

UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS ESPE-L

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA
CARRERA DE INGENIERÍA PETROQUÍMICA

**ELABORACIÓN DE UNA MEMBRANA DE ACETATO DE CELULOSA
MODIFICADA CON ALMIDÓN DE MAÍZ Y POLIVINILPIRROLIDONA
PARA TRATAR AGUAS CONTAMINADAS CON FENOLES.**

AUTOR: VELASTEGUI REYES, PAUL ALFONSO

DIRECTOR: ING. GUIDO DE LA TORRE, MSc.





INTRODUCCIÓN

OBJETIVOS

METODOLOGÍA

ANÁLISIS DE RESULTADOS

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

- Elaboración de un filtro.
- Fenoles
- Aguas contaminadas
- Desechos agro-industriales
- Bagazo de caña, pseudotallo de banano, cascaras de cacao, etc.



Celulosa

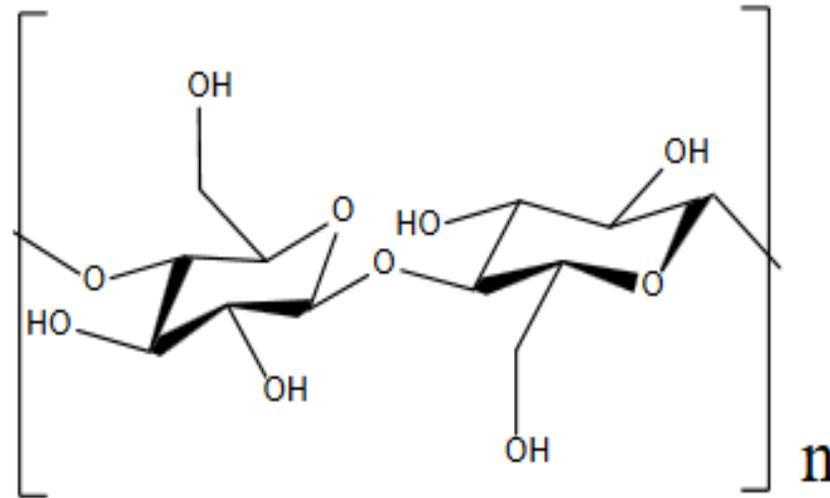
- Es considerado como el polímero mas abundante.
- Es insoluble en agua, resistente a la corrosión y a microorganismos.
- Tratamientos ácidos y básicos para su aislamiento.

Esterificación: acetato de celulosa, propianato de AC y el Triacetato de celulosa.

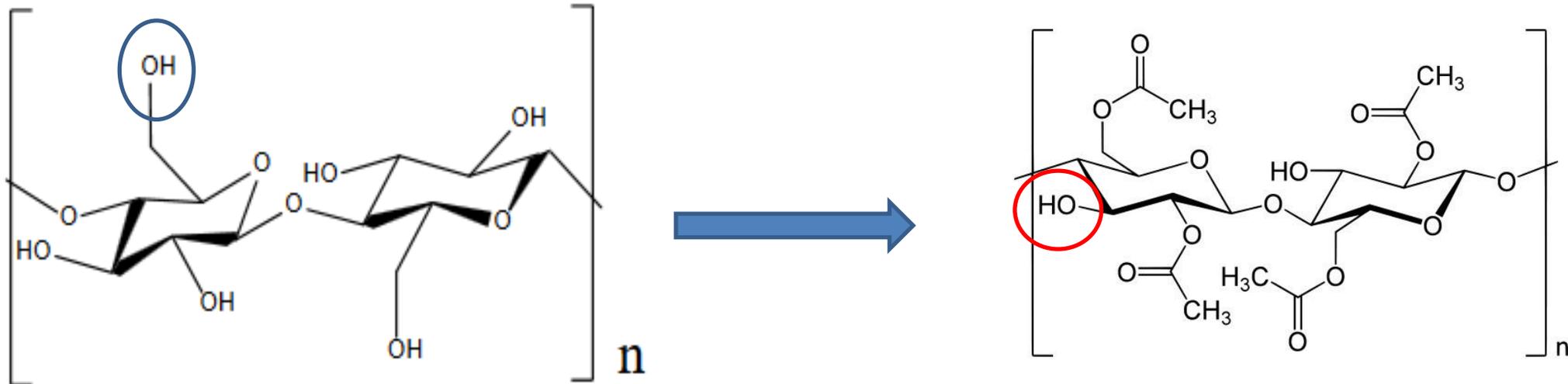


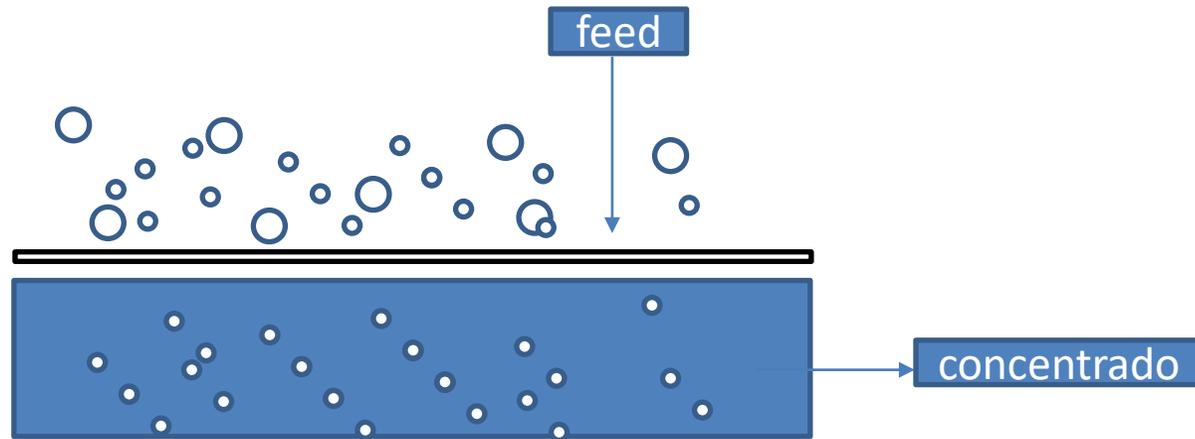


La celulosa es un polímero lineal que está formado por una unidad de repetición molecular, compuesta por un par de anillos de D – anhidroglucosa, unidas por enlaces β -1,4-oxígeno glucosídico.



- El acetato de celulosa (AC) se obtiene al someter a la celulosa o cualquier material con alto contenido lignocelulósico a un tratamiento con una mezcla de ácido y anhídrido acético.





membranas anisotrópicas





INTRODUCCIÓN

OBJETIVOS

METODOLOGÍA

ANÁLISIS DE RESULTADOS

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

Elaboración de una membrana de acetato de celulosa modificada con almidón de maíz y polivinilpirrolidona para la remoción de fenoles en aguas contaminadas.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Extraer celulosa del pseudotallo de banano mediante extracción ácida y básica para la formación de acetato de celulosa.
- Elaborar una membrana porosa de acetato de celulosa, mediante el método de inversión de fase utilizando almidón de maíz y polivinilpirrolidona.
- Caracterizar las membranas porosas, mediante pruebas físicas y mecánicas.
- Caracterizar la muestra permeada de fenoles, mediante espectrofotometría UV-VIS, para comprobar la capacidad filtrante de las membranas porosas.



INTRODUCCIÓN

OBJETIVOS

METODOLOGÍA

ANÁLISIS DE RESULTADOS

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

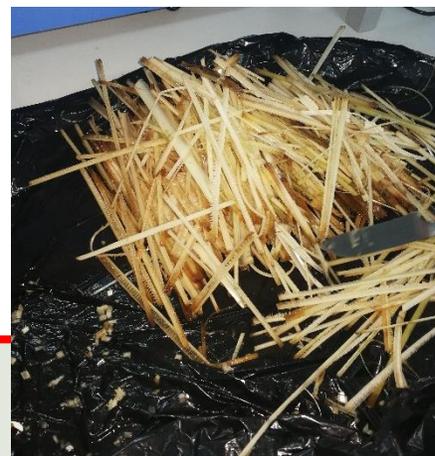
Recolección y acondicionamiento de Materia Prima



Pedazos de 5cm +
Hipoclorito de sodio
+ agua destilada
caliente

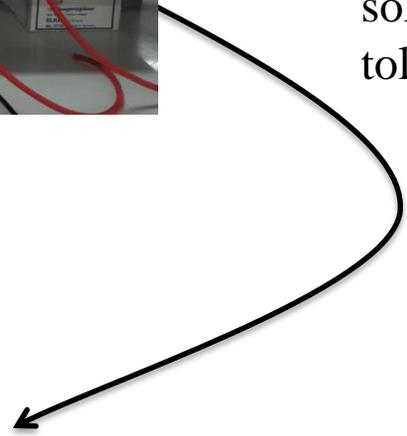


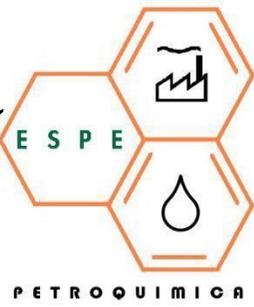
55 ° C





Tratamiento de sólidos con etanol y tolueno 2:1



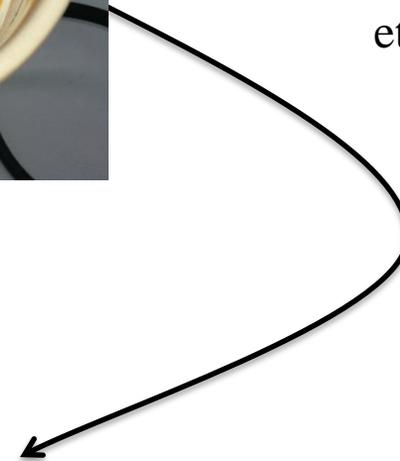


735mL ácido acético/ ácido nítrico con una relación 10:1

Temperatura de 110 °C



Filtración con lavados sucesivos de agua destilada y etanol



200mL de una solución alcalina de hidróxido de sodio al 10% m/m.



Temperatura de 26 °C

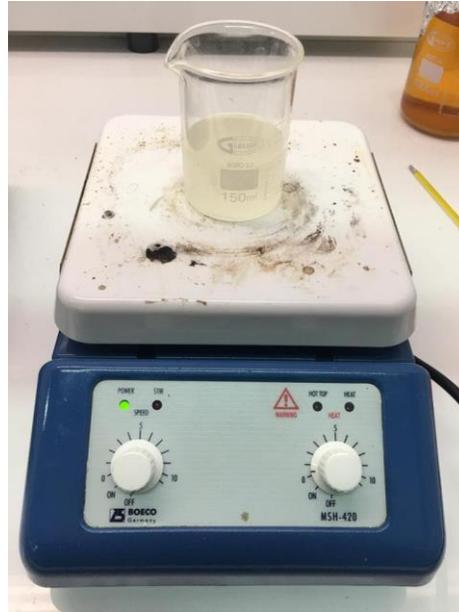


Filtración con lavados sucesivos de agua destilada y etanol hasta pH neutro.

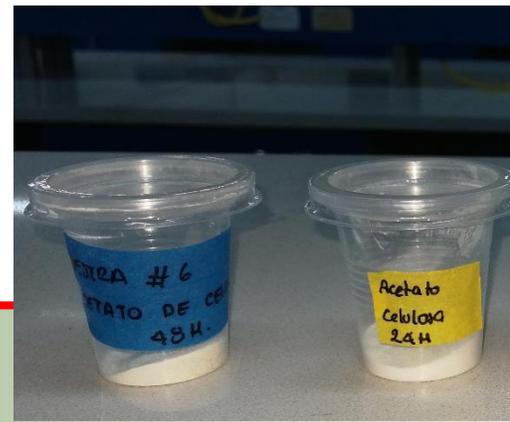
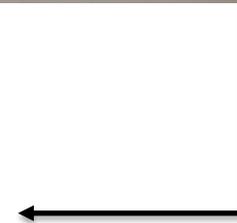


2 gramos de
la celulosa +
ácido acético
glacial +
anhídrido
acético

Temperatura
de 25 °C



Filtración con
lavados sucesivos de
agua destilada y
etanol hasta pH
neutro.



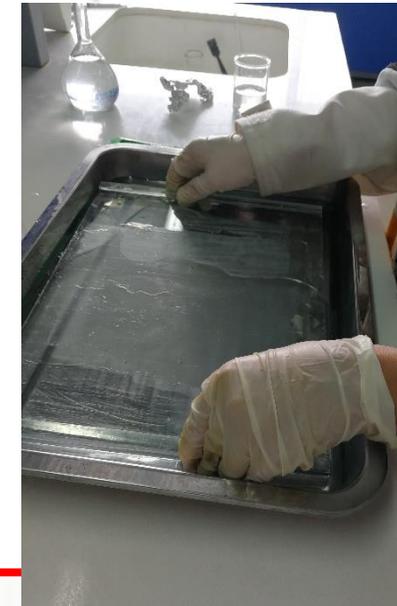


Factores		Niveles		
		(Bajo)	(Medio)	(Alto)
X_1 :	C de solvente [mL]	3	6	13
X_2 :	C_{AC} [gr]	0,5	1	2
X_3 :	$C_{Almidón}$ [gr]	1	2	4,1
X_4 :	C_{PVP} [gr]	0	1,4	2,7

Corrida	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄
1	3,3ml	0,5gr	1gr	0ml
2	3,3ml	1gr	2gr	1,4ml
3	3,3ml	2gr	4gr	2,7ml
4	6,7ml	0,5gr	2gr	2,7ml
5	6,7ml	1gr	4gr	0ml
6	6,7ml	2gr	1gr	1,4ml
7	13,5ml	0,5gr	4gr	1,4ml
8	13,5ml	1gr	1gr	2,7ml
9	13,5ml	2gr	2gr	0ml

AC+Acetona
+almidón de
maíz+PVP

Temperatura
de 50 °C

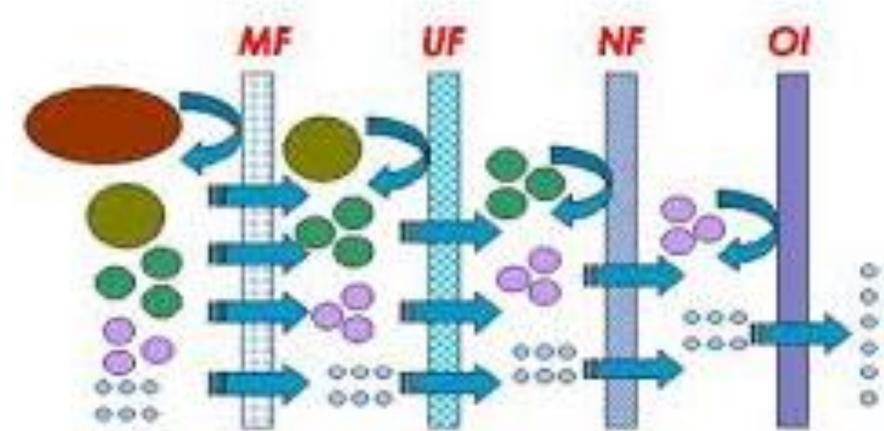


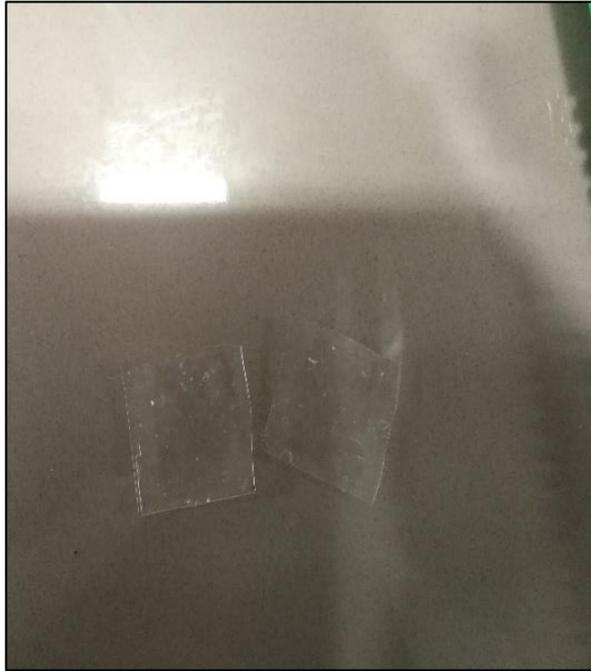


$$R = \frac{(C_f - C_p)}{C_f} = 1 - \frac{C_p}{C_f}$$

Donde:

- C_f = concentración de la solución fenólica en la alimentación [mg/L]
- C_p = concentración de la solución fenólica en el permeado [mg/L]



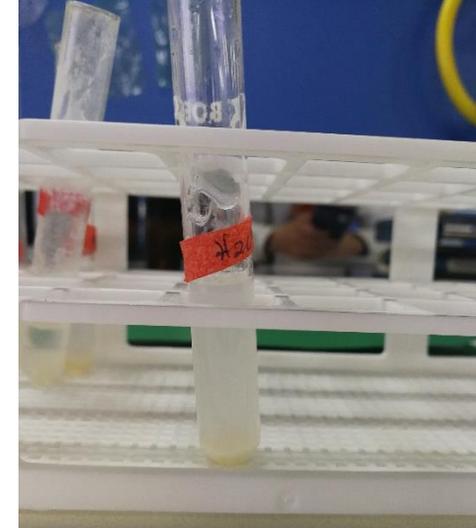
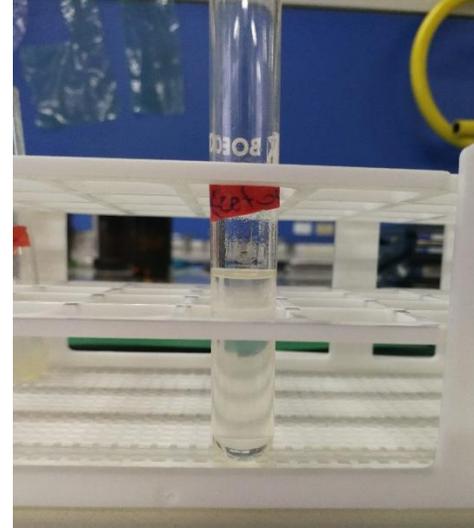
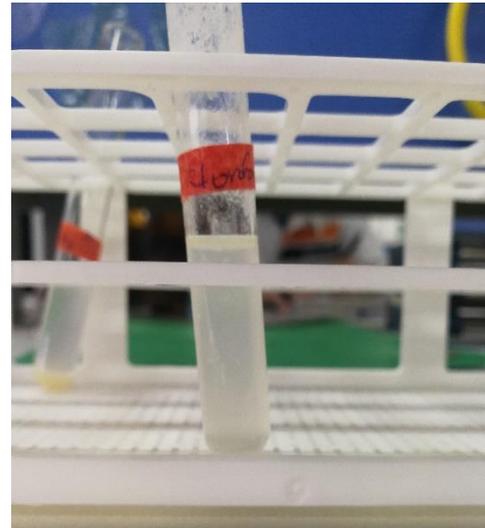
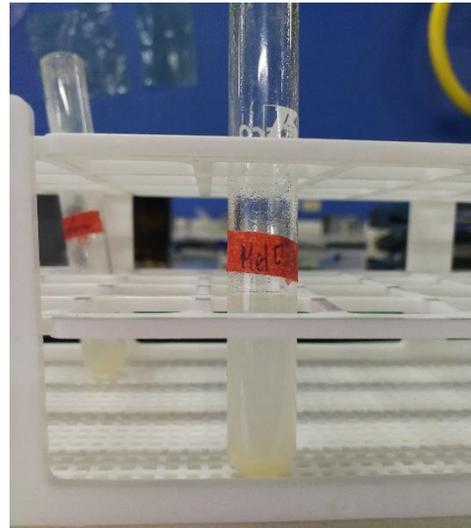


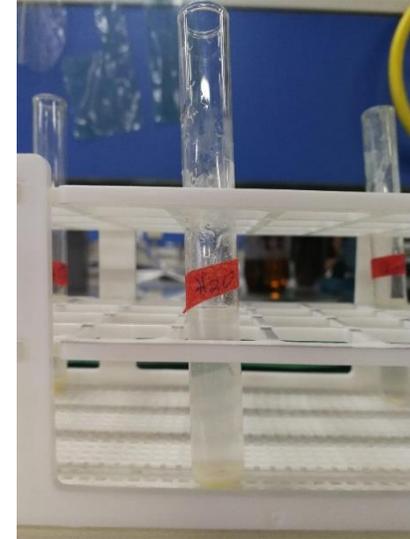
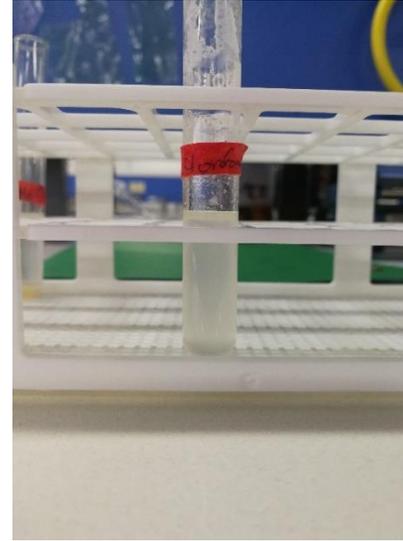
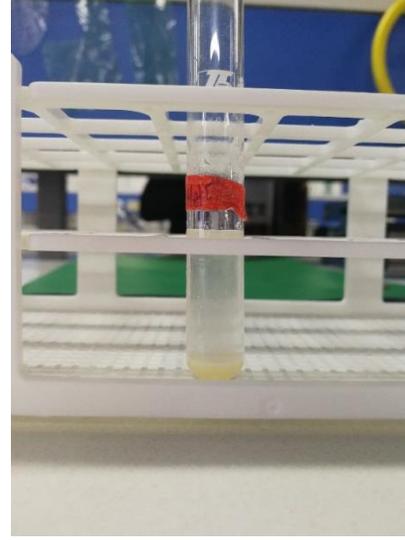
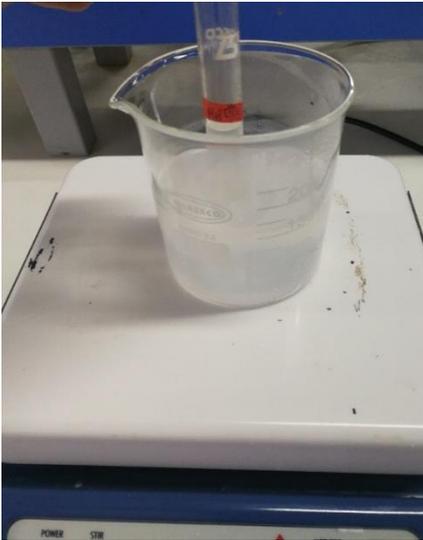
$$\varepsilon = \frac{\text{Peso Humedo} - \text{Peso seco}}{\text{Volumen}_{\text{muestra}} * \text{Densidad}_{\text{H}_2\text{O}}} * 100\%$$

Donde:

- Peso húmedo es el peso de la membrana después de ser sumergida en agua [gr]
- Peso seco es el peso de la membrana después de salir de desecador [gr]
- Volumen muestra, es el volumen calculado de la membrana usada para este ensayo [cm^3 .]
- Densidad de H₂O, es la densidad del agua destilada en [gr/cm^3]

Pruebas de solubilidad en frío a) Metanol b) Cloroformo c) Acetona d) Agua





Pruebas de solubilidad en caliente a) baño maría b) Polímero no disuelto en metanol c) Polímero parcialmente disuelto en Cloroformo d) Polímero no disuelto en Agua



Esta prueba se realiza de acuerdo con la norma ISO 37



ESPE

UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS

INNOVACIÓN PARA LA EXCELENCIA



INTRODUCCIÓN

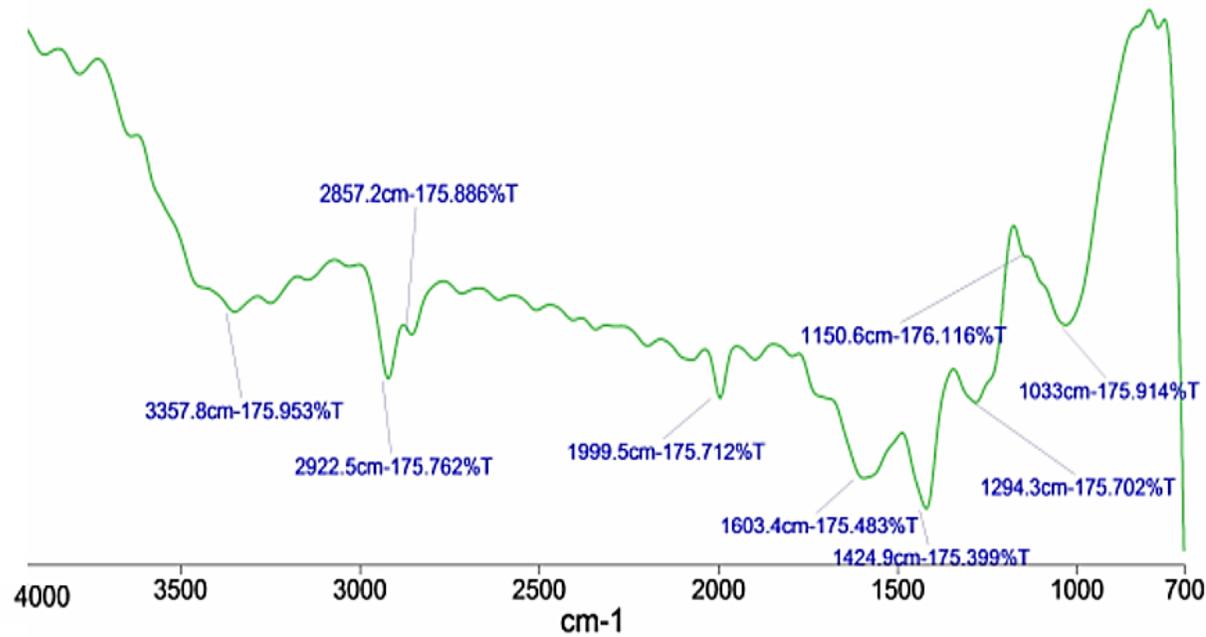
OBJETIVOS

METODOLOGÍA

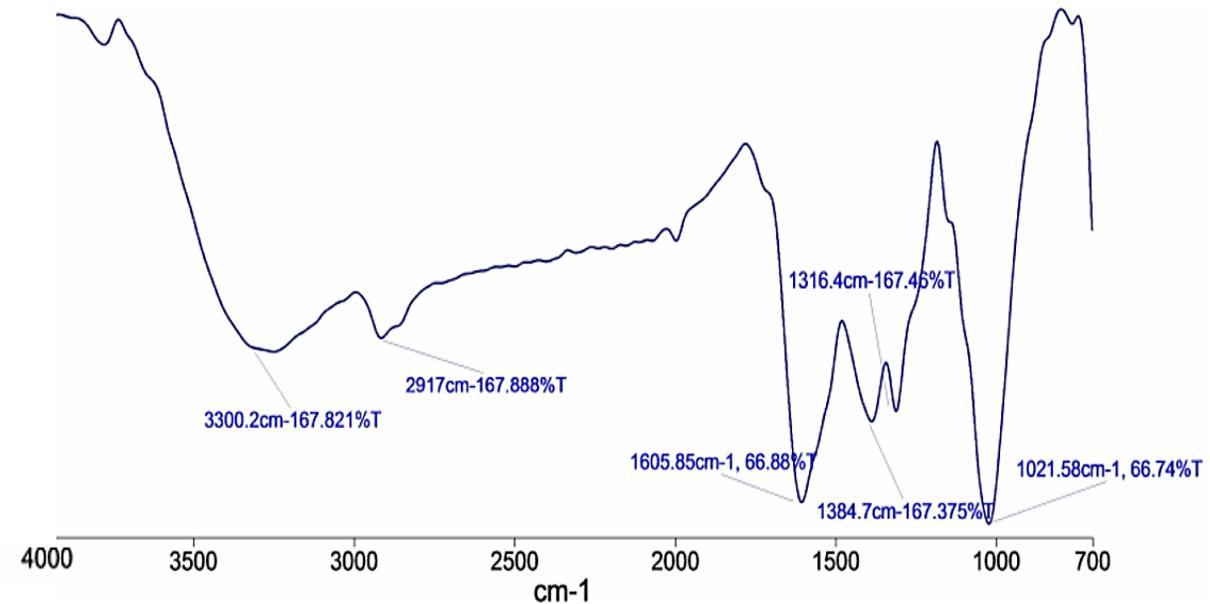
ANÁLISIS DE RESULTADOS

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Para corroborar que los productos obtenidos sean celulosa y acetato de celulosa, es necesario llevar a cabo un análisis de espectrometría infrarroja.

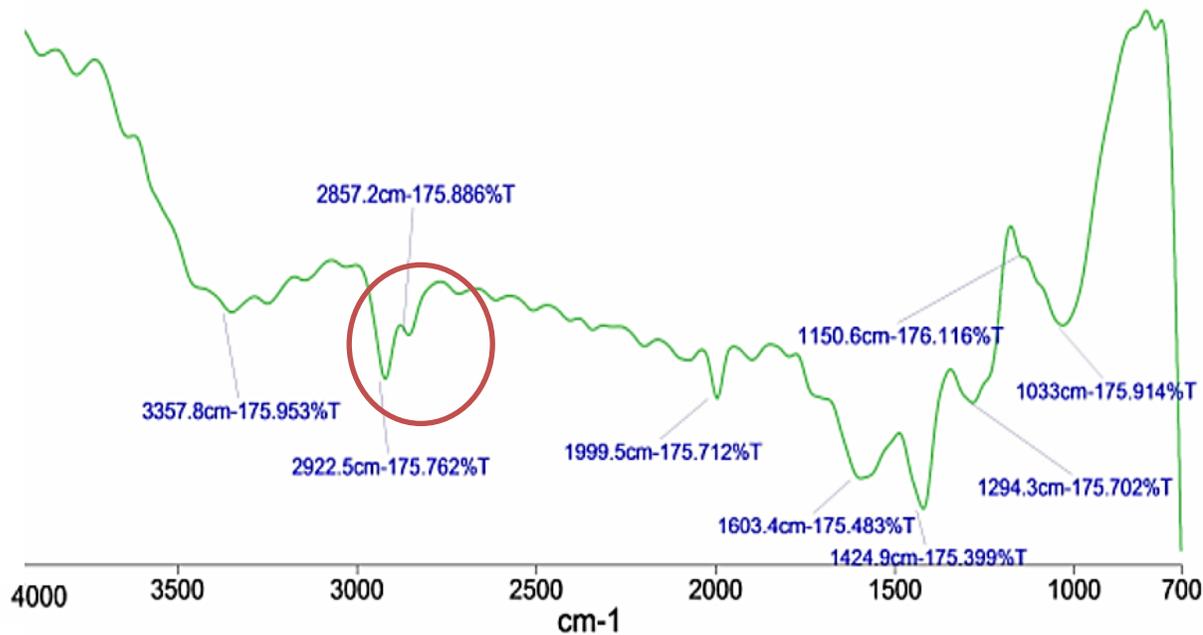


MATERIA PRIMA

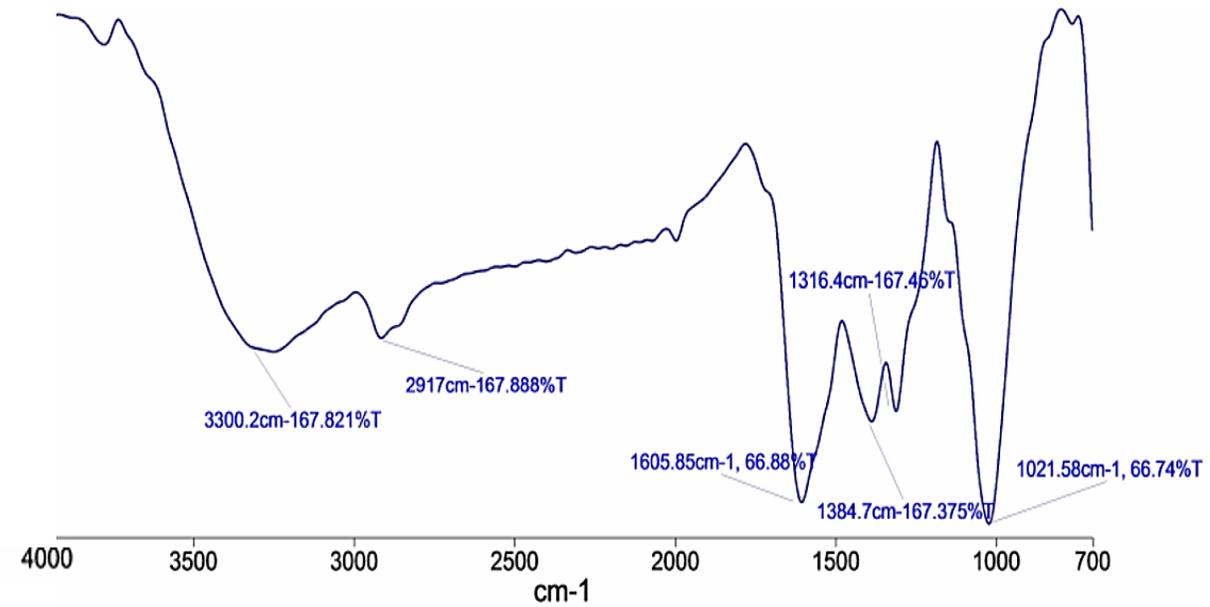


CELULOSA OBTENIDA

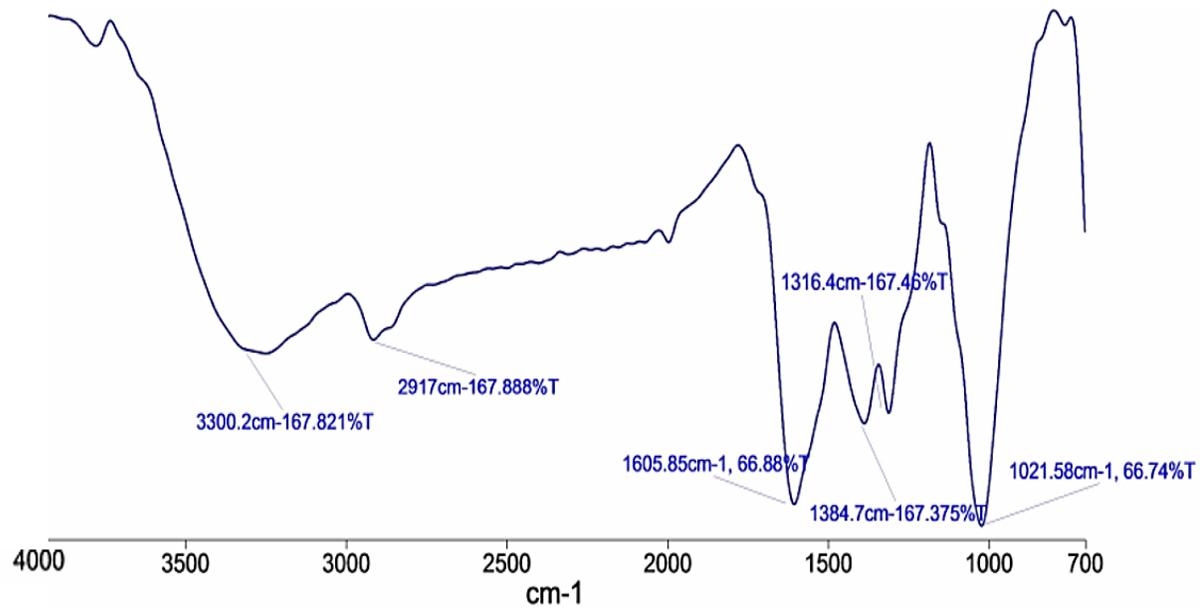
Para corroborar que los productos obtenidos sean celulosa y acetato de celulosa, es necesario llevar a cabo un análisis de espectrometría infrarroja.



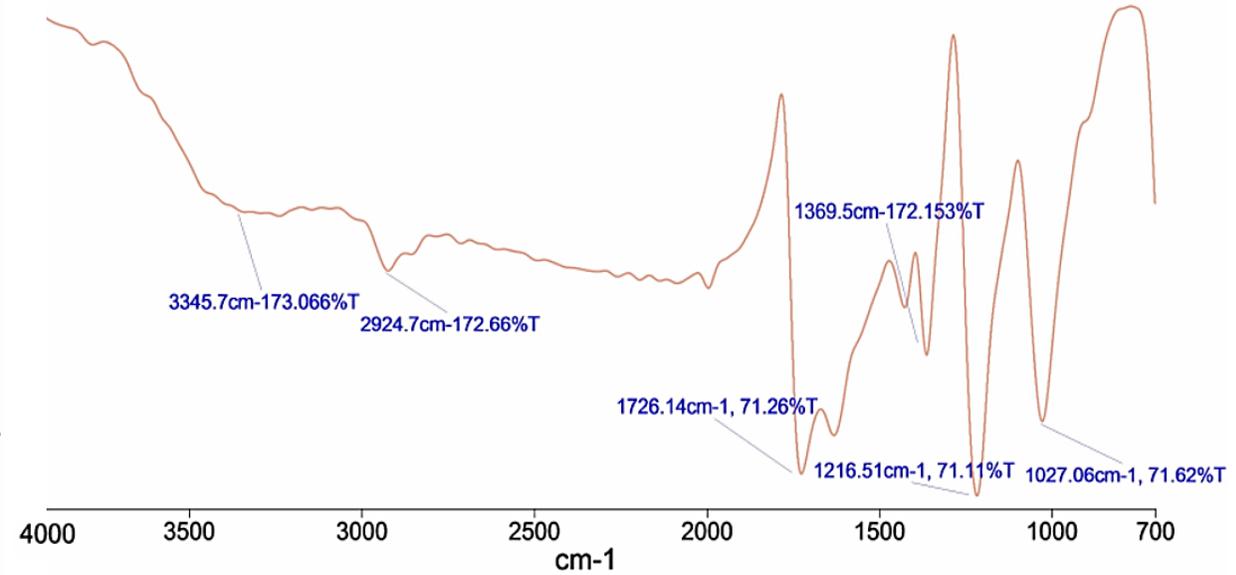
MATERIA PRIMA



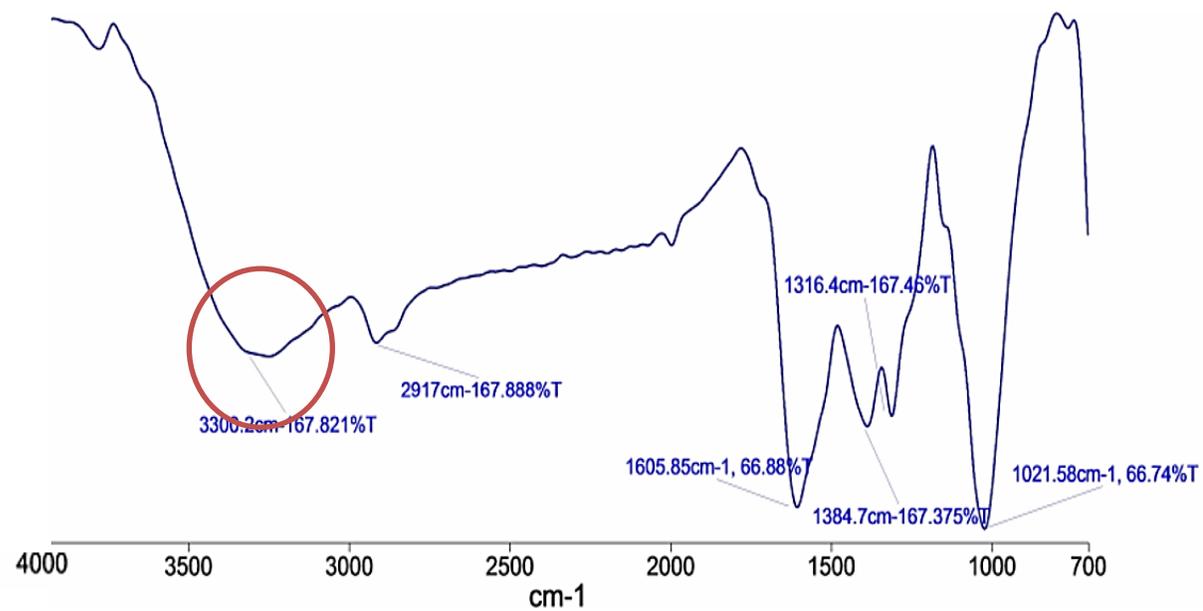
CELULOSA OBTENIDA



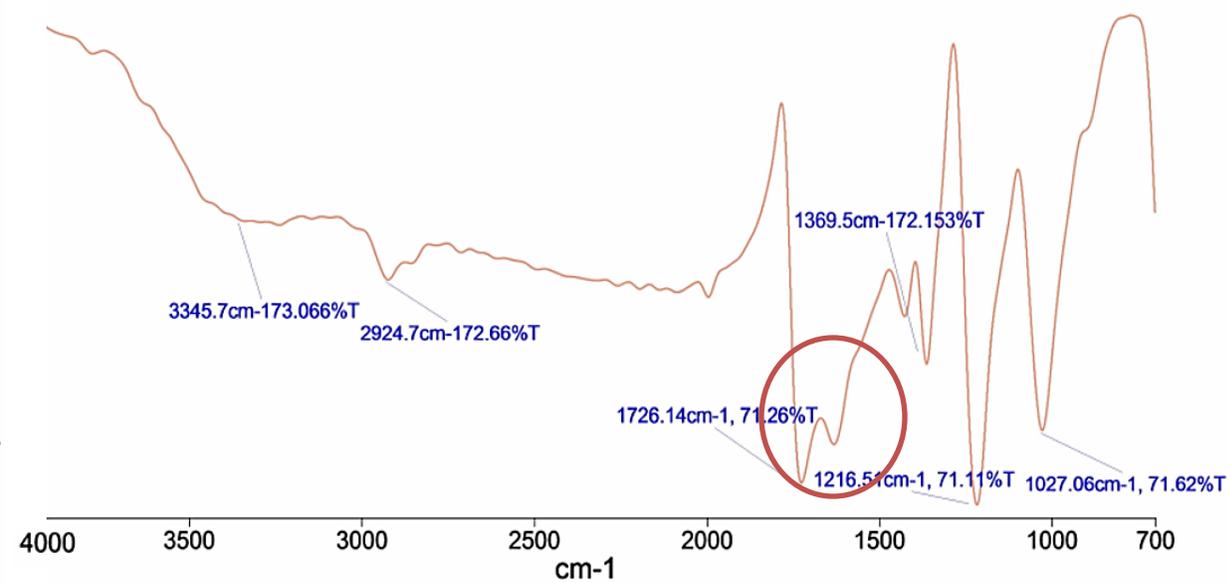
CELULOSA



ACETATO DE CELULOSA



CELULOSA



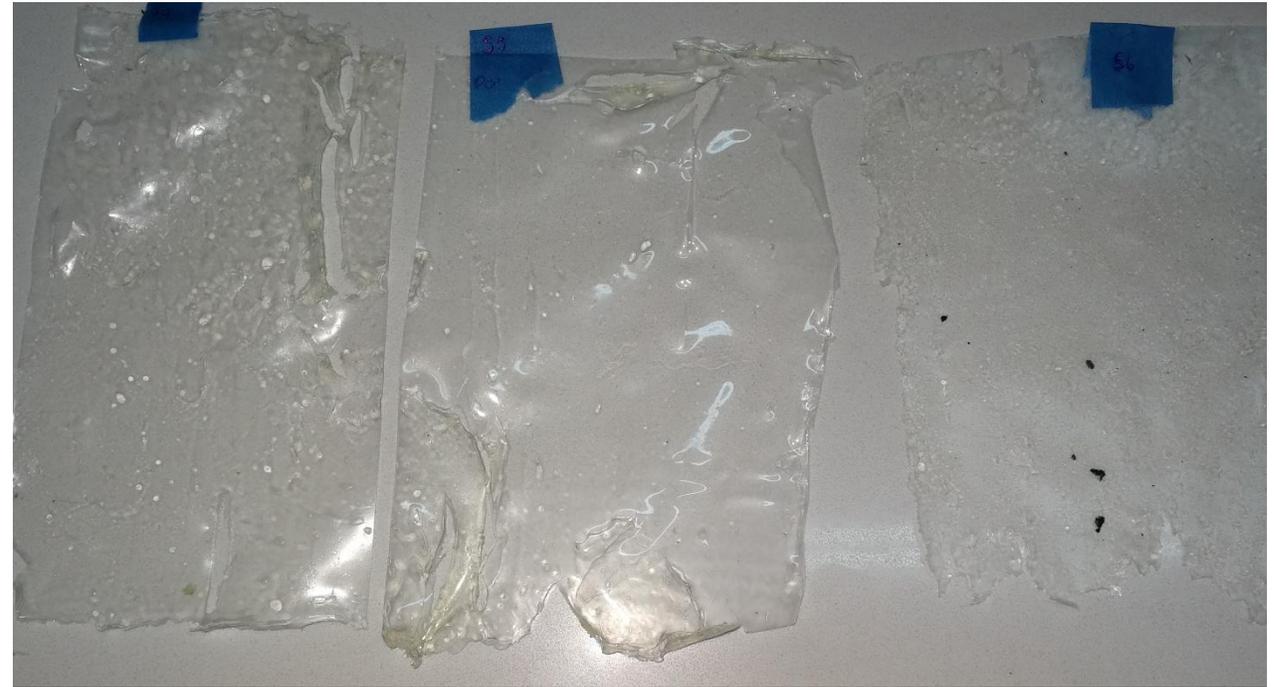
ACETATO DE CELULOSA



S1

S2

S3



S4

S5

S6



S7

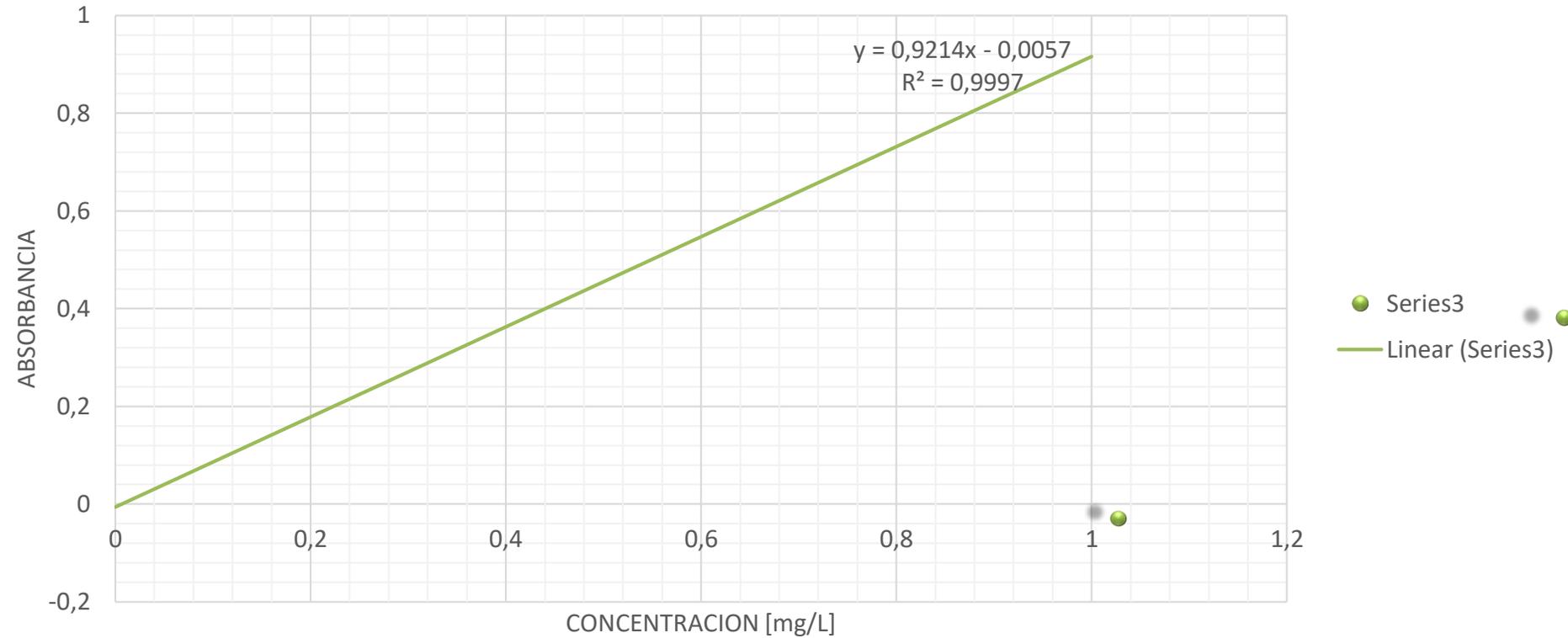
S8

S9

Para la determinación de la concentración de fenoles, es necesario utilizar la técnica de colorimetría establecida por (Flores,2018).

Concentración en mg/L	ABSORBANCIA MEDIDA		
	R1	R2	R3
0	0	0	0
0,05	0,037	0,033	0,041
0,10	0,083	0,081	0,087
0,15	0,128	0,125	0,131
0,3	0,224	0,238	0,258
0,5	0,442	0,425	0,461
0,75	0,668	0,658	0,686
1	0,892	0,879	0,916

Espectrofotometría UV/VIS y determinación de la Concentración de fenoles



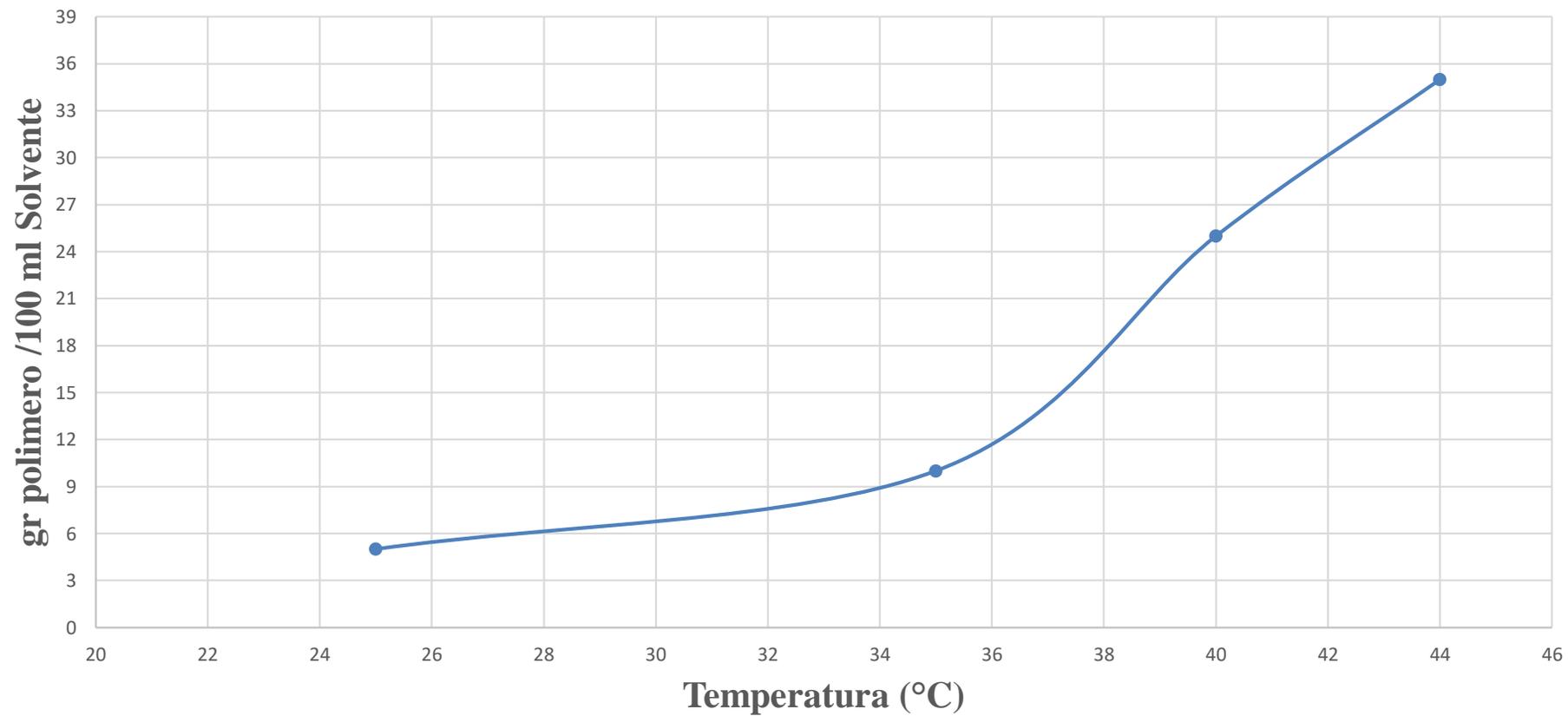
Espectrofotometría UV/VIS y determinación de la Concentración de fenoles

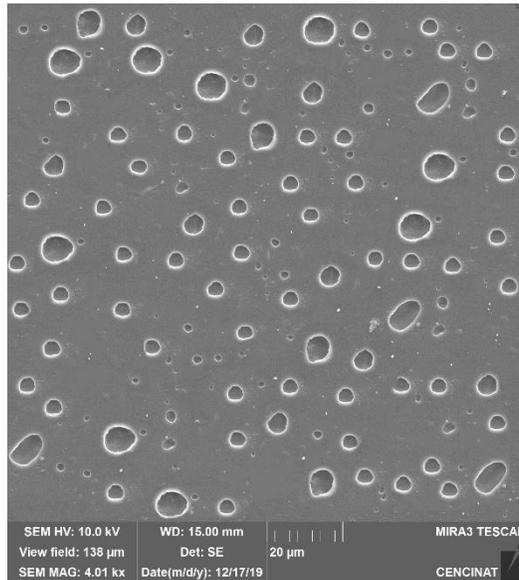
Membrana	CONCENTRACION [mg/L]	ABSORBANCIA
S1	-	-
S2	0,19	0,174
S3	0,41	0,354
S4	0,78	0,713
S5	0,95	0,847
S6	0,89	0,791
S7	0,82	0,721
S8	0,86	0,769
S9	0,90	0,812

Disolvente	metanol	agua	cloroformo	Acetona
Solubilidad en frío	NO	NO	NO	SI
Solubilidad en caliente	NO	NO	PARCIAL	-
Formación de cristales	SI	SI	PARCIAL	SI

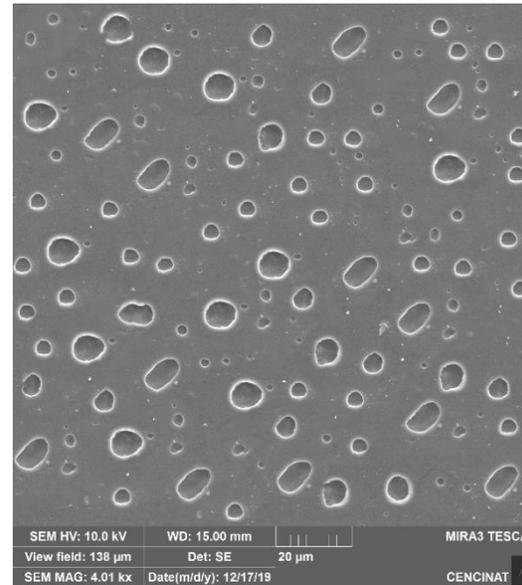


Solubilidad

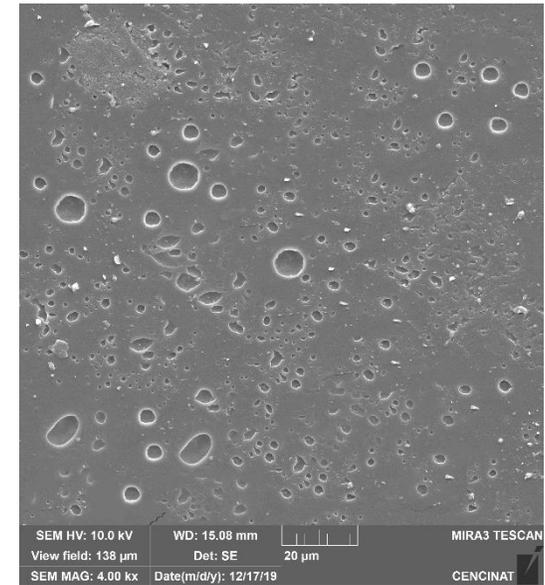




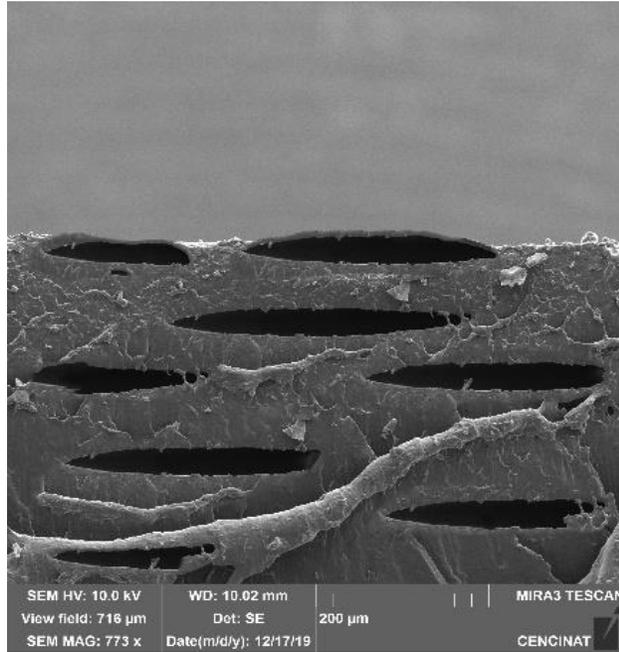
S2



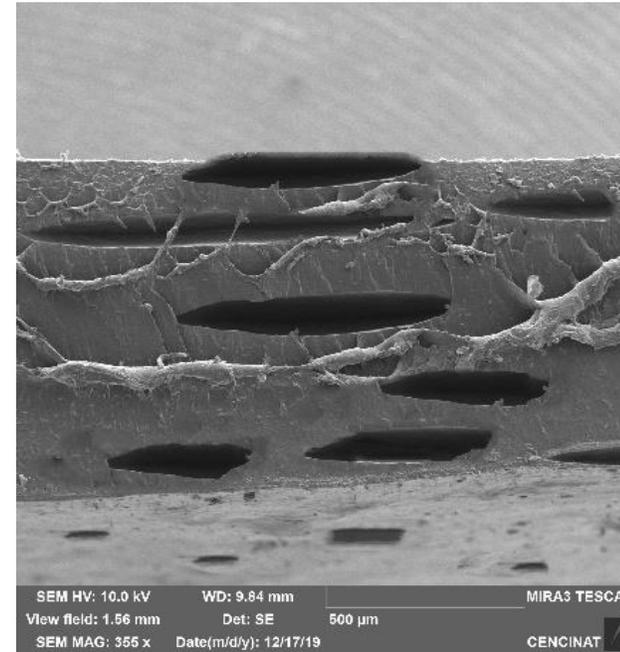
S3



S4



S2

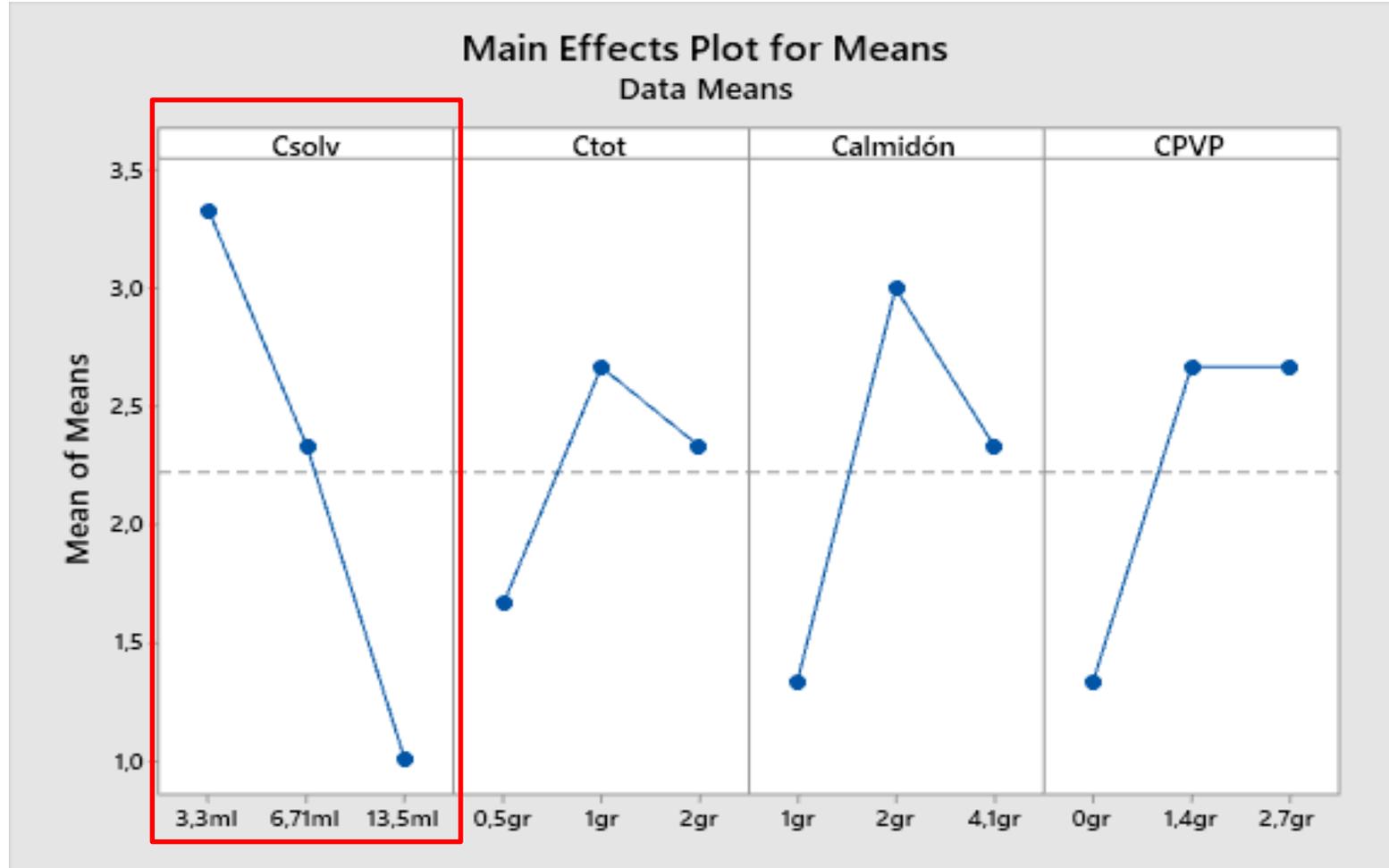


S3

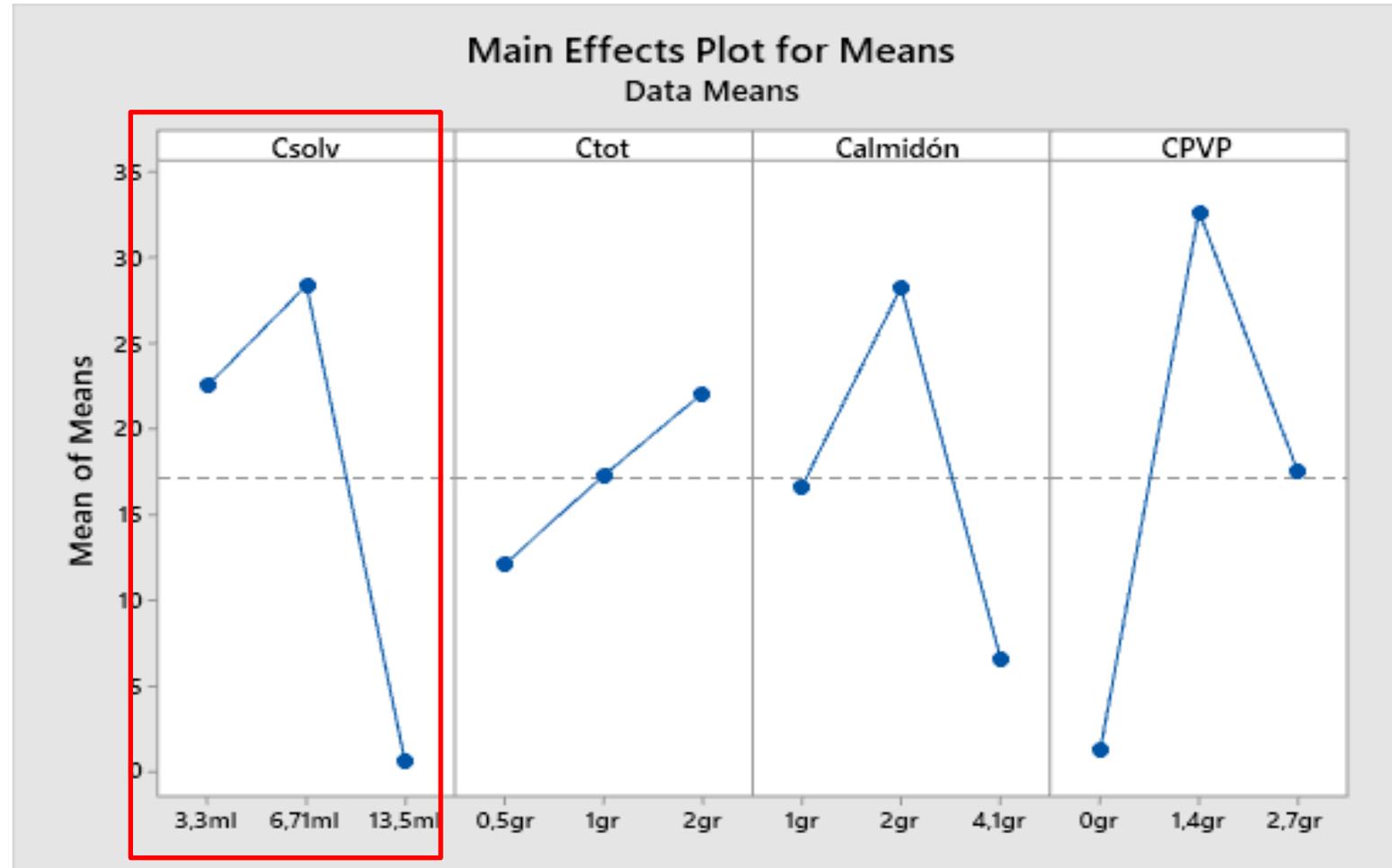
MEMBRANA	POROSIDAD %
S2	49,31
S3	17,30
S4	34,84
S5	2,031
S6	48,28
S7	0,462
S8	0,468
S9	0,625

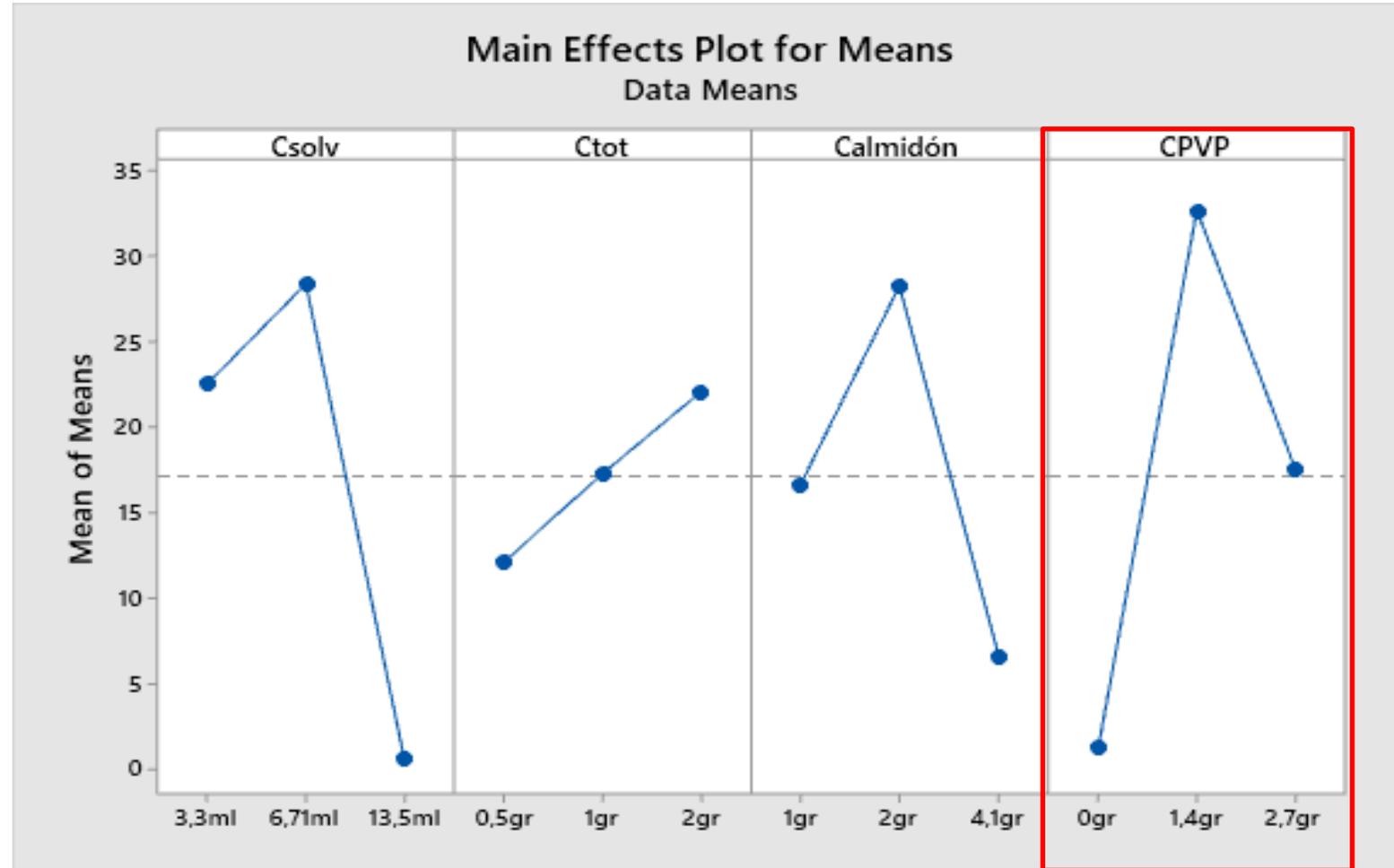
$$\varepsilon = \frac{\text{Peso Humedo} - \text{Peso seco}}{\text{Volumen}_{\text{muestra}} * \text{Densidad}_{\text{H}_2\text{O}}} * 100\%$$

Análisis de medias: Morfología y uniformidad de los poros









Una vez que se ha realizado las pruebas de elongación de la membrana S2, se obtuvieron los siguientes resultados, el cual indica que la fuerza máxima que resiste la membrana es de 1,23 MPa, cuando se aplica una tensión de 35 mm/min.

Ancho estándar de la probeta =		0,65 cm	
Ensayo	M100	Espesor (cm)	Área (cm ²)
1	1,10	0,10	0,08
2	1,12	0,15	
3	1,10	0,20	
4	0,90	0,10	
5	1,10	0,10	
Media	1,06	0,13	
kg/cm ²	12,59		
MPa	1,23		



INTRODUCCIÓN

OBJETIVOS

METODOLOGÍA

ANÁLISIS DE RESULTADOS

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

- Según la metodología propuesta es posible la obtención de membranas porosas de acetato de celulosa modificadas con almidón de maíz y polivinilpirrolidona, capaces de filtrar fenoles presentes en el agua, por lo tanto, sí es posible obtener un producto de alto valor agregado utilizando desechos agroindustriales, como es el pseudotallo de banano.
- El pseudotallo que se ha utilizado en este proyecto como materia prima y fuente principal de celulosa, posee una cantidad muy alta de agua y relativamente poco material lignocelulósico; sin embargo, al momento que se realiza la reacción de acetilación la cantidad de agua excesiva, es la razón principal por la cual la acetilación de la celulosa alcanza un grado de sustitución entre 2,2-2,7, dato que corresponde al Acetato de Celulosa.

- La sustitución completa en la reacción de acetilación provoca que se obtenga Triacetato de Celulosa, es decir, todos los grupos O-H de las unidades repetitivas de la celulosa, son reemplazadas por grupos carbonilo, convirtiéndose en un compuesto mucho más cristalino pero insoluble en la mayoría de solventes orgánicos y en el agua.
- Sin haber determinado el DS del acetato de celulosa, por medio de titulación, es difícil asegurar que el producto obtenido es Diacetato de Celulosa. Pero al momento de realizar el análisis del espectro infrarrojo del acetato de celulosa, se puede observar claramente que los grupos hidroxilos están presentes en la muestra y a pesar que no existe la adición de sustancias diluidas que aporten con grupos O-H a la reacción de acetilación, la banda que se encuentra en el rango de 3500 a 3300 cm^{-1} indica que la acetilación no se ha completado al 100 por ciento.

- Se puede observar que la acetona es el único solvente que pudo alcanzar la solución completa del soluto a temperatura ambiente, esto es muy importante ya que de haberse sintetizado Triacetato de Celulosa, dicho producto sería completamente insoluble en toda sustancia que no sea Triclorometano y en el caso de que se hubiera obtenido Monoacetato de Celulosa la solución se hubiera llevado a cabo únicamente con agua.
- Al momento de llevar a cabo la filtración de las soluciones fenólicas, se observó que inclusive las membranas que no poseen poros visibles en las imágenes SEM, retienen una cierta cantidad de fenoles. Los poros que no se formaron correctamente en la etapa de inversión de fase, se producen de forma irregular y violenta al momento que se aplica una presión negativa para llevar a cabo el ensayo de filtrado (Filtración al Vacío).

- Según el análisis de medias, el factor que más afecta sobre elaboración de membranas porosas, es la cantidad de solvente con el cual se producen. Esto se debe a que el volumen de solvente afecta directamente a la viscosidad de la solución. Al tener una solución muy viscosa, es difícil extender la mezcla sobre la placa de vidrio y se generan poros amorfos e incluso rasgaduras en la estructura de la membrana. Por otro lado, si la solución es demasiado líquida, no existe soporte ni tensión entre las capas que conforman el polímero, causando que se taponen los poros antes de que se pueda completar el proceso de inversión de fase; además son demasiado débiles y delgadas.

- Con respecto a la elaboración de membranas porosas utilizando el diseño experimental de Taguchi, se pudo determinar que la membrana S2, es aquella que presenta mayor uniformidad en la morfología y tamaño de los poros para que se pueda llevar a cabo la filtración de fenoles, a su vez presenta una buena flexibilidad y resistencia a la elongación. Por lo tanto, la membrana más eficiente, se genera al utilizar 1 gr de Acetato de Celulosa disueltos con 3,3 ml de acetona y añadiendo 2 gr de almidón de maíz junto con 1,4 gr de plastificante PVP K90.

- Se recomienda realizar la determinación del grado de sustitución del acetato de celulosa, mediante titulación con ácido sulfúrico y carbonato de calcio, para tener más datos comparativos que puedan ser usados en futuras investigaciones.
- La membrana S3, aunque presenta una selectividad moderada hacia las moléculas de fenol, la falta de uniformidad en los poros provoca que una cantidad considerable de fenol se encuentre en el permeado, sin embargo, se recomienda modificar el pH y el espesor de las membranas para poder determinar si se pueden generar poros más uniformes utilizando condiciones similares.

- Se plantea realizar un estudio en el cual las membranas porosas se pongan en contacto con diferentes solutos, para determinar la afinidad que poseen las membranas al realizar ensayos de filtrado.
- Implementar un módulo de filtración de placa horizontal, con fines didácticos en las instalaciones de los laboratorios de Petroquímica, los cuales pueden ser utilizados en diversas prácticas de Operaciones Unitarias, Química Analítica, etc

GRACIAS POR SU ATENCIÓN