Figura 3.4). Los compartimientos EA y EC se alimentaron con 140 mL/min de solución 0.01 M  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  cada uno, los compartimientos CA y SD se alimentaron con 230 y 30 mL/min de solución 0.01 M NaCl, respectivamente, y el compartimiento CC se alimentó con 230 mL/min de solución 0.02 M  $\text{NaNO}_3$ . Se realizaron dos experimentos: al primero se aplicó una diferencia de potencial eléctrico de 6.2 V y corriente de 10 mA y el segundo es la continuación del primero, sólo que se aumentó el potencial eléctrico a 13.2 V que daba una corriente de 25 mA; en los experimentos mencionados anteriormente cada uno de los efluentes se recirculó y se tomaron muestras de los efluentes a la salida de los compartimientos CA y SD, en intervalos de tiempo, y se midieron pH, conductividad y concentración de cloruros.

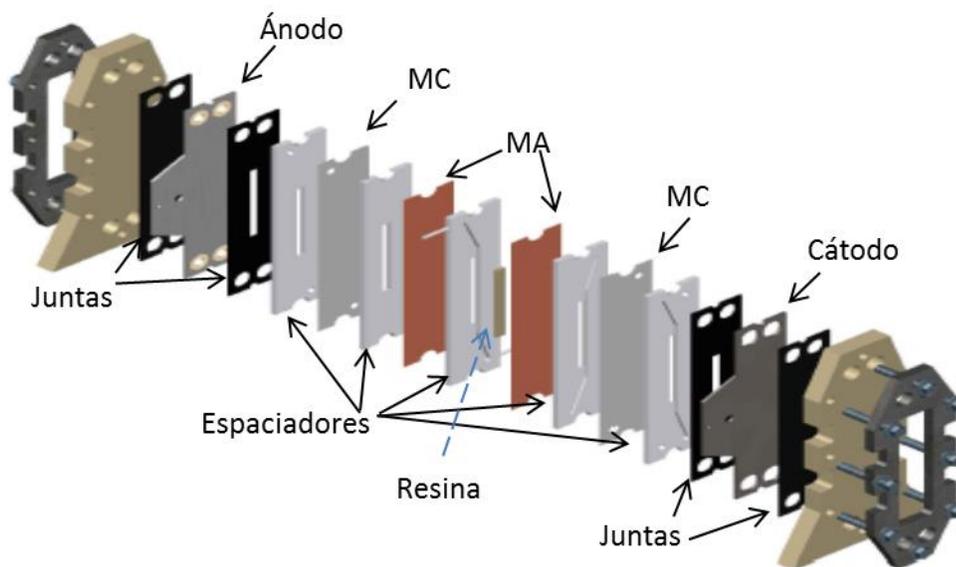
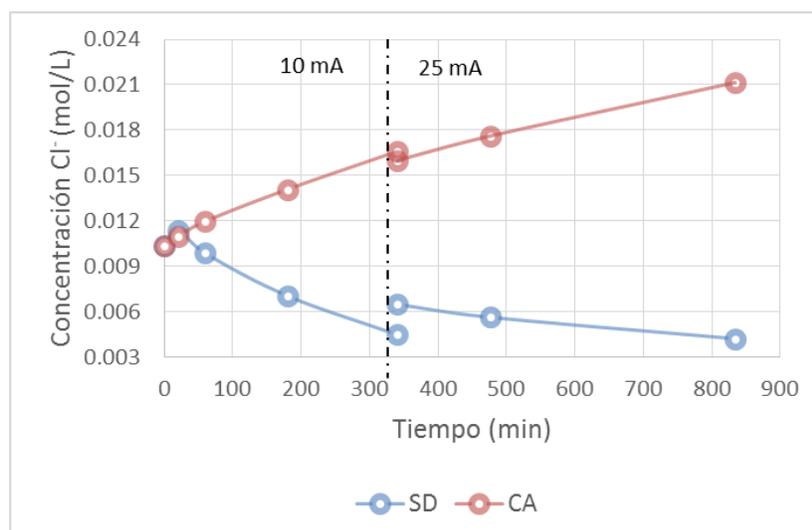


Figura 3. 4 Vista extendida de la celda IXED

### 3.2.2 Resultados y análisis de los experimentos realizados en la celda IXED con NaCl

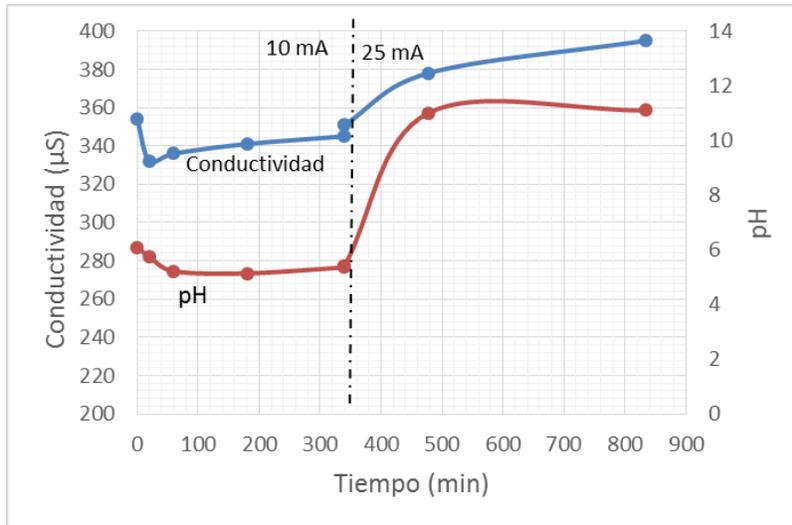
En la figura 3.5 se muestran los cambios de concentración de cloruros en función del tiempo de operación de la celda, se observa que aumenta la concentración de cloruros en el efluente del compartimiento CA, mientras que la concentración de cloruros en el efluente de la solución diluida disminuye; indicando que los iones  $\text{Cl}^-$  se transportan del compartimiento SD al CA. Se observa,

también, que el aumento de la concentración de  $\text{Cl}^-$  es continuo en el compartimiento CA, un comportamiento contrario al esperado, es decir, que fuera constante conforme se agotan los cloruros de la solución diluida. Lo que se puede explicar con el efecto que tiene la regeneración de la resina aniónica, que tiene iones hidroxilo ( $\text{OH}^-$ ), provenientes de la disociación del agua en la superficie de la membrana aniónica en contacto con la solución de nitrato de sodio ( $\text{NaNO}_3$ ) que se encuentra en el compartimiento CC, intercambiándose los hidroxilos en la resina aniónica por los iones  $\text{Cl}^-$  presentes en la solución diluida. Esto se puede observar en la figura 3.6, en la que hay un incremento significativo del pH, ya que cuando se aumenta la corriente de 10 mA a 25 mA, se favorece la disociación del agua. Los cloruros que se intercambiaron con los hidroxilos viajan por migración, aunque exista la difusión, a través de la resina y membrana aniónica hacia el compartimiento CA.

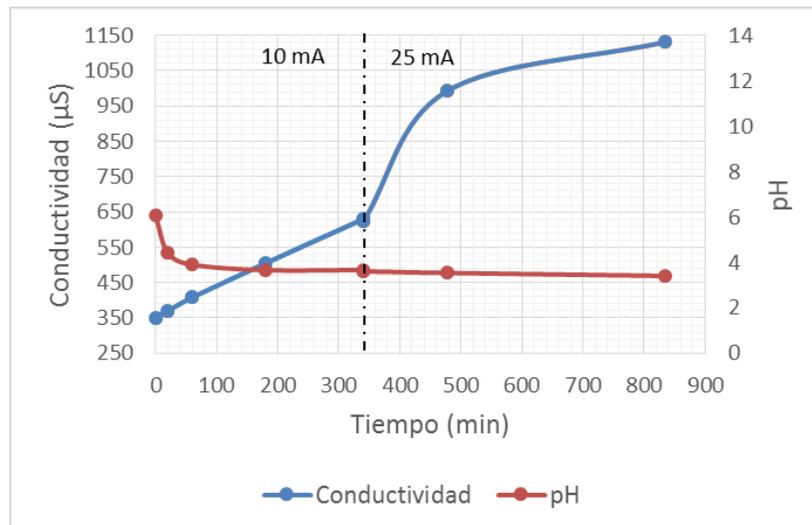


**Figura 3.5** Concentración de cloruros (mol/L) de los compartimientos SD y CA en función del tiempo en la celda EDI a 10mA y 25mA.

Además, se observa que la conductividad del efluente SD (figura 3.6) se mantuvo con un comportamiento casi constante; y, en cambio el efluente del compartimiento CA fue aumentando, tal como se muestra en las figura 3.7. Por otra parte, la ley de electroneutralidad, dice que en un sistema las cargas positivas se balancean por cargas negativas; por lo que, en este sistema en particular, si la solución diluida pierde un  $\text{Cl}^-$ , se debe reponer por otro anión, que puede ser un nitrato ( $\text{NO}_3^-$ ) proveniente del compartimiento CC que viaje de a través de la membrana aniónica por difusión y migración hacia la resina aniónica, lo que mantiene una conductividad casi constante en SD (10mA); el  $\text{Cl}^-$  también puede ser remplazado por un hidroxilo ( $\text{OH}^-$ ), el cual es producto de la disociación del agua, que se ve favorecida al aumentar la corriente a 25 mA, ocasionando un aumento en la conductividad de la solución diluida. Al mismo tiempo, la neutralidad del concentrado catiónico se mantiene debido al transporte por difusión y migración de los iones  $\text{Na}^+$  a través de la membrana catiónica hacia el compartimiento EC, sin embargo, la conductividad disminuye a la mitad de su valor. El pH de la solución CC disminuye como resultado de los protones producto de la disociación del agua.



**Figura 3. 6** Conductividad ( $\mu\text{S}$ ) y pH del compartimiento SD en función del tiempo en la celda IXED, a 10 mA y 25 mA



**Figura 3. 7** Conductividad ( $\mu\text{S}$ ) y pH del compartimiento CA en función del tiempo en la celda IXED, a 10 mA y 25 mA

### 3.2.3 Conclusiones

En base a los resultados obtenidos de estos experimentos se concluye que el transporte de iones cloruro de la solución diluida, SD, hacia el concentrado aniónico, CA, se lleva a cabo debido al proceso combinado entre el intercambio aniónico con la resina y el transporte por migración y difusión de iones  $\text{Cl}^-$  a través de la resina y las membranas. El aumento de concentración del cloruros de la solución CA es atribuido a este proceso, al igual que el aumento de la conductividad, pero con la contribución de los nitratos y la llegada de cationes ( $\text{Na}^+$  y  $\text{H}^+$ ) que llegan desde el compartimiento EA (enjuague anódico). Por último, se vio el efecto que tiene el aumento de corriente en el sistema de electrodeionización, el cual es el de favorecer la disociación de agua y producir un aumento en el pH de la solución diluida. Por tanto, este arreglo es factible para cumplir con los objetivos propuestos para este trabajo, y se puede proceder a trabajar con el arsénico.



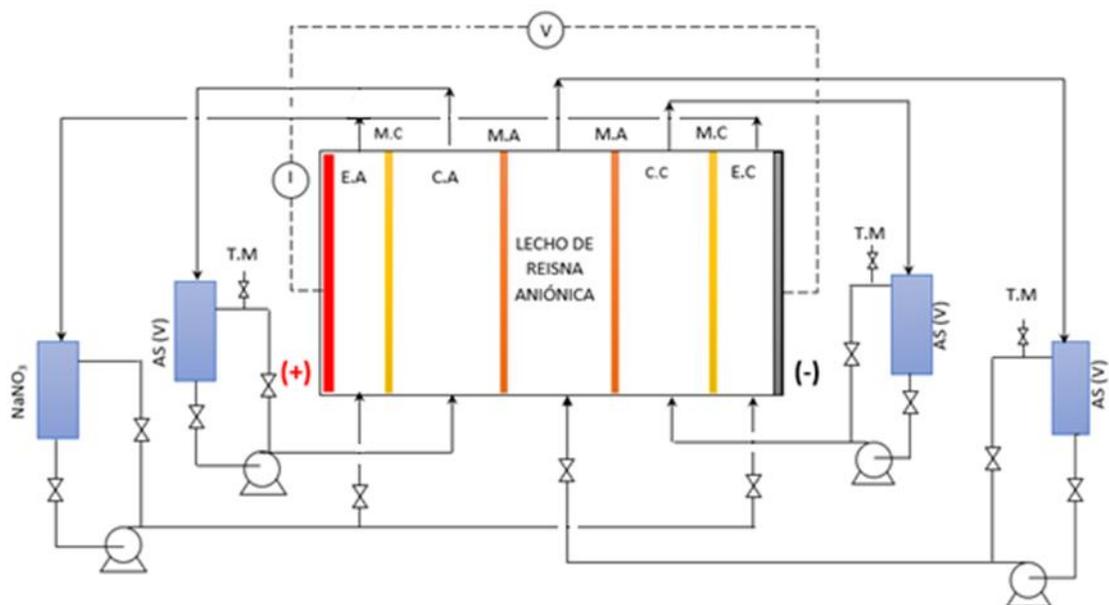
# Capítulo 4. Estudio experimental del proceso IXED con arseniato de sodio

Ya establecido que el arreglo de la celda IXED con cinco compartimientos es adecuado, se procedió a experimentar con la solución de arseniato de sodio ( $\text{NaH}_2\text{AsO}_4$ ) para establecer los mecanismos por los cuales se transportan los iones de arseniato a través de las soluciones, la resina y membranas de intercambio aniónico que conforman la celda IXED. Pueden presentarse tres mecanismos por los cuales los iones se transportan dentro de la celda: difusión, migración y convección.

Para cumplir los objetivos planteados se realizaron distintos experimentos variando las concentraciones iniciales de las soluciones alimentadas a los compartimientos, aplicando diferentes voltajes a la celda IXED para cada concentración. Con el fin de analizar el efecto de estas dos variables sobre el funcionamiento de esta la celda que combina las técnicas de intercambio aniónico y electrodiálisis. Dichos experimentos se analizarán a continuación.

## 4.1 Metodología de trabajo con la celda IXED

Para la investigación experimental, se construyó la celda IXED con dos electrodos (ánodo Ti/Pt y cátodo Acero inoxidable), dos membranas de intercambio catiónico (MC) Nafion 117, dos membranas de intercambio aniónico (MA) Neopseta AMX y el lecho de resina de intercambio aniónico Lewatit M-500. Se realizaron distintos experimentos utilizando potenciales en el intervalo de 5 a 20 V, además de distintas concentraciones iniciales en cada experimento que van de 2.1 a 15 ppm As de las soluciones alimentadas a los compartimientos CA, SD y CC; cabe mencionar que estos compartimientos tienen la misma concentración inicial de As. Los compartimientos EA y EC se alimentaron con solución 0.1 M  $\text{NaNO}_3$  a 140 mL/min cada uno, los compartimientos CA y CC se alimentaron con 230 mL/min de  $\text{NaH}_2\text{AsO}_4$ , y el compartimiento SD se alimentó con 30 mL/min de solución  $\text{NaH}_2\text{AsO}_4$  (figura 4.1). En cada experimento se recircularon los efluentes de los cinco compartimientos y se tomaron muestras de los recipientes de las soluciones CA, CC y SD a intervalos determinados de tiempo; a cada muestra se le determinó pH, conductividad y concentración de arseniatos con el método de absorción atómica con generación de hidruros.



**Figura 4. 1** Esquema del sistema experimental para la remoción de As en una celda híbrida de intercambio iónico y electrodiálisis (IXED).

#### 4.1.1 Metodología para la cuantificación de As con el equipo VARIAN SPECTRAA 800 de absorción atómica con generador de hidruros

En la cuantificación del arsénico por este método se requiere de la formación de hidruros volátiles que permitan su transferencia a una celda de cuarzo, en la que se disocian y atomizan los mismos para obtener un valor de absorbancia, producto de la reacción entre el arsénico y el borohidruro de sodio en medio ácido. Para obtener dichos hidruros se preparan las siguientes soluciones:

1. Yoduro de potasio (KI) 1%
2. Borohidruro de sodio ( $\text{NaBH}_4$ ) 0.6% e hidróxido de sodio (NaOH) 0.5%
3. Ácido Clorhídrico (HCl) 7M
4. Solución de 10 ppm de As a partir de un estándar de 1000 ppm As.

Para la determinación de la cantidad de As que hay presente en una muestra, es necesario distintas soluciones de As con una concentración conocida, es decir, una curva de calibración y hacer pasar a ésta primero en el equipo de absorción atómica para leer la absorbancia correspondiente a cada concentración. Para realizar una regresión que permita, con la ecuación de dicha curva, calcular la concentración de las distintas muestras.

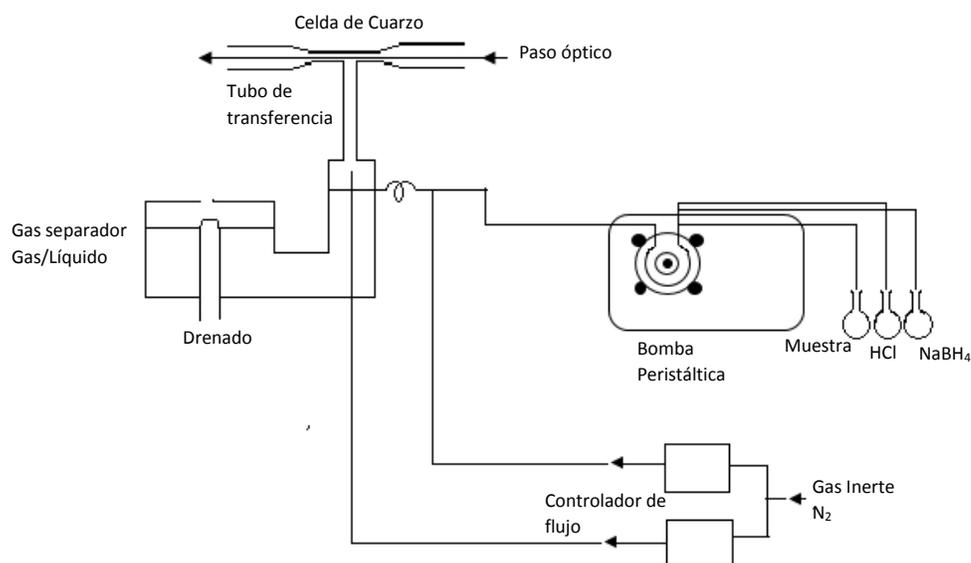
La curva de calibración que se preparó, para cada experimento realizado, se realizó a partir de una solución estandarizada de 1000 ppm As, diluyendo primero a 10 ppm As y a partir de ésta, se diluyó de acuerdo a la tabla 3.2, agregando 1mL de KI al 1% y aforando con el HCl 7M.

**Tabla 4. 1** Preparación de la curva de calibración

ppb As	μL de As de una solución de 10 ppm
10	25
24	60
38	95
52	130
66	165
80	200
90	235

Las muestras de solución de arseniato que se tomaron de los recipientes, se preparan de la misma forma que la curva de la calibración, sólo que se utiliza una alícuota de 50 μL. Y una vez preparadas tanto la curva como las muestras se procedió a trabajar con el equipo de absorción.

#### 4.1.2 Operación del equipo de Absorción Atómica con Generador de Hidruros



**Figura 4. 2** Esquema del arreglo para la determinación de arsénico por el método de absorción de atómica con generador de hidruros y sistema de inyección de flujo.

La metodología que se siguió para operar el equipo de absorción atómica con generador de hidruros, es la siguiente:

1. Encender el equipo de absorción atómica y la computadora e ingresar al programa ESPECTRAA.
2. Instalar la lámpara de descarga de As en el conector de la fuente de potencia.
3. Se optimiza la energía de la lámpara, alineándola con las perillas que se encuentran detrás del conector, con la celda de cuarzo colocada en la manta de calefacción.
4. Verificar los parámetros de la tabla 4.3, para el análisis de As.

**Tabla 4. 2** Parámetros establecidos para la lectura de As en el equipo de absorción atómica.

Parámetro	Valor
Altura de la flama	6.1 mm
Posición de la lámpara	4
$\lambda$	193.7 nm
Voltaje	487
Int. Time	20 s

5. Instalar sistema de análisis por inyección de flujo (generador de hidruros) y colocar el HCl 7M y la solución de NaBH<sub>4</sub> 0.6%/(NaOH) 0.5% en la línea de alimentación correspondiente (figura 4.2). Ajustar los flujos de la bomba peristáltica de acuerdo a la tabla 4.4. En la línea de alimentación de la muestra, se utilizó agua desionizada para ajustar el flujo volumétrico.

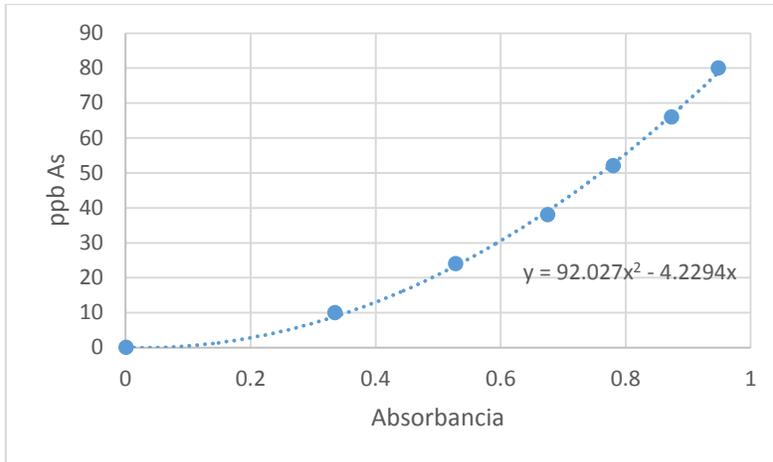
**Tabla 4. 3** Flujos de alimentación.

Línea de alimentación	Flujo volumétrico (mL/min)
Ácido	1
Boro Hidruro de Sodio	1
Muestra	2

6. Una vez establecidos los parámetros, se enciende la llama y se procede a la calibración del equipo, ésta se realiza con agua desionizada o HCl 7M y una vez que se obtiene una absorbancia cercana a cero, se hace pasar la curva de calibración para la lectura de la absorbancia y posteriormente las muestras.
7. Ya que el equipo dio lectura de la última muestra que se hizo pasar, se detiene el programa en la computadora y éste hace que la llama del equipo de absorción se apague, se guardan los datos y se apaga tanto el equipo de absorción como la computadora. Y para finalizar se retira la lámpara de arsénico y la celda de cuarzo.

#### 4.1.3 Resultados de la medición en el equipo de absorción atómica con generador de hidruros

A continuación se describe la metodología para la determinación de la concentración de arsénico en las muestras que se tomaron durante los experimentos realizados con la celda IXED; en este segmento únicamente se tomaron como ejemplo, los datos arrojados por el experimento realizado en la celda IXED alimentada con una solución de arseniato de sodio (NaH<sub>2</sub>AsO<sub>4</sub>) de una concentración inicial de 10 ppm As, a la que se le aplicó una diferencia de potencial de 15 V. Entonces, al medir la absorbancia de las soluciones de la curva de calibración se ajustan los datos a la ecuación de una curva, en este caso, los datos de absorbancia se grafican respecto al tiempo, y se observa que los datos se acomodan a una ecuación de segundo orden con origen en cero. Como se muestra en la figura 4.3.



**Figura 4. 3** Curva de calibración utilizada en la cuantificación de arsénico presente en muestras obtenidas del experimento realizado a 15V y una concentración inicial de 10 ppm As (la línea únicamente muestra la tendencia de los datos obtenidos).

En base a la figura 4.3 se obtiene la ecuación a partir de la cual se determina la concentración de As presente en las muestras.

$$[As] = 92.027A^2 - 4.2294A \quad (4.1)$$

En donde A se refiere a la absorbancia, y [As] es la concentración de arsénico en ppb.

Por tanto, la ecuación anterior se utiliza para calcular la concentración de As presente en las muestras correspondientes a dicho experimento. Sin embargo, hay que recordar que lo que se cuantificó en el equipo de absorción son únicamente diluciones de las muestras originales que se tomaron, por lo que para conocer la verdadera concentración de las muestras recolectadas es necesario realizar la siguiente operación:

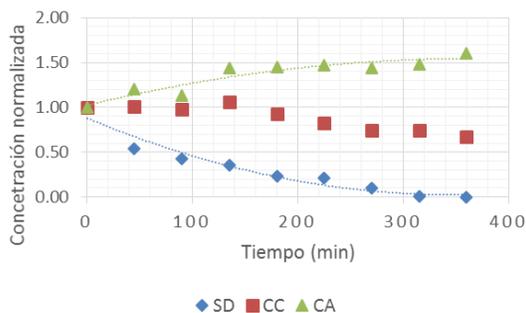
$$C_1 = C_2 * \frac{V_{aforo}}{V_{alícuota}} \quad (4.2)$$

Donde,  $C_1$  es la concentración real de las muestras (ppb As),  $C_2$  es la concentración (ppb As) calculada con la ecuación de la curva de calibración,  $V_{aforo}$  es el volumen (mL) al cual se aforó la muestra preparada, en este caso el volumen de aforo es de 25 mL, y  $V_{alícuota}$  es el volumen (mL) utilizado de la muestra original. En la tabla 4.4 se expone un ejemplo del cálculo de concentraciones de algunas muestras obtenidas de los efluentes SD, CC y CA de la celda IXED.

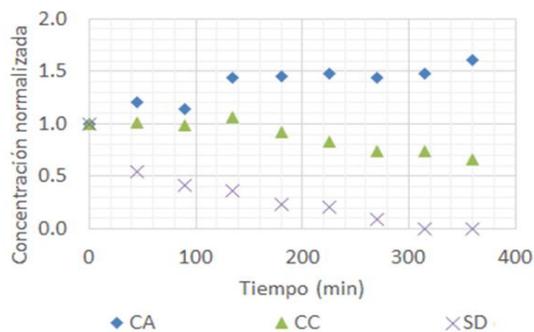
**Tabla 4. 4** Cálculo de concentraciones de las muestras SD, CC y CA de la celda IXED operada a 15 V y una concentración inicial de 10 ppm As.

Muestra	#	A	C <sub>2</sub> (ppb As)	V <sub>alícuota</sub> (mL)	C <sub>1</sub> (ppm As)
INICIAL	1	0.4854	19.630	0.05	9.815
	2	0.4758	18.821	0.05	9.411
SD	1	0.2742	5.759	0.05	2.880
	2	0.1919	2.577	0.05	1.289
CC	1	0.4701	18.349	0.05	9.175
	2	0.4574	17.319	0.05	8.659
CA	1	0.4862	19.698	0.05	9.849
	2	0.4839	19.502	0.05	9.751

## 4.2 Resultados y discusión



**Figura 4. 4** Concentración normalizada de As relativa a la concentración inicial  $C_0$  para las soluciones CA, SD y CC durante el proceso IXED a 15 V y  $C_0=13.3$  ppm As (las líneas sólo muestran la tendencia de los datos experimentales).



**Figura 4. 5** Conductividad normalizada relativa a la conductividad inicial para las soluciones CA, CC y SD durante la remoción de arseniatos; IXED a 15 V y  $C_0=13.3$  ppm As (las líneas solamente muestran la tendencia de los datos experimentales).

La figura 4.4 muestra los cambios de concentración de arsénico, en función del tiempo, de la recirculación de los tanques de cada compartimiento (CC, SD y CA). Este experimento se llevó a cabo con una solución de 13.3 ppm As, un pH inicial de 7.3 y se impuso un potencial de 15 V en la celda IXED. Se observa que los aniones de arsénico son removidos del compartimiento que no contiene resina, el compartimiento catiónico, hacia la membrana aniónica a través de un proceso permitido por la aplicación del campo eléctrico. Este proceso equivale al transporte de iones ocurrido en una celda de electrodiálisis (ED). En cambio, los aniones de arsénico del compartimiento SD son removidos por medio de un proceso diferente al del compartimiento CC, debido a la presencia de la resina. La gran disminución en la concentración de As, comparada con la del compartimiento CC, demuestra la alta capacidad del compartimiento que contiene la resina para remover oxianiones de As. El arsénico de los compartimientos CC y SD se transportan hacia el compartimiento CA, incrementando la concentración de As del efluente de dicho compartimiento. Los cambios de conductividad de la figura 4.5 reflejan los mecanismos de transporte que hay en los compartimientos CC y SD. La conductividad de la solución diluida se mantiene casi constante indicando que la concentración de iones no cambia significativamente debido al proceso de intercambio iónico en la resina que compensa la disminución de As con la adición de otros iones. Es decir, la mayor parte de los aniones de As (V) se intercambian por hidroxilos en la resina producto de la disociación del agua.

El movimiento de los iones presentes en cada compartimiento es descrito en la figura 4.6, en la que de igual forma se muestra la generación de iones  $H^+$  y  $OH^-$  de la disociación del agua. Los iones en la resina aniónica son  $As(V)$  e hidroxilos, los primeros provienen del compartimiento CC y de la solución diluida, y los segundos de la disociación del agua que tiene lugar la superficie de la membrana aniónica cuando las concentraciones de aniones  $As(V)$  en la capa agotada disminuye hasta valores suficientemente pequeños. La regeneración de la resina por estos iones  $OH^-$  permite proponer el intercambio de los iones As de la solución por iones  $OH^-$  en la resina y la disminución

de la concentración de arsénico en el compartimiento SD, considerando que la resina se encuentra equilibrada, al principio, con iones As(V). Por lo que se asocia el pequeño incremento en la conductividad de SD con el intercambio de iones de As(V) por iones OH<sup>-</sup>. En cambio, la conductividad de CC disminuye debido a la remoción simple de As(V) y cationes Na<sup>+</sup>; los primeros pasan a través de la membrana aniónica hacia SD y los segundos a través de la membrana catiónica hacia el compartimiento EC. El transporte de iones toma lugar a través de los mecanismos de difusión, migración y convección. A través de estos mecanismos, los iones As(V) y Na<sup>+</sup> se transportan por las membranas aniónicas y catiónicas, respectivamente, al fluido del compartimiento CA, así se incrementa la concentración de iones y por consiguiente, la conductividad (figura 4.6). La fuente más importante de iones OH<sup>-</sup> para la regeneración de resina tiene lugar en la interfaz aniónica membrana-electrolito del compartimiento CC. El intercambio de aniones entre As(V) y aniones OH<sup>-</sup> en el compartimiento SD depende de la especie predominante. A los valores iniciales de pH ≈ 7 de la solución de Na<sub>2</sub>HAsO<sub>4</sub> preparada a 13.3 ppm As, la especie monovalente de arsénico H<sub>2</sub>AsO<sub>4</sub><sup>-</sup> y la especie divalente de arsénico HAsO<sub>4</sub><sup>2-</sup> están distribuidas al 50%, de acuerdo con el diagrama de distribución de especies señalado en el Apéndice A de este trabajo. Al principio, ambas especies pueden participar en una reacción de intercambio aniónico con la resina en el compartimiento SD y en la transferencia de aniones hacia o desde las membranas aniónicas durante el experimento IXED. Las reacciones simples de intercambio de los iones monovalentes y divalentes se muestran en las ecuaciones (4.3) y (4.4).



\*Donde R<sup>+</sup>OH<sup>-</sup> representa el sitio en la resina de intercambio aniónico.

Según la ecuación (4.5), se puede llevar a cabo simultáneamente la reacción de intercambio de conversión del anión monovalente a anión divalente y la pérdida de un H<sup>+</sup> puede tomar lugar. En las reacciones simples de intercambio (4.3) y (4.4), de la resina se desprenden uno o dos iones hidroxilo (OH<sup>-</sup>), dependiendo si hay un anión de arsénico monovalente o divalente, sin embargo, cuando ocurre la reacción de conversión de H<sub>2</sub>AsO<sub>4</sub><sup>-</sup> a HAsO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, se libera únicamente un ión OH<sup>-</sup>.

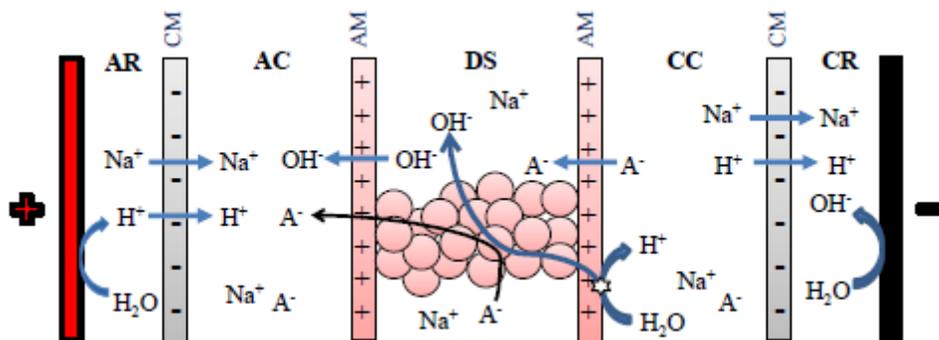
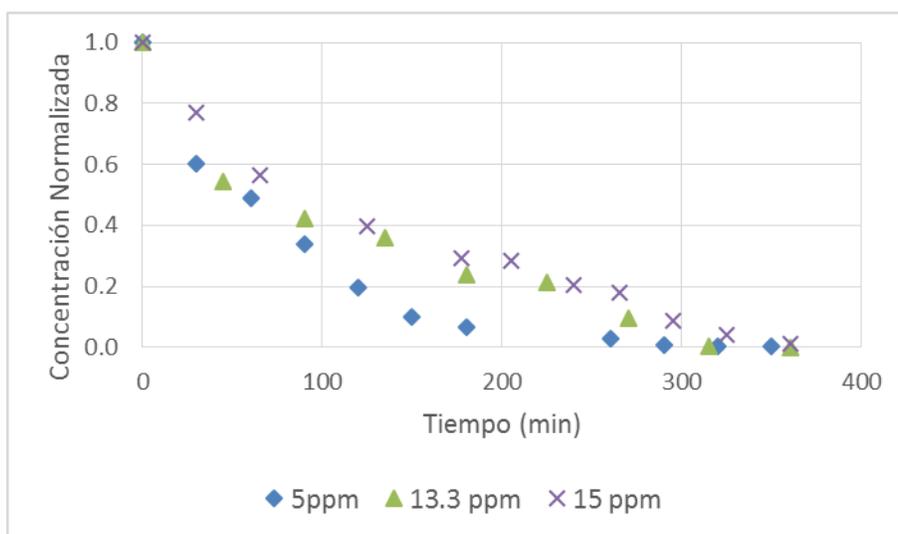


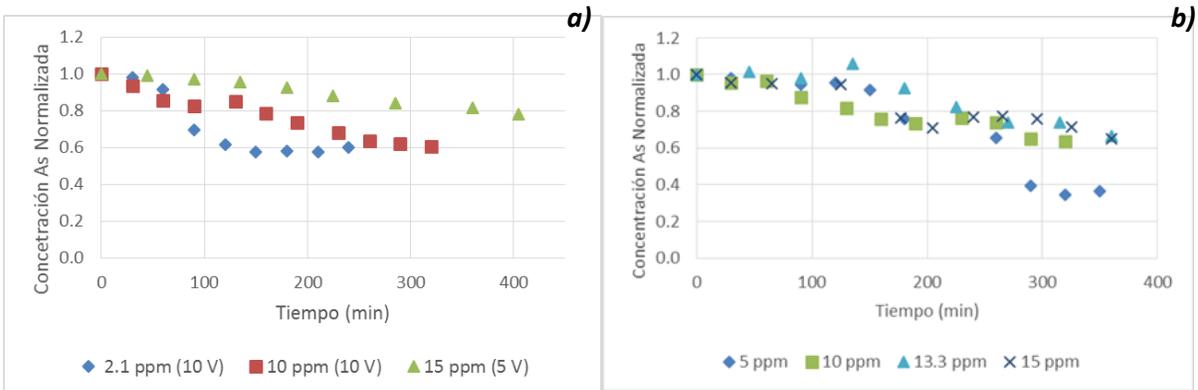
Figura 4. 6 Esquema del transporte de los iones presentes dentro de la celda IXED. A<sup>-</sup> representa los iones de As(V).

Así, en el compartimiento SD empacado con una resina aniónica se obtuvo un producto de 10 ppb de arsénico, alcanzando el límite recomendado por la OMS, alimentando a la celda IXED de cinco compartimientos con una solución de arsénico a 13.3 ppm, y aplicando una diferencia de potencial de 15 V. Y una vez que se observó el movimiento de los iones del proceso IXED se procedió a experimentar con dicha celda bajo distintas condiciones de voltaje y concentración para analizar el efecto que tienen estas variables en los resultados que arroja la experimentación con la celda de cinco compartimientos. Para esto, se llevó a cabo un conjunto de experimentos con distintas concentraciones iniciales: 2.1, 5.0, 6.9, 10, 13.5 y 15 ppm As, y cuatro potenciales de celda: 5, 10, 15 y 20 V. Los voltajes 10, 15 y 20 V son relativamente altos con el fin de favorecer la disociación del agua para una efectiva regeneración de la resina.



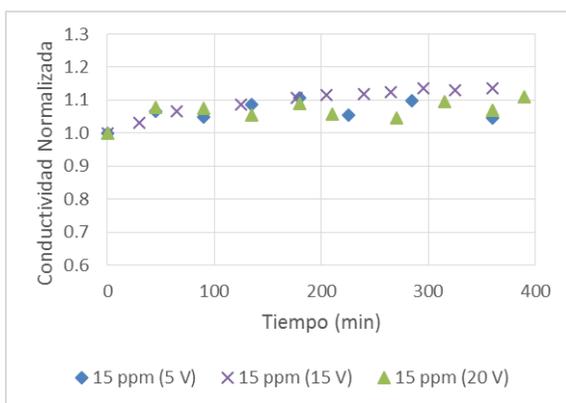
**Figura 4. 7** Disminución de concentración de arsénico normalizada en soluciones SD durante los experimentos IXED a diferentes concentraciones inicial y a un potencial de celda de 15 V.

La figura 4.7 muestra la variación de la concentración en el compartimiento SD, empacado con la resina, para diferentes concentraciones iniciales a un mismo voltaje (15 V). Se observa que con una concentración inicial de 5 ppm As la disminución de la cantidad de arsénico ocurre ligeramente más rápido a comparación de una  $C_0$  de 15 ppm. Este comportamiento se atribuye a que siendo la concentración inicial menor, hay presencia suficiente de iones hidroxilo para favorecer el equilibrio en la resina de intercambio aniónico. Mientras que en la figura 4.8 se muestra el efecto que tiene la concentración inicial de arsénico en el compartimiento CC. Aquí, un mayor voltaje promueve una mayor remoción de arsénico.

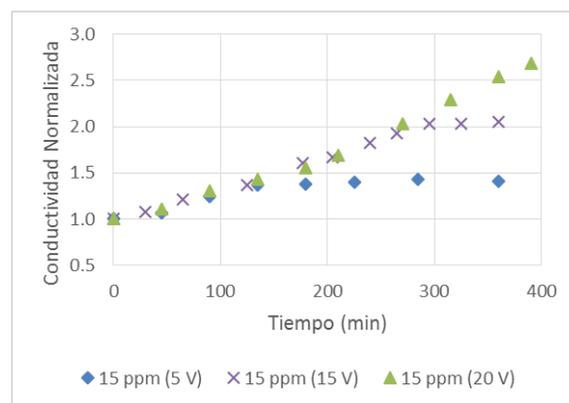


**Figura 4. 8** Disminución de la concentración normalizada de arsénico en las soluciones de CC durante experimentos IXED a diferentes concentraciones iniciales y potenciales de celda: (a) 5 y 10 V; (b) 15 V.

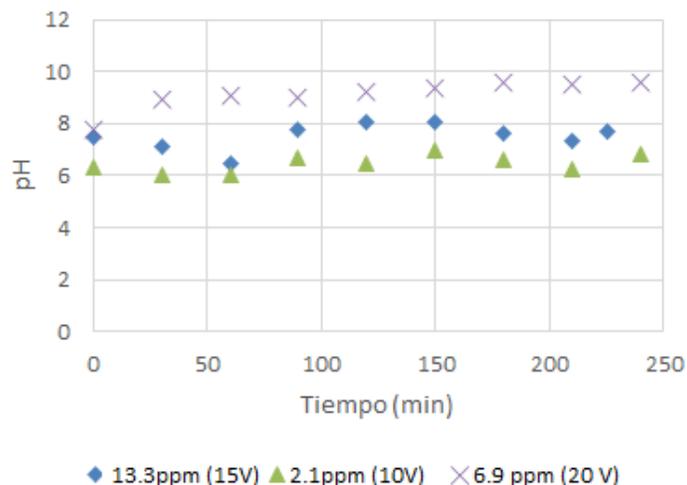
Las figuras 4.9 y 4.10 muestran la variación de la conductividad a distintos voltajes y la misma concentración inicial (15 ppm) del compartimiento SD y del CA, respectivamente. En la primera, se observa que hay un ligero incremento en la conductividad y posteriormente se mantiene casi constante, este comportamiento es causado por el intercambio de aniones de As(V) en la solución por el  $\text{OH}^-$  que se encuentra en la resina. Mientras que el aumento de la conductividad del compartimiento CA causado por el aumento de la concentración de iones es mayor a un potencial mayor (figura 4.10). En las curvas de 5V y 15 V se puede observar una meseta durante la electrólisis; esto se explica por el hecho de que los iones de arsénico disminuyen en los compartimientos SD y CC incrementando la disociación del agua y el transporte de los iones  $\text{OH}^-$  generados en el compartimiento CA donde son neutralizados por los protones que vienen de la solución de enjuague del ánodo mediante la membrana aniónica, que detiene el aumento continuo de iones totales (ver figura 4.6). En la figura 4.9 se observa que la meseta no se forma a un potencial de 20 V, lo que indica que el incremento en la conductividad es el resultado de los iones entrantes:  $\text{Na}^+$  y  $\text{H}^+$  de la membrana catiónica y As(V) y  $\text{OH}^-$  de la membrana aniónica, en proporciones que dependen del potencial de celda y de la concentración de As(V).



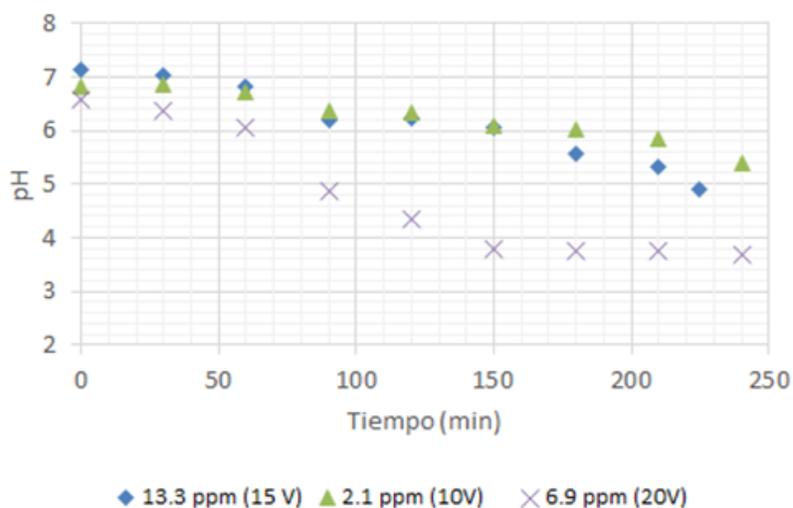
**Figura 4. 9** Conductividad normalizada relativa a la conductividad inicial a distintos voltajes del compartimiento SD con  $C_0=15$  ppm.



**Figura 4. 10** Conductividad normalizada relativa a la conductividad inicial a distintos voltajes del compartimiento CA con  $C_0=15$  ppm.



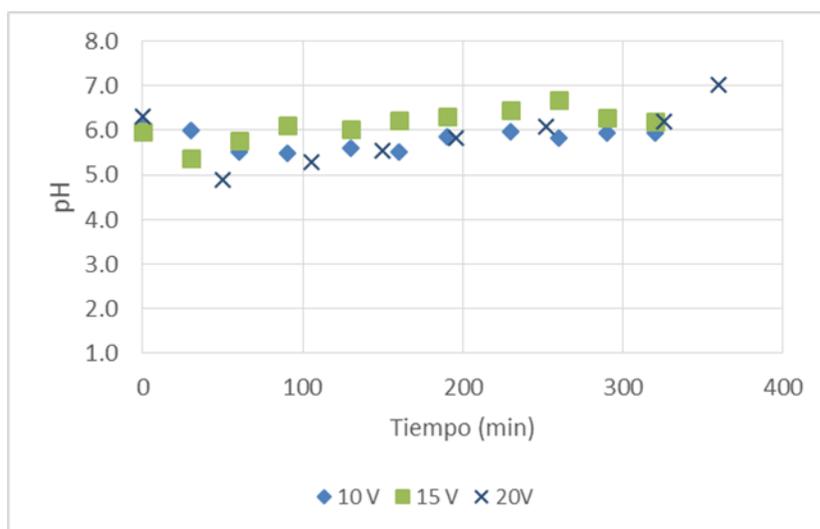
**Figura 4. 11** Variación de pH en el compartimiento SD.



**Figura 4. 12** Variación de pH en el compartimiento CA para distintos experimentos.

Las figuras 4.11 a 4.13 ilustran los cambios de pH en cada compartimiento para distintos experimentos. En la figura 4.11 se observa un ligero incremento en el pH el compartimiento SD en los experimentos mostrados. Dicho incremento es causado por el intercambio de iones entre la resina y la solución que pasa por el compartimiento, ya que la resina libera iones  $\text{OH}^-$ . También se observa que los mayores cambios de pH ocurren cuando hay gran disociación del agua y una alta regeneración de la resina, como se puede ver en el experimento realizado con un voltaje alto (20V). Mientras que en los resultados mostrados en el compartimiento CC se percibe que el pH disminuye en todos los experimentos (incluso los que no se muestran en la figura correspondiente a dicho compartimiento); esta disminución de pH es atribuida a los protones de la disociación del agua en la superficie de la membrana aniónica. Viendo entonces que cuanto más alto es el potencial aplicado a la celda, menor es el pH alcanzado.

Las variaciones de pH en el compartimiento CA a 10 ppm As y tres diferentes potenciales de celda son descritos en la figura 4.13. Estas variaciones son causadas por un desbalance entre la entrada de  $\text{OH}^-$  a través de la membrana de intercambio aniónico y  $\text{H}^+$  a través de la membrana de intercambio catiónico (ver figura 4.6), siendo el primer proceso más alto que este último y consecuentemente produciendo un ligero aumento pH después de un periodo inicial de tiempo de electrólisis. A un voltaje bajo (10V) el pH disminuye durante 100 minutos antes de incrementar; a un voltaje mediano (15 V) este paso de disminución de pH dura 30 minutos, mientras que a un voltaje alto (20 V) el paso de disminución toma 50 minutos. Esto se puede explicar por el hecho que la resina está inicialmente en equilibrio con la solución de As(V) y cómo el voltaje es aplicado iones  $\text{OH}^-$  adicionales son generados por la disociación del agua. Su concentración en la resina gradualmente incrementa y así su entrada al compartimiento CA; este proceso, tanto como la migración eléctrica de iones, se intensifica a medida que aumenta el voltaje de la celda.



**Figura 4. 13** Variación de pH del compartimiento CA a distintos potenciales de celda a 10 ppm As durante el proceso IXED.

La configuración de celda funciona como lecho de intercambio aniónico con regeneración de resina por los iones  $\text{OH}^-$  generados por la disociación del agua. En esta configuración, la operación del compartimiento CC es muy importante ya que los aniones de As(V) son eliminados mediante la membrana aniónica y el  $\text{Na}^+$  a través de la membrana catiónica, pero al mismo tiempo la disociación del agua en la superficie de la membrana aniónica en la forma de iones  $\text{OH}^-$  que migran hacia el lecho de resina para regenerar la resina mientras los iones  $\text{H}^+$  son transportados hacia gran parte de la solución CC. En el estudio realizado, la solución del compartimiento CC no tiene uso, pero en el caso de la aplicación de esta configuración para la remoción de arsénico, la salida de este compartimiento parcialmente desionizada y ligeramente acidificada puede usarse para alimentar el compartimiento SD y así obtener un mayor grado de separación.

### 4.2.1 Eficiencia de corriente

La purificación de soluciones de arsénico en un proceso IXED involucra el transporte de iones arsénico en diferentes medios, lo que se acompaña del transporte de otros iones existentes, de modo que sólo una fracción de la corriente se utiliza eficientemente para transferir arsénico al compartimiento CA. Dicha eficiencia de corriente fue calculada para la especie monovalente de As(V) con la ec. 4.6.

$$\%E_f = \frac{zF(C_0 - C)V}{10ItM} \quad (4.6)$$

\*Donde  $F$  es la constante de Faraday ( $96500 \text{ C mol}^{-1}$ ),  $C_0$  y  $C$  son la concentración de As al principio y después de la operación de celda IXED, respectivamente ( $\text{mg L}^{-1}$ ),  $z$  es el número de carga del oxianión As(V),  $V$  es el volumen de la solución (L),  $t$  es el tiempo (s),  $I$  es la corriente (A), y  $M$  es el peso atómico del arsénico.

Los resultados de la eficiencia de corriente calculados durante el tiempo en IXED necesario para disminuir la concentración de arsénico de  $C_0$  a 10 ppb As, y para obtener el producto deseado en el compartimiento SD, considerando el transporte de los iones monovalentes de As(V), se muestran en la Tabla 4.5. Las eficiencias de corriente obtenidas son bajas, entre 8.2 y 47.7 % usando resina de intercambio aniónica parcialmente saturada con iones arseniato en intervalos de potencial entre 10 y 20 V.

**Tabla 4.5** Eficiencia de corriente en la remoción de As(V) del compartimiento SD.

$C_0$ (ppmAs)	Potencial de celda (V)	Tiempo (min) para obtener $C \leq 10$ ppbAs	Densidad de corriente media ( $\text{A m}^{-2}$ )	Eficiencia de corriente (%)
2.1	10	240	4.5	8.2
5	15	350	5.5	11.1
6.9	20	240	110	11.2
10	10	290	3.1	47.7
	15	320	6.3	21.3
	20	360	9.8	12.1
13.3	15	360	8.4	18.9
15	5	400	3.4	47.3
	15	360	6.8	26.3
	20	390	11.3	14.6

Es importante señalar que los valores de eficiencia en la **Tabla 4.5** son convencionales por  $z=1$ . La eficiencia de la corriente real puede ser dos o tres veces mayor que la indicada, ya que los oxianiones As(V) pueden ser transportados como iones divalentes o incluso trivalentes a través de resinas y membranas, dependiendo el pH de la solución en el compartimiento SD, como se muestra en el diagrama de distribución de especies incluido en el apéndice A.

La mayor eficiencia se obtuvo a un potencial de celda de 10 V y una densidad de corriente promedio de 3.1 y 3.4  $\text{A m}^{-2}$  para 10 y 15 ppm As, respectivamente. De acuerdo con los resultados aquí mostrados, las condiciones que favorecen la disociación del agua provocan una baja eficiencia de corriente. Así, la aplicación de la celda IXED para remover arsénico del agua se puede considerar una compensación entre la velocidad del proceso de división del agua para la regeneración de la resina y la eficiencia de la corriente con el fin de encontrar condiciones óptimas.

### 4.3 Conclusiones

El arreglo de la celda de cinco compartimientos permite eliminar oxianiones de arsénico y analizar el efecto de los fenómenos que aparecen durante IXED. El As(V) removido en el compartimiento que contiene la resina usa la disociación del agua para regenerar eficientemente a resina y promover el intercambio de iones As(V) con OH<sup>-</sup>. La regeneración de la resina se logra en mayor cantidad a una alta densidad de corriente y una baja concentración de iones en la solución, pero a con menor eficiencia de corriente. Sin embargo, la remoción de arsénico en el compartimiento sin la resina (equivalente a un proceso de electrodiálisis) toma lugar debido al transporte de iones hacia la membrana y a través de ella en un proceso de extracción que es menos eficiente que IXED. Finalmente, se concluye que el intercambio de iones con la resina electroquímicamente regenerada bajo las condiciones estudiadas aquí permite disminuir el contenido de arsénico hasta valores de 10 µg L<sup>-1</sup> o menos, cumpliendo así el límite máximo establecido por la OMS.

# Conclusiones generales

Se llevó a cabo una investigación experimental del proceso de intercambio iónico/electrodiálisis (IXED) utilizando diferentes arreglos, con el fin de conocer sus características y establecer un arreglo adecuado para remover el arsénico presente en soluciones sintéticas o diluidas. Este estudio se llevó a cabo con distintos arreglos de celda IXED, primero con un arreglo que permitiera la remoción tanto de aniones y cationes (EDI); y posteriormente se modificó la celda para llevar a cabo la remoción de aniones.

En el caso del primer arreglo, la celda EDI de tres compartimientos, utilizado para remover ambos iones de una solución diluida de NaCl ( $\text{Na}^+$  y  $\text{Cl}^-$ ), se observó que este arreglo de celda no logró una buena remoción de ambos iones, pero se comprobó el movimiento de iones  $\text{Cl}^-$  de la solución diluida hacia el concentrado aniónico; hecho poco perceptible en los valores de concentración de  $\text{Cl}^-$  obtenidos con la valoración de éste con  $\text{AgNO}_3$ . Por lo que esta configuración de celda no resultó ser el más adecuado para lograr los objetivos planteados debido a la disociación del agua que produjo el gran aumento de pH y baja eficiencia de corriente, además de la producción de hipoclorito de sodio, el cual no se esperaba.

Con base en los resultados del primer arreglo, se propuso un arreglo de cinco compartimientos, con el propósito de remover únicamente aniones, que es una configuración aniónica de una celda IXED. En este arreglo se alimentó una solución diluida de NaCl, en estos experimentos se obtuvieron resultados satisfactorios debido al proceso combinado de la resina con las membranas de intercambio aniónico y la aplicación del campo eléctrico, que juntos, propiciaron el transporte de  $\text{Cl}^-$  del compartimiento empacado con la resina hacia el compartimiento anódico. Por tanto este arreglo se utilizó para el estudio del transporte del ión  $\text{H}_2\text{AsO}_4^-$ .

Con este arreglo de celda, utilizado para la remoción de As, se probó que la concentración de arsénico se reduce hasta el valor de 10 ppb que recomienda la OMS. Así mismo se identificaron los mecanismos de transporte presentes en la celda, tales como el intercambio de arseniatos por hidroxilos en la superficie de la resina y la migración de éstos a través de la membrana. Al disminuir la concentración de As, se incrementa la disociación del agua que ofrece una menor eficiencia de corriente y con esta disociación se permite la regeneración de la resina. Dicha regeneración de la resina representa una ventaja, ya que se elimina la necesidad de involucrar químicos, como en el caso del intercambio iónico en donde se requiere una etapa de regeneración con tratamiento de una solución de un ácido o una base, lo que genera grandes volúmenes de aguas residuales.

Cabe mencionar que, con este arreglo, no hubo contacto entre las soluciones de arsénico y los electrodos, lo cual permitió analizar los procesos de transferencia de iones desde las soluciones a las membranas y resina. Además la remoción de As en compartimiento CC se lleva a cabo por el transporte de iones hacia el compartimiento SD a través de la membrana aniónica, por el proceso de electrodiálisis, siendo este proceso menos eficiente.

Este arreglo se podría adaptar para un proceso continuo. Éste se podría llevar a cabo a una mayor escala, por lo que para realizarlo se tiene que tomar en cuenta: el diseño geométrico, el comportamiento hidrodinámico y el transporte de iones. Los experimentos a esta escala deberán ser en estado estacionario; por lo que, para llevar a cabo esto se podría añadir un sistema de purga, adaptando una entrada y una salida. Aunque esta tecnología genera altos costos de inversión a la larga se vería retribuido ya que no involucra químicos; y hay ahorro en sus costos de operación, almacenamiento y mantenimiento, respecto a otras técnicas para remoción de arsénico.

# Anexo A. Diagrama de distribución de especies de Arsénico

Una de las características importantes del arsénico es la movilidad que tienen dentro un rango de pH, como se mencionó en capítulos anteriores, las especies de arsénico se encuentran presentes en diferentes estados de oxidación y reducción, en términos generales bajo condiciones oxidantes el estado As(V) predomina sobre el As(III) y en condiciones reductoras predominará la especie neutra.

Para el desarrollo de esta experimentación, es importante tener en cuenta las siguientes especies  $H_2AsO_4^-$  y  $HAsO_4^{2-}$ , mismas que están presentes en el agua cuando el pH está en el intervalo de 6 a 8. Para determinar la proporción en la que se encuentran estas especies se procede a la construcción de un diagrama de distribución de especies.

La construcción del diagrama se basa en las constantes de disociación para las especies de As en sus dos estados de oxidación V y III, y a partir de estos valores se determinan las fracciones correspondientes a cada especie como se describe a continuación.

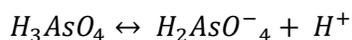
## 1. Determinación de la fracción de especies de arseniato.

Tenemos que la concentración total de arseniato está dada por la siguiente ecuación.

$$C_T = [H_3AsO_4] + [H_2AsO_4^-] + [HAsO_4^{2-}] + [AsO_4^{3-}]$$

Por lo que para conocer la concentración de cada especie contamos con los siguientes equilibrios de disociación.

$$pK_{a_1} = 2.2$$



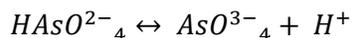
$$K_{a_1} = \frac{[H^+][H_2AsO_4^-]}{[H_3AsO_4]} = 10^{-2.2}$$

$$pK_{a_2} = 7$$



$$K_{a_2} = \frac{[H^+][HAsO_4^{2-}]}{[H_2AsO_4^-]} = 10^{-7}$$

$$pK_{a_3} = 11.5$$



$$K_{a_3} = \frac{[H^+][AsO_4^{3-}]}{[HAsO_4^{2-}]} = 10^{-11.5}$$

Despejando del valor de las la concentración de cada especie

$$[H_3AsO_4] = 10^{2.2} [H^+] [H_2AsO_4^-]$$

$$[H_2AsO_4^-] = 10^7 [H^+] [HAsO_4^{2-}]$$

$$[HAsO_4^{2-}] = 10^{11.5} [H^+] [AsO_4^{3-}]$$

Dejando las especies en función del arseniato.

$$[H_3AsO_4] = 10^{20.7} [AsO_4^{3-}] [H^+]^3$$

$$[H_2AsO_4^-] = 10^{18.5} [AsO_4^{3-}] [H^+]^2$$

$$[HAsO_4^{2-}] = 10^{11.5} [H^+] [AsO_4^{3-}]$$

Sustituyendo estas ecuaciones en la ecuación de concentración total

$$C_T = [10^{20.7} [AsO_4^{3-}] [H^+]^3] + [10^{18.5} [AsO_4^{3-}] [H^+]^2] + [10^{11.5} [H^+] [AsO_4^{3-}]] + [AsO_4^{3-}]$$

Simplificando la expresión.

$$C_T = [AsO_4^{3-}] \left( [10^{20.7} [H^+]^3] + [10^{18.5} [H^+]^2] + [10^{11.5} [H^+]] + 1 \right)$$

Una vez simplificada se obtienen las fracciones de cada especie como se indica a continuación.

$$\alpha_{H_3AsO_4} = \frac{[H_3AsO_4]}{C_T}$$

$$\alpha_{H_3AsO_4} = \frac{10^{20.7} [H^+]^3}{([10^{20.7} [H^+]^3] + [10^{18.5} [H^+]^2] + [10^{11.5} [H^+]] + 1)}$$

$$\alpha_{H_2AsO_4^-} = \frac{[H_2AsO_4^-]}{C_T}$$

$$\alpha_{H_2AsO_4^-} = \frac{10^{18.5} [H^+]^2}{([10^{20.7} [H^+]^3] + [10^{18.5} [H^+]^2] + [10^{11.5} [H^+]] + 1)}$$

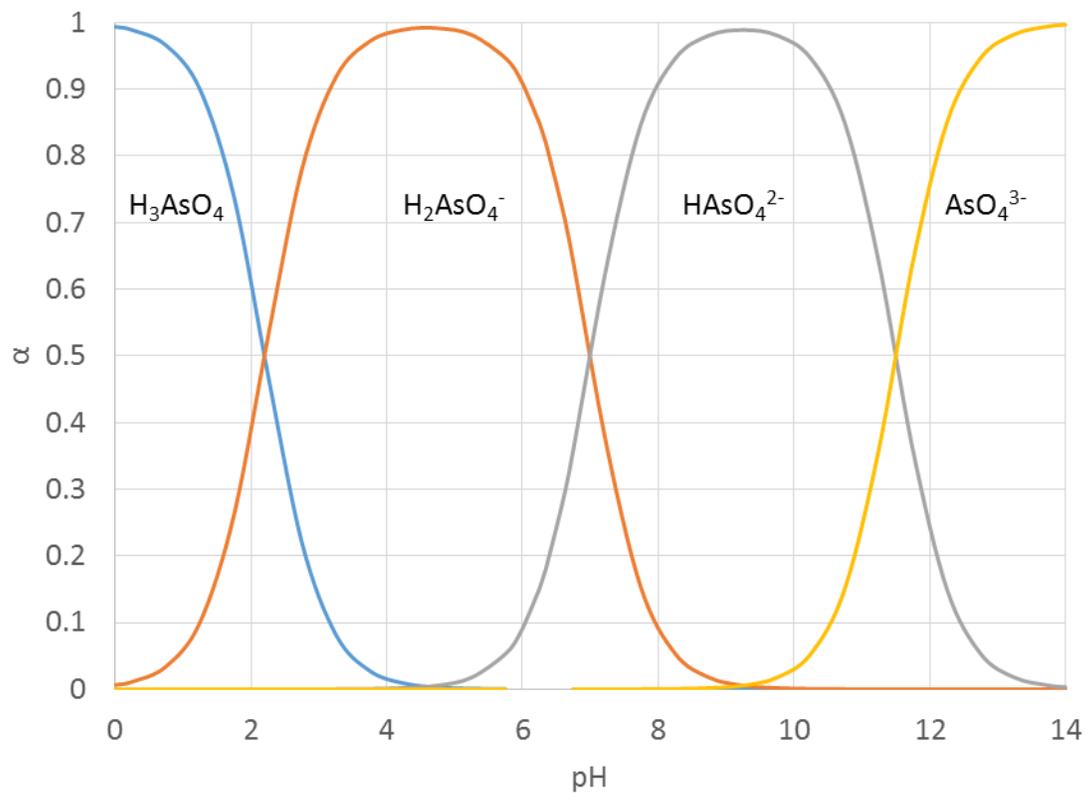
$$\alpha_{HAsO_4^{2-}} = \frac{[HAsO_4^{2-}]}{C_T}$$

$$\alpha_{HAsO_4^{2-}} = \frac{10^{11.5} [H^+]}{([10^{20.7} [H^+]^3] + [10^{18.5} [H^+]^2] + [10^{11.5} [H^+]] + 1)}$$

$$\alpha_{AsO_4^{3-}} = \frac{[AsO_4^{3-}]}{C_T}$$

$$\alpha_{AsO_4^{3-}} = \frac{[AsO_4^{3-}]}{([10^{20.7} [H^+]^3] + [10^{18.5} [H^+]^2] + [10^{11.5} [H^+]] + 1)}$$

Con estas ecuaciones se obtiene el siguiente diagrama de distribución de especies de As en función del pH.



**Figura A. 1** Diagrama de distribución de especies de Arsénico

## Anexo B. Acondicionamiento de la resina y membranas de intercambio iónico.

El acondicionamiento de la resina y membranas fue parte de unos de los procesos más importantes para la realización del proyecto. Se preparó un lecho de resina y para cada arreglo de la celda utilizado.

1. Se preparó 500 mL de solución NaOH 1M y 500 mL de HCl 1M.
2. Se pesaron 2.5 g de resina aniónica Lewatit M500.
3. La cantidad pesada de resina se colocó dentro de un vaso de precipitados de 500mL y se agregaron 25mL de HCl 1M, esta mezcla se mantuvo en agitación durante 20 min.
4. Después del tiempo de agitación, se filtró la resina y se enjuago con agua desionizada.
5. Una vez filtrada y enjuagada se vertió dentro de un vaso de precipitados de 500mL y se agregaron 25mL de la solución de NaOH 1M y se mantuvo en agitación durante 20 min.
6. Se filtró y enjuagó nuevamente.
7. Se secó la resina durante 8h a 60°C.
8. Una vez realizado este proceso, se empacó la resina en la celda IXED, en el compartimiento SD.
9. Se hizo pasar una solución de As 15 ppm, durante 8 horas, con el fin de saturar parcialmente la resina con iones  $\text{H}_2\text{AsO}_4^-$ .
10. Las membranas de intercambio aniónico y catiónico se sumergieron en soluciones 0.1M NaOH y 0.1 M HCl respectivamente, durante 24h y antes de ser instaladas en la celda EDI se enjuagaron con agua des ionizada

# Referencias

Alem N. (Junio 2002). Tratamiento de Aguas: Una mejora en el sistema de electrodesionización de aguas. Recuperado de <http://www.inese.es/html/files/pdf/amb/iq/391/17articulo.pdf>

Alvarado L., Chen A. (2014). Electrodeionization: Principles, Strategies and Applications, *Electrochimica Acta*, Vol.132, pp. 583-596.

Applebaum, S. B (1968). Demineralization by ion exchange in wáter treatment and chemical processing of the other liquids. New York and London: Academic Press.

APHA-AWWA. Tratamiento del agua por procesos de membrana. Principios, procesos y aplicaciones. Capítulo 18, Reactores de membranas de intercambio iónico. McGraw-Hill (1998), pp. 837.

Harland C.E. (1994), *Ion Exchange-Theory and Practice*, 2da. Edición London, Royal society of chemistry.

Sánchez S. Carlos Ignacio (2009), Membranas de intercambio iónico. Recuperado de [http://www.bdigital.unal.edu.co/943/1/1037576743\\_1036604401\\_2009.pdf](http://www.bdigital.unal.edu.co/943/1/1037576743_1036604401_2009.pdf)

Cifuentes Nieves, (2012). Gestión de residuos Desmineralización. Recuperado de [http://api.eoi.es/api\\_v1\\_dev.php/fedora/asset/eoi:45360/componente45358.pdf](http://api.eoi.es/api_v1_dev.php/fedora/asset/eoi:45360/componente45358.pdf).

E.O. Kartinen, C.J. Martin, An overview of arsenic removal processes, *Desalination*. 103 (1995) 79–88. doi:10.1016/0011-9164(95)00089-5.

Futur Enviro (2014). Tratamiento del agua residual sin fallos. Recuperado de <http://futurenviro.es/sites/futurenviro.es/files/digital-versions/2014-01/files/assets/basic-html/p.93>.

F. Sagitova, D. Bejan, N.J. Bunce, R. Miziolek, Removal of Arsenic from Drinking Water, pp. 889–895.

F. Villicaña (2015), Determinación experimental del equilibrio de intercambio iónico del sistema arseniato/cloruro con una resina de intercambio aniónico fuerte, Tesis, Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán, UNAM, México,

García Idola, Sans Joan, (2012), Electro deionización en continuo (CEDI) para aplicaciones industriales: calderas de alta presión. Recuperado de

[www.veoliawatertechnologies.es/vwstibenea/resources/documents/1117802,Energiza\\_mayo\\_2011-2.pdf](http://www.veoliawatertechnologies.es/vwstibenea/resources/documents/1117802,Energiza_mayo_2011-2.pdf).

G. Charlot (1971), *Química analítica. Soluciones acuosas y no acuosas*, España, Toray-Masson, S.A., Barcelona.

Grabowski, Andrej (2010), Electromembrane desalination process for production of low conductivity wáter. Berlín: Logos Verlag, pp. 127 - 147.

- Harris C. Daniel (2007), *Análisis Químico Cuantitativo*, 3ra. Edición California, Ed. Reverté, p. 642.
- H. Méndez, *Aplicación del proceso de electro diálisis reversible para la remoción de cromo Hexavalente*, Universidad Nacional Autónoma de México, UNAM Campus Morelos.
- H. Strathmann (2004), *Ion exchange membrana separation processes*. Membrana science and technology series 9, Elsevier Ltd.
- HornigL., Clifford D. (1997). The behavior of polyprotic anions in ion-exchange resins. *Reactive and functional polymers*, Gran Bretaña: Elsevier, P. 41-54
- I. Ali, T.A. Khan, M. Asim, *Removal of Arsenic from Water by Electrocoagulation and Electrodialysis Techniques*, Sep. Purif. Rev. 40 (2011) 25–42.doi:10.1080/15422119.2011.542738
- J. Kasper, P. Parise, G. Korbas, J. Wood (1991). Continuous deionization for boiler water makeup production: A comparison with current technologies. *Ultrapure Water*, October, p. 29-42.
- K. Jane, *Desalination water from water*, Scrivener Publishing, New, Jersey 2014, p. 137- 210.
- Linda Daylen (2012). ¿qué es la electrodeionización? Recuperado de: <http://www.rwlwater.com/que-es-electrodesionizacion/?lang=es>.
- Lopez Re., Teófilo Cándido (2005), *Transporte en membranas de Intercambio Iónico*, México D.F, Tesis para título de Maestría, UNAM, p. 3-23.
- Martinez J., Lorena G., Rodríguez D. (2009), *Síntesis y caracterización de una membrana de Intercambio Aniónico con aplicación a celdas de Combustible alcalinas*, Colombia, pp. 8-14.
- M.I. Litter, M.A. Armienta, S.S. Farías (2009), *Metodologías analíticas para la determinación de arsénico en aguas y suelos*, Ciencia y Tecnología para el Desarrollo, Buenos Aires, Argentina.
- Ortega A. et al. *Arsenic removal from wáter by hybrid electro-regenereted anion Exchange resin/electrodialysis process*, Seperation and Puification Technology. 184 (2017) 319-326
- SEMARNAT, CONAGUA, *Estadísticas del Agua en México*. Recuperado de <http://www.conagua.gob.mx/CONAGUA07/Noticias/SGP-2-14Web.pdf>
- S. Joan, L. Guerreo, M. Roca (2006), *Tecnología del Agua, Producción de Agua de Alta Pureza: Electrodesionización en Continuo (CEDI)*, España Noviembre-Diciembre, pp.28-31.
- RAMILO, B. Lucía, (2003). *Aplicación del proceso de electrodeionización en el tratamiento del agua de reposición de los ciclos térmicos de centrales nucleares*. Recuperado de <http://www2.frba.utn.edu.ar/sae/biblioteca/tesis/Ing.%20Luc%EDa%20Beatriz%20Ramilo%20-%20An%E1liss%20de%20la%20factibilidad%20de%20aplicaci%F3n%20del%20proceso%20de%20el%20electrodesionizaci%F3n%20en%20el%20tratamiento%20del%20agua%20de%20reposici%F3n%20de%20los%20ciclos%20t%20E9rmicos%20de%20centrales%20nucleares.pdf>
- R. Sepulveda (2009), *El arsénico en la contaminación de aguas subterráneas*, Cienc. UANL, México Pp. 239–244.