

**ESTUDIO DEL CONTENIDO DE POLIETILENO Y DE ÁCIDO ADÍPICO EN  
MEZCLAS UTILIZADAS PARA LA ELABORACIÓN DE MEMBRANAS  
PLANAS, USANDO ACEITE DE PALMA COMO SOLVENTE**

**JUAN FELIPE BENÍTEZ RODRÍGUEZ**

**NICOLÁS DEL PINO PRADA**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BUCARAMANGA**

**2015**

**ESTUDIO DEL CONTENIDO DE POLIETILENO Y DE ÁCIDO ADÍPICO EN  
MEZCLAS UTILIZADAS PARA LA ELABORACIÓN DE MEMBRANAS  
PLANAS, USANDO ACEITE DE PALMA COMO SOLVENTE**

**JUAN FELIPE BENÍTEZ RODRÍGUEZ**

**NICOLÁS DEL PINO PRADA**

**Trabajo de grado presentado como requisito para optar el Título de:  
Ingeniero Químico**

**Director:**

**CARLOS JESÚS MUVDI NOVA**

**Ingeniero Químico, Ph.D., M.Sc.**

**Co-Director:**

**CHRISTIAN DAVID GARCÍA JIMÉNEZ**

**Ingeniero Químico**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOQUÍMICAS**

**ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA**

**BUCARAMANGA**

**2015**

## **AGRADECIMIENTOS**

A Dios por brindarnos la sabiduría y la perseverancia para afrontar las situaciones que se presentaron durante el proyecto.

Al Profesor Carlos Jesús Muvdi Nova por su acompañamiento, apoyo y dedicación en el desarrollo de nuestro proyecto. Permitiéndonos alcanzar nuestro máximo potencial.

Al CICTA por facilitarnos el uso de diferentes recursos y por su acompañamientos durante la realización del proyecto.

A PROMITEC SANTANDER S.A.S y COLCIENCIAS por su apoyo económico al financiar este proyecto.

A la Universidad Industrial de Santander por el conocimiento adquirido durante nuestros años de estudio.

A los Señores Eduardo Carreño y Wilson Carreño por brindarnos su asesoría para realizar nuestras pruebas.

A nuestras familias que creyeron en nosotros durante esta etapa y nos brindaron su apoyo para afrontar diferentes situaciones.

## TABLA DE CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN.	14
2. DESCRIPCIÓN METODOLÓGICA.	18
2.1 ETAPA I: DETERMINACIÓN DE DIAGRAMAS DE FASE DE LAS MEZCLA LDPE-AP Y LDPE-AP-AA.	18
2.2 ETAPA II. ESTUDIO DE LA INFLUENCIA DE LAS VARIABLES DE OPERACIÓN SOBRE LAS CARACTERÍSTICAS DE LAS MEMBRANAS ELABORADAS.	18
2.3 ETAPA III: APLICACIÓN DE MEMBRANAS ELABORADAS EN DESTILACIÓN AL VACÍO.	20
2.4 MÉTODOS DE ANÁLISIS Y DE CUANTIFICACIÓN.	20
3. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS.	24
3.1 DIAGRAMA DE FASES DE LA MEZCLA LDPE-AP Y LDPE-AP-AA.	24
3.2 EFECTO DEL AA, EL CONTENIDO DE LDPE EN LA MEZCLA Y LA TEMPERATURA DEL BAÑO DE COAGULACIÓN EN LAS CARACTERÍSTICAS DE LA MEMBRANA.	27
3.3 APLICACIÓN DE LAS MEMBRANAS EN LA TÉCNICA DE DESTILACIÓN CON MEMBRANAS.	36
3.4 COSTOS DE ELABORACIÓN DE MEMBRANAS DE LDPE.	37

4. CONCLUSIONES.	39
5. RECOMENDACIONES.	40
BIBLIOGRAFÍA	41
ANEXOS	46

## LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Características de membranas planas elaboradas por Tobo (2014) y membranas comerciales de PP.	17
Tabla 2. Factores y niveles utilizados en el diseño experimental utilizado en la Etapa II del presente trabajo.	20
Tabla 3. Intervalo de temperatura para la zona metaestable (T <sub>n</sub> : puntos de nube; T <sub>c</sub> : puntos de cristalización).	25
Tabla 4. Resultados de la prueba de presión de intrusión.	35
Tabla 5. Flux de permeado obtenido para las soluciones tratadas en MD.	36
Tabla 6. Costos de elaboración de membranas planas.	37

## LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Diagrama de fase para una mezcla polímero- solvente.	15
Figura 2. Diagrama metodológico del proyecto de grado.	19
Figura 3. Montaje para elaboración de membranas planas.	21
Figura 4. Montaje prueba presión de intrusión.	23
Figura 5. Diagramas de Fases. (a) Mezcla LDPE-AP sin AA (Tobo, 2014) (b) Mezcla LDPE-AP con 0,2% p/p de AA. (c) Mezcla LDPE-AP con 0,4% p/p de AA.	24
Figura 6. Curvas binodales (a) y curvas de cristalización (b). Para las mezclas LDPE-AP-AA (0,4% p/p de AA) elaboradas en este trabajo, HDPE-AS (Jeon & Kim, 2007), iPP-AS (Tang <i>et al.</i> , 2010) y HDPE-Trietilpropano (TEPTEH) (Park & Kim, 2013).	26
Figura 7. Imágenes MEB sección transversal membranas elaboradas en este proyecto (10000x), membranas comerciales Whatman de PP (10000x), membranas de iPP-AS contenido de polímero de 27% p/p y temperatura de coagulación de 30 °C (Tang <i>et al.</i> , 2010) (5000x), HDPE-AS contenido de polímero de 40% p/p y temperatura de coagulación de 20°C (Jeon & Kim, 2007) (4000x) y HDPE-TEPTEH contenido de polímero de 30% p/p y temperatura de coagulación de 10 °C (Park & Kim, 2013) (3000x).	28
Figura 8. Imágenes MEB sección transversal membranas elaboradas en este proyecto. 500x.	29
Figura 9. Espesor de membrana vs contenido de LDPE en las mezclas con y sin AA elaboradas a temperatura de coagulación de 25 y 65 °C.	30
Figura 10. Diámetro de poro membrana vs contenido de LDPE en las mezclas con y sin AA elaboradas a temperatura de coagulación de 25 y 65 °C. Desviaciones estándar.	31
Figura 11. Porosidad de la membrana vs contenido de LDPE en las	33

mezclas con y sin AA elaboradas a temperatura de coagulación de 25 y 65 °C.

Figura 12. Flux de vapor de agua permeado a través de la membrana vs. Contenido de LDPE en las mezclas con y sin AA elaboradas a temperatura de coagulación de 25 y 65 °C. 34

Figura 13. Diagrama del piloto de destilación con membranas al vacío. 46

Figura 14. Montaje prueba de permeabilidad de vapor de agua. 47

## LISTA DE ANEXOS

	Pág.
ANEXO A. Piloto de destilación con membranas al vacío.	46
ANEXO B. Montaje prueba de permeabilidad de vapor de agua.	47

**TÍTULO:** ESTUDIO DEL CONTENIDO DE POLIETILENO Y DE ÁCIDO ADÍPICO EN MEZCLAS UTILIZADAS PARA LA ELABORACIÓN DE MEMBRANAS PLANAS, USANDO ACEITE DE PALMA COMO SOLVENTE.\*

**AUTORES:** Juan Felipe Benítez Rodríguez, Nicolás Del Pino Prada\*\*

**PALABRAS CLAVE:** Membranas, Ácido adípico, LDPE y Método TIPS

Los procesos membranarios se han convertido en una de las tecnologías más prometedoras a aplicarse en procesos de separación y concentración de sustancias. El problema para Colombia es que no existen empresas nacionales que elaboren membranas, incrementando costos de aplicación en el país y creando dependencia tecnológica. Es por esto, que este proyecto continúa una línea de investigación orientada a la elaboración de membranas en Colombia utilizando materia prima nacional.

En este trabajo se estudia la elaboración de membranas planas de polietileno de baja densidad (LDPE) usando el método TIPS, aceite de palma (AP) como solvente novedoso y el Ácido Adípico (AA) como agente nucleante. Se construyeron los diagramas de fases para las mezclas LDPE-AP-AA y se estudió el efecto del contenido de LDPE (20, 30 y 40% p/p), de AA (0 y 0,4% p/p) y de la temperatura de coagulación (25 y 65°C), sobre las características de las membranas.

Las membranas presentaron diámetros de poro entre 0,7-4,1µm y espesores entre 171-293 µm, menores a los reportados por Tobo (2014). Se encontró que el aumentar la concentración de LDPE genera una disminución del diámetro de poro (33,7-68,8%), de la porosidad (hasta 25%) y un aumento en el espesor de la membrana (hasta 130%). Así mismo, el AA generó una disminución en el diámetro de poro (19,1-49,7%), un aumento en el porcentaje de porosidad (1-7,7%) y una mayor homogeneidad en la estructura porosa. Finalmente, al aumentar la temperatura de coagulación (25 a 65°C) el diámetro de poro aumenta (14,2-97,9%), y su porosidad disminuye (1,4-8,3%). Por otro lado, se evaluó el desempeño de las membranas elaboradas en la técnica de destilación. Se encontró que las membranas con 20% p/p LDPE presentaron flux de hasta 0,2 mol.m<sup>-2</sup>.s<sup>-1</sup>; superiores a los obtenidos con las membranas de 30% p/p LDPE (no mayores a 0,0301±4,2E-02).

---

\* Trabajo de grado

\*\* Facultad de Ingenierías Físico-Químicas. Escuela de Ingeniería Química. Centro de Investigación en Ciencia y Tecnología de Alimentos. Director: Carlos Jesús Muvdi Nova. Ingeniero Químico, M.Sc., Ph.D.

**TITLE:** STUDY OF THE CONTENT OF POLYETHYLENE AND ACID ADIPIC IN MIXTURES USED IN THE ELABORATION OF FLAT MEMBRANES, USING PALM OIL AS SOLVENTE. \*

**AUTHORS:** Juan Felipe Benítez Rodríguez, Nicolas Del Pino Prada \*\*

**KEY WORDS:** Membranes, adipic acid, LDPE and Method TIPS

The processes with membrane have become one of the most promising technologies to be applied in processes of separation and concentration of substances. The problem for Colombia is that there aren't national companies develop membranes, increasing implementation costs in the country and creating technological dependence. That is why this project continues a line of research aimed at developing membranes in Colombia using national raw materials.

In this paper we study the development of flat membranes low-density polyethylene (LDPE) using the method TIPS, palm oil (AP) as a solvent and Adipic acid (AA) as a nucleating agent. The phases diagrams were constructed for the mixtures LDPE-AP-AA and will study the effect of the content of LDPE (20, 30 and 40% p/p), AA (0 and 0.4% p/p) and temperature of coagulation (25 and 65°C), on the characteristics of the membranes.

The membranes presented pore diameters between 0.7-4.1µm and thicknesses between 171-293µm, minors to those reported by Tobo (2014). It was found that increasing the concentration of LDPE causes a reduction in pore diameter (33,7-68,8%), of the porosity (up to 25%) and an increase in the thickness of the membrane (up to 130%). At the same time, the AA generated a decrease in the pore diameter (19,1-49,7%), an increase in the percentage of porosity (1-7.7%) and greater uniformity in the porous structure. Finally, by increasing the temperature of coagulation (25 to 65°C) the pore diameter increases (14,2 -97,9%), and its porosity decreases (1.4-8.3%). On the other hand, we evaluated the performance of the membranes developed in the technique of distillation. It was found that the membranes with 20% p/p LDPE presented flux up to 0.2 mol.m<sup>-2</sup>.s<sup>-1</sup>; superior to those obtained with the membranes of 30% p/p LDPE (not greater than 0.0301 ± 4.2E-02).

---

\*Undergraduate Project

\*\* Physical and Chemical Engineering's Faculty. School of Chemical Engineering. Food Science and Technology Research Center. Advisor: Carlos Jesús Muvdi Nova, Chemical Engineer, M.Sc., Ph.D.

## INTRODUCCIÓN

Las membranas son consideradas como la mejor solución en aplicaciones que requieran la separación y concentración de sustancias a temperatura ambiente (Yun *et al.*, 2013). Permiten la separación de compuestos térmicamente sensibles a la degradación (Porter, 1990), disminución del consumo energético y logran un mejor aprovechamiento de los recursos evitando el uso de aditivos (Porter, 1990; Gozálvés, 1998; Mulder, 1996; Cui *et al.*, 2013). Las membranas son barreras permeo-selectivas que permiten la transferencia de ciertos componentes a través de ella e impiden el paso de otros. Las características principales de las membranas dependen de dos factores principalmente: material de la membrana y método de elaboración (Gozálvés, 1998).

La problemática general que afronta Colombia es que no existen empresas en el país que fabriquen membranas que puedan ser utilizadas en la industria. El grupo de investigación CICTA-UIS ha iniciado una línea de investigación encaminada a la elaboración de membranas hidrófobas con materia prima nacional, para ser usadas en procesos de destilación con membranas (MD) (Tobo, 2014). Esto ha permitido comenzar a crear una infraestructura y conocimiento necesarios que contribuirá a hacer más asequible esta tecnología en el país.

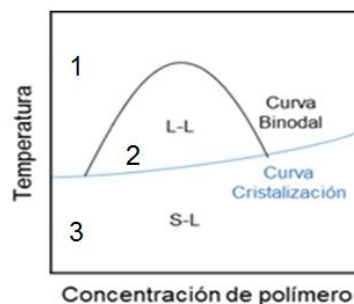
Existen varios métodos utilizados en la elaboración de membranas, entre los cuales está el *Thermally Induced Phase Separation* (TIPS). Este método permite tener un fácil control en la fundición de la mezcla, baja formación de defectos, alta porosidad y mayor control del diámetro de poro de la membrana (Roh *et al.*, 2010). El método TIPS consiste en formar una mezcla homogénea, entre un polímero y un solvente utilizando calor, seguido de un enfriamiento rápido, induciendo la formación de dos fases, una de ellas será rica en solvente (líquida) y otra rica en polímero (sólida). En esta última se encuentra el solvente dentro de la estructura sólida en forma de gotas con tamaños del orden de nanómetros a micrómetros (Lim & Lloyd, 1993; Ramaswamy *et al.*, 2002). Posteriormente, un agente extractor retira el solvente de la estructura sólida,

liberando el espacio creado para los poros. Finalmente, la membrana porosa obtenida se somete a un proceso de secado (Roh *et al.*, 2010).

Entre las variables que afectan las características de las membranas por el método TIPS están: el peso molecular del polímero (Matsuyama *et al.*, 2003), composición polímero/solvente (Zhang *et al.*, 2008), temperatura del baño de coagulación (Liu *et al.*, 2011) y el uso de agentes de nucleación (Tang *et al.*, 2010). Para el baño de coagulación se han reportado fluidos como el aire y el agua; siendo este último el más frecuente (Matsuyama *et al.*, 2003; Zhang *et al.*, 2008; Zhang *et al.*, 2010).

En el método TIPS es importante analizar el comportamiento de la mezcla polímero/solvente por medio de un diagrama de fases. Éste brinda información de la mezcla durante la separación de fases; importante a la hora de explicar la morfología de la membrana resultante (Caplan *et al.*, 1997; Liang *et al.*, 2013). En la Figura 1 se representa el diagrama de fase para una mezcla polímero/solvente, este se encuentra formado por dos curvas: la curva binodal (puntos de nube) y la curva de cristalización (puntos de cristalización).

**Figura 1. Diagrama de fase para una mezcla polímero- solvente.**



Fuente: Tobo, 2014.

Estas curvas dividen el diagrama de fases en tres zonas:

- Región estable (1): la mezcla es homogénea (sólo hay una fase líquida), ubicada encima de la curva binodal.
- Región metaestable (2): se comienza a dar la separación de fases, localizada entre la curva binodal y la curva de cristalización.
- Región de solidificación (3): el polímero se solidifica y se encuentra debajo de la curva de cristalización (Tobo, 2014; Pinnau *et al.*, 2000; Mulder, 1996).

En estudios previos relacionados con la elaboración de membranas mediante el método TIPS, se han empleado solventes como la parafina líquida (Matsuyama *et al.*, 2003; Liu *et al.*, 2011), di-isodecilftalato (DIDP) (Matsuyama *et al.*, 2003), y difenil éter (Zhang *et al.*, 2010); la mayoría de los solventes usados son tóxicos y sintéticos. Sin embargo, en la literatura se encuentran reportes del uso de otro tipo de solventes de origen natural como aceite de soja (AS) (Kim *et al.*, 1995; Jeon & Kim, 2007; Tang *et al.*, 2010) y aceite mineral (Matsuyama *et al.*, 2002), los cuales presentan menor toxicidad y costo que los tradicionalmente utilizados.

El presente trabajo utilizó como solvente el aceite de palma (AP), por su alta producción en el país (producción > 1'000.000 Ton/año) (FEDEPALMA, 2014), baja toxicidad y altas temperaturas de degradación (230°C, punto de humo) (Gunstone, 2002; García, 2015). Así mismo, el polietileno de baja densidad (LDPE) fue escogido como material membranario debido a que es hidrófobo, con alta disponibilidad en el mercado (31 000 Ton/año) (ECOPETROL S.A., 2014), buena estabilidad química (resistente a ácidos fuertes, bases fuertes, oxidantes suaves y agentes reductores) y bajo costo respecto a otros polímeros utilizados en la fabricación de membranas como: politetrafluoretileno (7 veces más costoso) y el fluoruro de polivinildeno (43 veces más costoso) (Elyashevich *et al.*, 2005; Liu *et al.*, 2013; Adnan *et al.*, 2012).

Por otro lado, en estudios como el de Matsuyama *et al.*, (2002) se emplearon agentes extractores como: pentano, hexano, heptano, ciclohexano y tolueno, entre otros, para remover solventes orgánicos. El hexano presentó mayor capacidad de extracción con respecto a los otros agentes extractores (Matsuyama *et al.*, 2002) (Gu *et al.*, 2006). Lo anterior, hace atractivo el uso de este agente para retirar el AP de las membranas de LDPE elaboradas.

En un primer trabajo de grado realizado por el grupo CICTA/UIS (Tobo, 2014), se obtuvieron membranas planas porosas de polietileno. Al comparar las características de estas membranas (Ver Tabla 1) con membranas comerciales marca Whatman® de Polipropileno (PP) se observa que las membranas elaboradas tienen menor permeabilidad, mayor diámetro de poro, espesor y

costo, respecto a las membranas comerciales. Es por esto que surge la necesidad de seguir mejorando las características de estas membranas a través de variables que intervengan en el proceso de elaboración.

**Tabla 1. Características de membranas planas de LDPE elaboradas por Tobo (2014) y membranas comerciales de PP.**

<b>Características</b>	<b>Membrana LDPE</b>	<b>Membrana PP</b>
<b>Diámetro de poro (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	0,8-2,3	0,2-0,45
<b>Espesor (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	400	125-170
<b>Costo (<math>\\$/\text{cm}^2</math>)</b>	447	490
<b>Factor concentración</b>	2,1	2,5
<b>Flux molar total (<math>\text{mol}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}</math>)</b>	0,0667	0,3349

En el estudio realizado por Tang *et al.* (2010) se utilizó una mezcla de polipropileno isostático (iPP), aceite de soja (AS) y ácido adípico (AA), para elaborar membranas y n-hexano como agente extractor. En este se evaluó el efecto de la temperatura en el baño de coagulación y la adición de un agente de nucleación en las características de las membranas. Respecto a la primera variable se obtuvo que a temperaturas más altas en el baño de coagulación, las membranas presentaban un aumento en la porosidad y diámetro de poro (se estudiaron temperaturas de coagulación entre 10 y 40 °C). Por tanto, es conveniente estudiar el efecto que tiene esta variable en las características de las membranas para valores en el rango de 25 a 65 °C (Tang *et al.*, 2010; Tobo, 2014). En este mismo estudio, por medio imágenes MEB se evidenció un aumento en la porosidad de la membrana, una disminución en el diámetro de poro y una mayor homogeneización en la distribución de éste, al usar el AA como agente de nucleación. Debido a que en el estudio de Tang *et al.*, (2010) el polímero y el solvente utilizados tienen características similares a los empleados en el presente proyecto, se planteó el uso de este mismo agente de nucleación (Luo *et al.*, 2006; Tang *et al.*, 2010).

Por otra parte, en el trabajo realizado por Tobo (2014) se obtuvieron membranas con espesores de hasta 400  $\mu\text{m}$ , esto causa una mayor resistencia al paso de la sustancia a través de la membrana debido a su gran espesor, disminuyendo la eficiencia de la técnica de destilación con membranas (MD). Por tanto, se realizó una modificación al montaje de elaboración de membranas planas (ver Sección 2.4), con el fin de que éste pudiera soportar una serie de pesos

removibles en la placa de sellamiento, aumentando la presión a la cual fue sometida la mezcla y así reducir el espesor final de la membrana.

Finalmente, este proyecto tuvo como objetivo estudiar el efecto del contenido de LDPE, la temperatura de baño de coagulación y el uso de un agente de nucleación en las características de las membranas planas hidrófobas elaboradas. Para ello fue necesaria la determinación de los diagramas de fase para las mezclas de LDPE-AP y LDPE-AP-AA, la caracterización de las membranas elaboradas y su evaluación en la técnica de Destilación con membranas (MD). Este trabajo hace parte del proyecto Colciencias-UIS-Promiltec S.A.S. código 1102-5022-7720 titulado “Aumento de la productividad de jarabes de glucosa obtenidos a partir de hidrolizados de almidón de yuca”.

## **2. DESCRIPCIÓN METODOLÓGICA**

El diagrama metodológico de la Figura 2 resume los aspectos más importantes considerados para la realización de este proyecto.

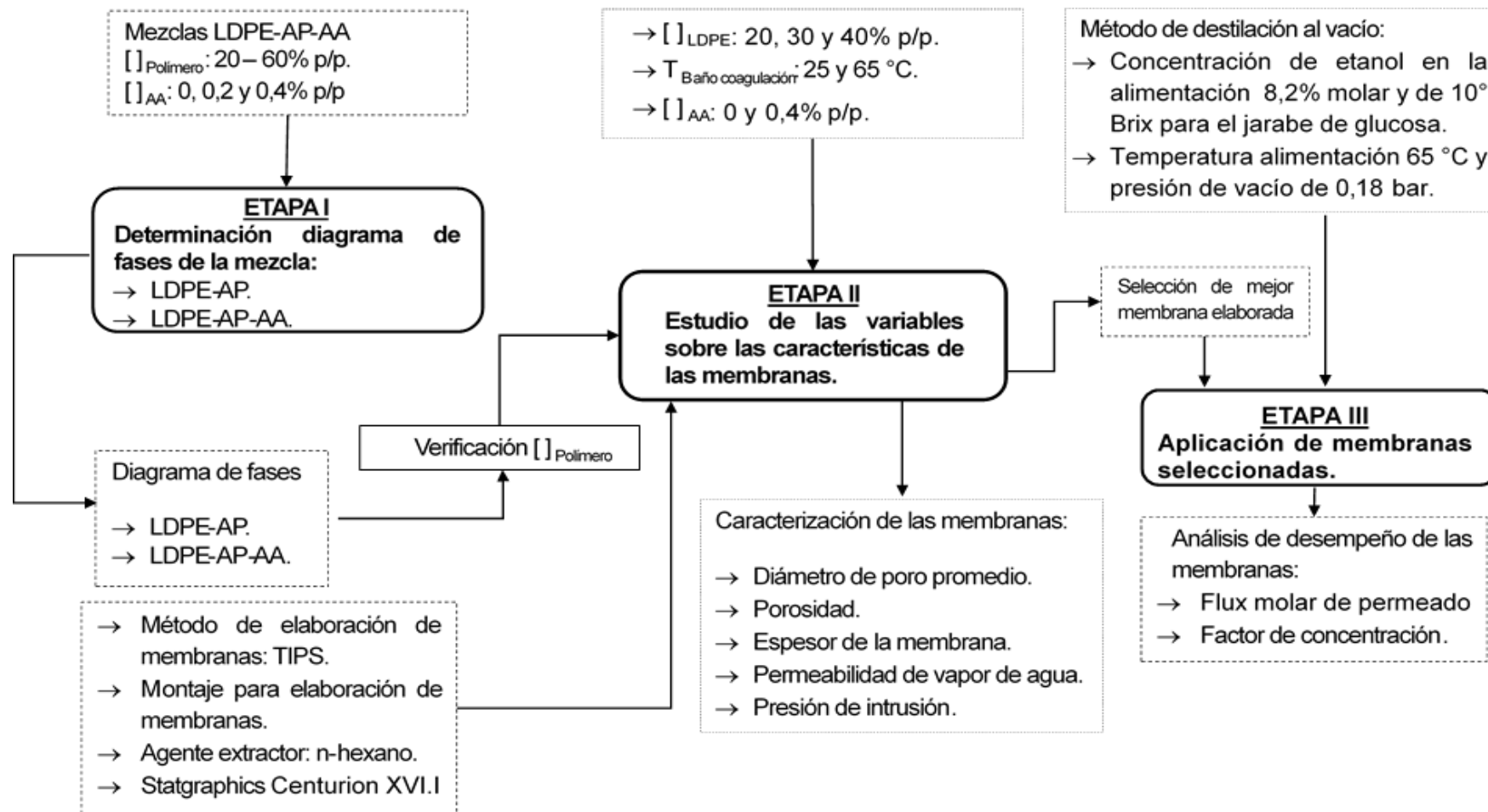
### **2.1 Etapa I: Determinación de diagramas de fase de las mezclas LDPE-AP y LDPE-AP-AA**

Los diagramas de fase se determinaron a partir de los puntos de nube y de cristalización para las mezclas LDPE-AP y LDPE-AP-AA., en el rango de 20-60% p/p LDPE y contenidos de AA de 0,2 y 0,4% p/p; a valores menores de 20% p/p se obtuvieron membranas muy frágiles y a concentraciones mayores de 60% p/p LDPE la mezcla no se homogenizaba (Tobo, 2014).

### **2.2 Etapa II. Estudio de la influencia de las variables de operación sobre las características de las membranas elaboradas.**

Se trabajó con un diseño de experimentos tipo factorial multinivel. El cual consideró 3 niveles de contenido de LDPE, 2 niveles para el contenido de AA y 2 niveles para la temperatura de coagulación; obteniendo un total de 24 experimentos (duplicados incluidos). En la Tabla 2 se muestran los valores para las variables de estudio.

Figura 2. Diagrama metodológico del proyecto de grado.



**Tabla 2. Factores y niveles utilizados en el diseño experimental utilizado en la Etapa II del presente trabajo.**

<b>Variable</b>	<b>Nivel</b>
<b>Contenido de LDPE (% p/p)</b>	20, 30 y 40
<b>Temperatura de coagulación (°C)</b>	25 y 65
<b>Contenido de AA (% p/p)</b>	0 y 0,4

Las membranas obtenidas se caracterizaron por medio de microscopía electrónica de barrido (MEB), se realizaron pruebas de permeabilidad de vapor de agua, de presión de intrusión y porosidad (Tobo, 2014).

La significancia de las variables estudiadas en las Etapas I y II, fue analizada por *Statgraphics Centurion® XVI.1* (versión de prueba). Éstas fueron significativas para p-valores < 0,05

### **2.3 Etapa III: Aplicación de membranas elaboradas en destilación al vacío.**

En esta etapa se seleccionaron las membranas con las mejores características obtenidas en la Etapa II. Los criterios de selección tuvieron en cuenta el espesor de la membrana, el diámetro de poro, la porosidad y la presión de intrusión. Posteriormente, la membrana escogida se utilizó en el piloto de destilación con membranas al vacío (MD), el cual fue diseñado por Barón (2012) (Ver condiciones en Figura 2).

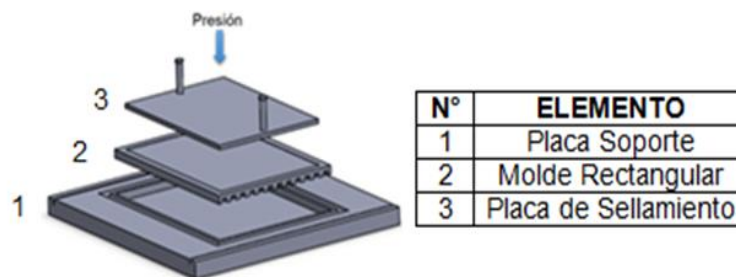
### **2.4 Métodos de análisis y de cuantificación.**

- Determinación de puntos de nube: De las mezclas elaboradas se tomó una muestra de 2g y se ubicó sobre un portaobjetos con fondo negro. Luego, la muestra fue llevada a una mufla a 180 °C, reduciendo gradualmente la temperatura del sistema 1°C/min hasta detectar de manera visual, turbidez en la mezcla (Liu *et al.*, 2011; Matsuyama *et al.*, 2003). Las pruebas se realizaron por triplicado.
- Determinación de puntos de cristalización: Estas pruebas se realizaron a través de un análisis DSC (Calorimetría diferencial de barrido) con el equipo DSC-2010 (TA Instrument) de la Esc. Ing. Química/UIS. Se tomaron 10 mg de cada mezcla, se sometieron a una temperatura de 200°C y se disminuyó a razón de 10 °C/min hasta temperatura ambiente. El punto de cristalización

correspondió a la temperatura en la cual apareció el pico exotérmico durante el enfriamiento de la mezcla (Matsuyama *et al.*, 2002). Las pruebas se hicieron por duplicado.

- Montaje para la elaboración de membranas planas: La Figura 3 muestra el montaje para elaborar las membranas, diseñado por Tobo, 2014. Este sistema está compuesto por una placa-soporte (1) de aluminio que tiene unos sumideros para recibir el exceso de mezcla. También, posee un espacio en el cual se ensambla el molde rectangular de aluminio (2) (20 x 15 x 0,1 cm) donde se deposita la mezcla y adicionalmente posee un mecanizado en la base, en forma de canales, con el fin de favorecer la transferencia de calor y en la parte superior una placa selladora (3) (20 x 15 x 0,5 cm), que ejerce una presión determinada que permite cerrar el molde, eliminando el exceso de mezcla.

**Figura 3. Montaje para elaboración de membranas planas.**



Fuente: Tobo, 2014

En el marco del presente trabajo, se diseñó una placa con un espesor mayor (20 x 15 x 1,5 cm), disminuyendo su sensibilidad a los efectos por dilatación por las altas temperaturas. A esta placa fueron adicionados una serie de pesos los cuales permitieron aumentar la presión (1270,7 Pa), para obtener membranas con menor espesor.

- Protocolo de elaboración de membranas: a) Calentar la mezcla LDPE-AP o LDPE-AP-AA de composición conocida a una temperatura de 180 °C y agitar durante 4 h para su homogenización (estos parámetros se disminuyeron respecto a los establecidos por Tobo, 2014). b) Depositar una cantidad de la mezcla en el montaje descrito en la Figura 3, el cual debe estar precalentado a 180 °C. c) Pasar sobre la mezcla depositada un enrazador para distribuir mejor la mezcla. d) Inmediatamente colocar sobre la mezcla la placa selladora y los

pesos. e) Aplicar un choque térmico a la mezcla para que ésta se solidifique (temperatura de coagulación). f) Sumergir la lámina obtenida en hexano para extraer el aceite contenido en la ella. d) Secar la membrana a 50 °C.

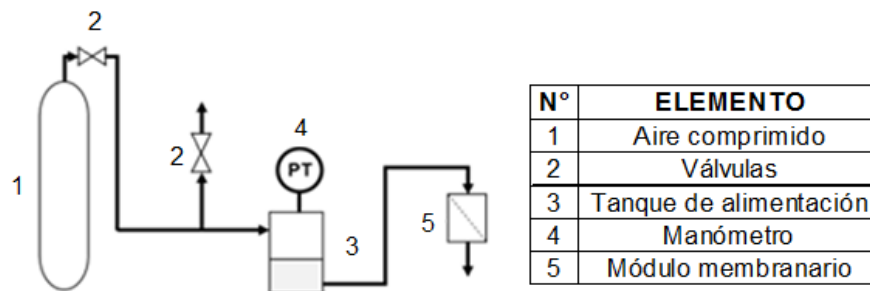
- Piloto de destilación con membranas al vacío: Las pruebas de aplicación de las membranas elaboradas fueron realizadas en el piloto diseñado por Barón (2012) (para más detalles ver Anexo A). Este proceso utiliza como fuerza motriz la diferencia entre la presión de vapor existente en ambos lados de la membrana, generado por la aplicación de vacío en el lado del permeado, de modo que las moléculas de vapor pasan a través de los poros de la misma para ser recuperado finalmente por condensación (Lawson & Lloyd, 1997; Song *et al.*, 2012).
- Microscopía electrónica de barrido (MEB): Se tomaron muestras de cada membrana elaborada para determinar su aspecto interno, estimar el diámetro promedio del poro y espesor de la misma. El equipo utilizado fue un QUANTA FEG 650, con voltaje acelerado de 10 KV y recubrimiento de carbono, el cual se encuentra ubicado en el Edificio de Investigación UIS/Guatiguará. El diámetro promedio de poro de cada membrana se tomó a partir del promedio del diámetro de 90 poros seleccionados aleatoriamente a lo ancho de la sección transversal y el espesor de cada membrana fue el promedio de 3 mediciones de espesor a lo largo de la sección transversal (Tobo, 2014).
- Permeabilidad de vapor de agua: Para realizar las pruebas de permeabilidad de vapor de agua se utilizó el sistema diseñado Gutiérrez y Morales (2013) y las condiciones establecidas por Tobo (2014) (para más detalles ver Anexo B). Con las medidas de humedad relativa y temperatura de bulbo seco obtenidas (al inicio y después de 2h de la prueba), se determinó el flux másico de permeado de vapor de agua a través de la membrana utilizando la ecuación 1. Las pruebas se realizaron por duplicado.

$$J^{vapor} = \frac{P^S * H_r * V}{R_{agua} * T_{perm} * A_{transf}} \quad \text{Ecuación 1}$$

Donde,  $P^S$ : Presión de Saturación (Pa);  $H_r$ : Humedad relativa (%);  $V$ : Volumen ( $m^3$ );  $R$ : constante universal de los gases ( $Pa \cdot m^3 \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$ );  $T_{perm}$ : Temperatura en el permeado (K);  $A_{transf}$ : Área de transferencia ( $m^2$ );  $J$ : Flux másico de vapor de agua ( $kg \cdot m^{-2} \cdot h^{-1}$ ).

- Presión de intrusión: La presión de intrusión es la presión a la cual el líquido (generalmente agua) pasa a través de los poros de la membrana (Saffarini *et al.*, 2012). En la Figura 4 se muestra el montaje empleado (diseñado por Tobo, 2014) para determinar la presión de intrusión. En el tanque de alimentación (3) se depositó agua destilada, a partir de allí se llevó al módulo membranario (5) con ayuda de aire comprimido, el cual ejerce presión sobre el líquido. La presión ejercida se midió con un manómetro (4) y se fue graduando por medio de una válvula (2) hasta evidenciar permeado en la membrana o ruptura de ésta (Tobo, 2014). Por seguridad y para evitar daños en el sistema, no se trabajaron con presiones superiores a 6 bar.

**Figura 4. Montaje prueba presión de intrusión.**



Fuente: Tobo, 2014

- Prueba de porosidad: para determinar la porosidad en las membranas elaboradas se llevó el siguiente procedimiento, propuesto por Luo *et al.* (2006):
  - a) se tomaron muestras de las membranas elaboradas de 1x1 cm.
  - b) Se pesó la membrana previamente puesta en el desecador por 12 h.
  - c) se sumergió en 5 ml de Butanol por 24 h.
  - d) Luego fue retirada y secada para retirar el exceso de Butanol y se pesó rápidamente.
  - e) Se calculó la porosidad mediante la ecuación:

$$\varepsilon = \frac{(w_2 - w_1) * \rho_1}{\rho_1 * w_1 + (\rho_2 - \rho_1) * w_1} * 100 \quad \text{Ecuación 2}$$

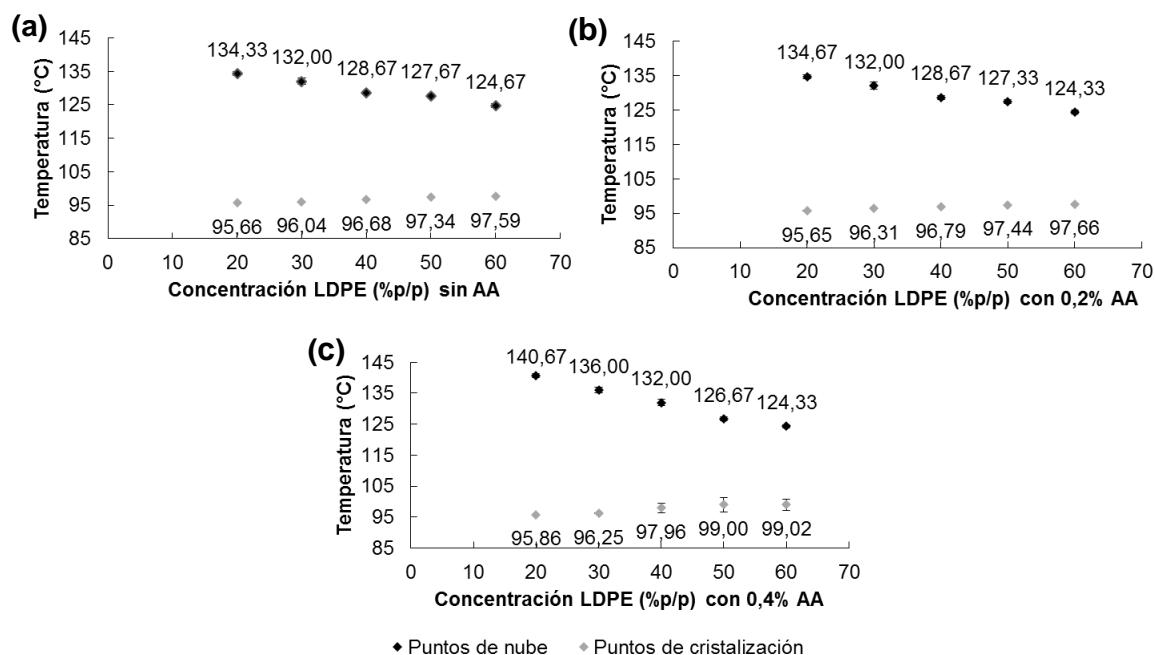
Donde,  $W_1$ : peso membrana seca (g);  $W_2$ : peso membrana humedad (g);  $\rho_1$ : densidad de LDPE ( $g * m^{-3}$ );  $\rho_2$ : densidad de Butanol ( $g * m^{-3}$ ) (Luo *et al.*, 2006).

### 3. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

#### 3.1 Diagrama de fases de la mezcla LDPE-AP y LDPE-AP-AA

En la Figura 5 se muestran los diagramas de fase obtenidos en el presente estudio en presencia de AA y por Tobo (2014). En estos se observa que la curva binodal (formada por los puntos de nube) está por encima de la curva de cristalización (formada por los puntos de cristalización) indicando que se presentará una interacción polímero-solvente tipo débil (Song *et al.*, 2012; Liu *et al.*, 2011). Por consiguiente, ocurrirá una separación de fases Líquido-Líquido en la zona metaestable (ubicada entre las dos curvas), seguida de una cristalización; obteniéndose así membranas con estructura porosa (Liu *et al.*, 2011).

**Figura 5. Diagramas de Fases. (a) Mezcla LDPE-AP sin AA (Tobo, 2014) (b) Mezcla LDPE-AP con 0,2% p/p de AA. (c) Mezcla LDPE-AP con 0,4% p/p de AA.**



Por otro lado, al comparar los puntos de nube sin AA (Figura 5a) y 0,2% p/p (Figura 5b) respecto a los puntos de nube obtenidos con 0,4% p/p AA (Figura 5c) para el rango de contenido de 20 a 40% p/p de LDPE, se puede observar un aumento significativo en los puntos de nube de  $4,5 \pm 1,5^\circ\text{C}$  para la mezcla con 0,4% p/p de AA (valor-p 0). Estos cambios en la curva binodal se deben a que el AA afecta directamente la generación y el crecimiento de los centros de nucleación (Tang *et*

*al.*, 2010). Es importante mencionar que al utilizar 0,2% p/p de AA, no se evidencian cambios significativos en los puntos de nube (valor-p 0,8152). Esto podría deberse a que la cantidad utilizada de AA no es suficiente para generar modificaciones significativas en la nucleación del polímero (Luo *et al.*, 2006; Tang *et al.*, 2010).

En cuanto a los puntos de cristalización, para las mezclas elaboradas con 0,4% p/p de AA (Figura 5c), se observa un aumento de  $1 \pm 0,8^\circ\text{C}$  en dichos puntos (valor-p 0,0398). Esto se debe a que el AA facilita la nucleación del polímero, ocasionando una disminución en la entalpía de cristalización (McGuire *et al.*, 1993). En contraste, los puntos de cristalización para la mezcla con 0,2% p/p de AA (Figura 5b) no muestran un aumento significativo (valor-p 0,0732). Este resultado se debe a que el contenido de AA no es suficiente para generar una disminución en la entalpía de cristalización (Luo *et al.*, 2006; Binsbergen, 1970). Por otro lado, Luo *et al.*, (2006) estudiaron el efecto del contenido de Dibencil Sorbitol (DS) como agente de nucleación en los puntos de cristalización, reportando aumentos en los puntos de cristalización entre 0,5 y  $1^\circ\text{C}$  para cambios en el contenido de 3 a 5% p/p de DS en mezclas de iPP y AS.

En la Tabla 3 se encuentran los  $\Delta T$  de la zona metaestable para las mezclas con 0,4% p/p, 0,2% p/p y sin AA. En ella se observa que para la mezcla con 0,2% p/p de AA no se evidencian diferencias considerables con respecto a la mezcla sin AA. Esto se debe a que el contenido del agente de nucleación no es suficiente para afectar el comportamiento termodinámico de la mezcla (Luo *et al.*, 2006; Tang *et al.*, 2010).

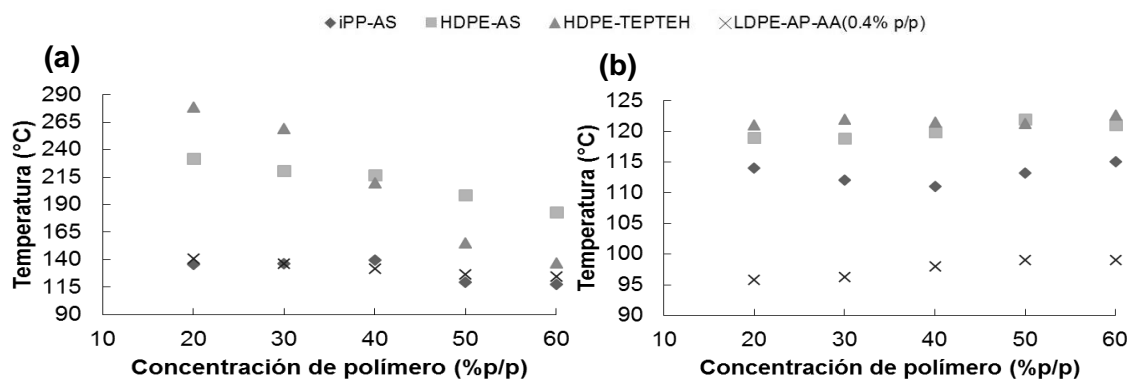
**Tabla 3. Intervalo de temperatura para la zona metaestable (Tn: puntos de nube; Tc: puntos de cristalización).**

LDPE (%p/p)	Tn-Tc ( $^\circ\text{C}$ ) sin AA	Tn-Tc ( $^\circ\text{C}$ ) 0,2 %p/p AA	Tn-Tc ( $^\circ\text{C}$ ) 0,4 %p/p AA
20	38,3 $\pm 0,1$	39,0 $\pm 0,8$	45,1 $\pm 0,1$
30	36,4 $\pm 0,6$	35,7 $\pm 0,7$	39,7 $\pm 1,5$
40	31,8 $\pm 0,5$	31,9 $\pm 0,7$	34,1 $\pm 0,1$
50	30,1 $\pm 0,6$	29,9 $\pm 0,1$	28,0 $\pm 2,4$
60	26,9 $\pm 0,7$	26,7 $\pm 0,1$	24,9 $\pm 1,8$

Por otro lado, para la mezcla con 0,4% p/p de AA se obtuvo un aumento en los  $\Delta T$  para concentraciones de hasta 40% p/p LDPE. Lo anterior, se debe a que el AA genera una nucleación heterogénea adicional a la nucleación que se da por el enfriamiento de la mezcla polímero-solvente (Binsbergen, 1970). El AA proporciona parte del cristal precursor con el que se inicia la nucleación (heterogénea) y posterior cristalización del polímero. Dicha nucleación heterogénea ocasiona un cambio en los diagramas de fase, lo que generaría una modificación en la estructura de las membranas, obteniéndose mayor porosidad, diámetros de poros homogéneos y de menor tamaño (Lim & Lloyd, 1993; Luo *et al.*, 2006; McGuire *et al.*, 1993; Tang *et al.*, 2010); esto fue evidenciado más adelante en las siguientes etapas del trabajo.

En la Figura 6 se muestran las curvas binodales y de cristalización para la mezcla LDPE-AP-AA 0,4% p/p junto a las reportadas por Jeon & Kim (2007), Tang *et al.*, (2010) y Park & Kim (2013). Como se puede observar en la Figura 6b, la curva de cristalización de la mezcla LDPE-AP-AA se ubica por debajo de las demás curvas de cristalización. Esto se debe a la diferencia entre los pesos moleculares de los polímeros utilizados (LDPE= 42 500; iPP= 60 000; polietileno de alta densidad (HDPE)= 150 000), ya que a mayor peso molecular será mayor su punto de fusión, haciendo que las temperaturas de cristalización de las mezclas también sean mayores (Primo, 1996) (Ariza, 2008).

**Figura 6. Curvas binodales (a) y curvas de cristalización (b). Para las mezclas LDPE-AP-AA (0,4% p/p de AA) elaboradas en este trabajo, HDPE-AS (Jeon & Kim, 2007), iPP-AS (Tang *et al.*, 2010) y HDPE-Trietilpropano (TEPTEH) (Park & Kim, 2013).**



Por otro lado, las curvas binodales de todas las mezclas (Figura 6a), disminuyen con el aumento en el contenido de polímero en las mezclas. También se puede observar un aumento en las curvas binodales al aumentar el peso molecular del polímero. Esto se debe a que a mayor peso molecular se requiere el uso de mayores temperaturas para que el polímero homogenice con determinado solvente. En contraste, no se observan diferencias entre los puntos de nube, para las mezclas con LDPE y i-PP, debido al aumento en los puntos de nube generado por el AA en la mezcla con LDPE-AP (Matsuyama *et al.*, 2003; Matsuyama *et al.*, 2002; Lee *et al.*, 1992; Tang *et al.*, 2010). Así mismo, en la Figura 6, al comparar los puntos de nube en las mezclas que tiene igual polímero pero diferente solvente, se encuentran diferencias entre estos puntos. Esto se debe a la afinidad existente entre el polímero y el solvente, lo cual influye en la estructura y diámetro de poro de la membrana (Matsuyama *et al.*, 2003).

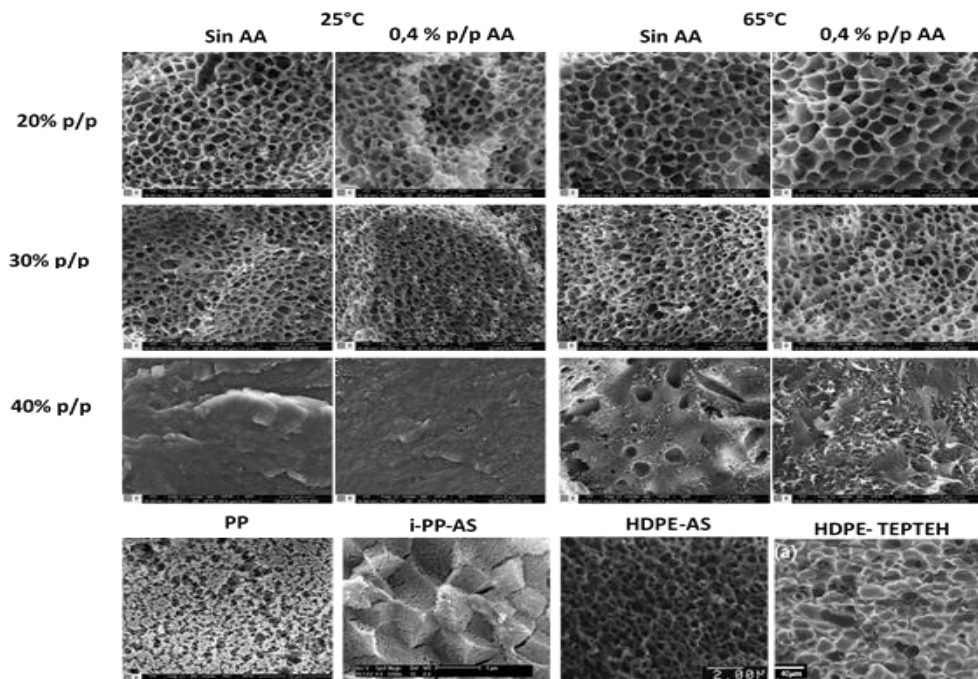
Teniendo en cuenta los efectos que se generan en los diagramas de fase por el contenido de LDPE y de AA, y el peso molecular del polímero, las composiciones de LDPE que se utilizaron para elaborar las membranas fueron de 20, 30 y 40 % p/p, ya que estas presentaron una mayor separación entre los puntos de nube y de cristalización (Atkinson *et al.*, 2000). Así mismo, se espera que las membranas elaboradas en este proyecto tengan mayor porosidad y diámetros de poro menores a 1,2  $\mu\text{m}$  (Jeon & Kim, 2007), 2,5  $\mu\text{m}$  (Park & Kim 2013), 2,3  $\mu\text{m}$  (Tobo, 2014). .

### **3.2 Efecto del AA, el contenido de LDPE en la mezcla y la temperatura del baño de coagulación en las características de la membrana.**

En la Figura 7 se observan las imágenes MEB tomadas a la sección transversal de las membranas elaboradas en este proyecto, de membranas comerciales y membranas reportadas en la literatura. Como se puede observar, las membranas con 20 y 30% p/p LDPE, presentan una estructura porosa celular interconectada, la cual se distribuye a lo largo y ancho de toda la pared transversal. Matsuyama *et al.*, (2012) determinaron que dicha estructura, se presenta por la interacción débil del polímero con el solvente, como se había

mencionado anteriormente. Por otro lado, las membranas de 40% p/p LDPE, no mostraron porosidades definidas y no fueron caracterizadas por completo (solo se incluyeron en el análisis del espesor de la membrana y eran muy rígidas para ser utilizadas en los módulos de presión de intrusión y permeabilidad). Esto se debe a que la cantidad de polímero no permite la interacción adecuada con el solvente haciendo la membrana poco porosa (adentramiento del solvente en el polímero) (Atkinson *et al.*, 2000; Song *et al.*, 2012).

**Figura 7. Imágenes MEB sección transversal membranas elaboradas en este proyecto (10000x), membranas comerciales Whatman de PP (10000x), membranas de iPP-AS contenido de polímero de 27% p/p y temperatura de coagulación de 30 °C (Tang *et al.*, 2010) (5000x), HDPE-AS contenido de polímero de 40% p/p y temperatura de coagulación de 20°C (Jeon & Kim, 2007) (4000x) y HDPE-TEPTEH contenido de polímero de 30% p/p y temperatura de coagulación de 10 °C (Park & Kim, 2013) (3000x).**

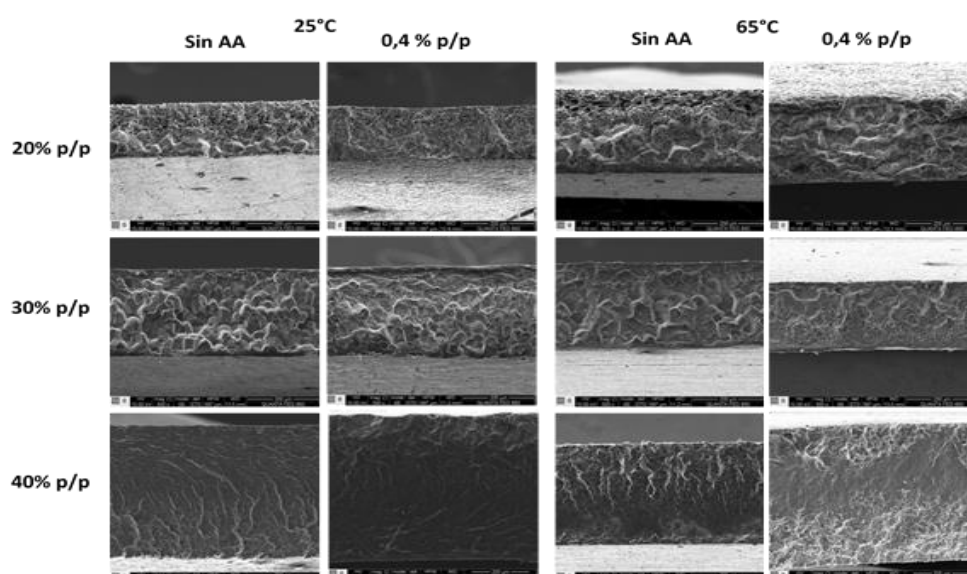


De la Figura anterior también se puede apreciar, que las membranas comerciales de PP y las encontradas en la literatura presentan el mismo tipo de estructura que las elaboradas a 20 y 30% p/p LDPE. Lo anterior se debe a que posiblemente las mezclas usadas para su elaboración, presentan también interacción tipo débil. Así mismo, analizando las imágenes MEB y teniendo en cuenta el aumento de cada una de ellas, se puede decir que las membranas del presente proyecto poseen diámetros de poro menores que los reportados por Jeon & Kim (2007) y Park & Kim (2013) y mayores diámetros respecto a las

reportadas por Tang *et al.*, (2010). Dicho comportamiento tiene relación con los diagramas de fase mostrados en la Figura 6, donde a mayor separación de la curva binodal y de cristalización, mayor será el diámetro de poro (Zhang *et al.*, 2008).

En La Figura 8 se muestran las imágenes MEB para la sección transversal de las membranas elaboradas. A partir de éstas se determinaron los espesores de dichas membranas, los resultados se muestran en la Figura 9.

**Figura 8. Imágenes MEB sección transversal membranas elaboradas en este proyecto. 500x.**

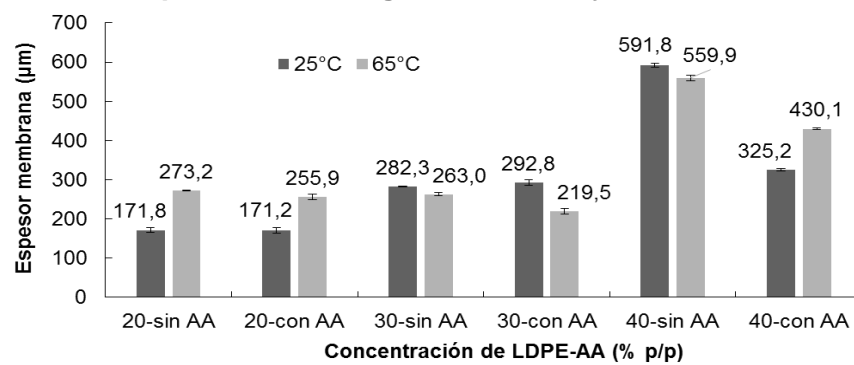


En la Figura 9 se observa un aumento en el espesor de la membrana entre un 68 y 245% al aumentar el contenido de LDPE de 20 a 40% p/p. Dicho efecto, se da por el incremento de la viscosidad de la mezcla al aumentar el contenido de LDPE, impidiendo que la placa selladora genere la presión necesaria para disminuir el espesor de la membrana. Esto fue confirmado estadísticamente encontrando que solo el contenido de LDPE influye en el espesor de la membrana (valor-p 0,0057). En la literatura no se reporta información sobre el efecto del contenido de polímero en el espesor de la membrana.

Adicionalmente, las membranas elaboradas con 20 y 30% p/p LDPE, sin AA y con temperatura de coagulación de 25 °C, presentan espesores de membrana de  $171,8 \pm 5,6$  y  $282,3 \pm 0,7$ , respectivamente; menores a los reportadas por Tobo (2014) a las mismas condiciones de elaboración ( $312,5$  y  $298,2$   $\mu\text{m}$ , respectivamente). Esta

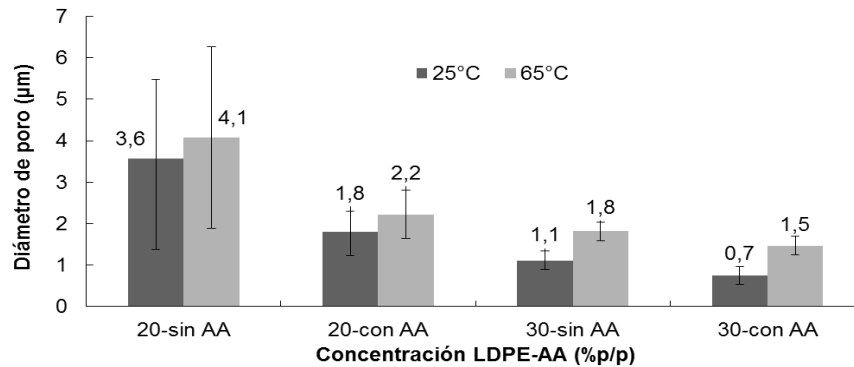
disminución se debe a que las membranas de este proyecto se realizaron con una presión ejercida por la placa selladora 4,9 veces mayor (1270,7 Pa) que la de Tobo (2014) (258,7 Pa). Cabe señalar que las membranas con 20 y 30% p/p LDPE tuvieron un espesor similar a las membranas comerciales Whatman® de Polipropileno (PP) (171,8  $\mu\text{m}$ ) y PTFE (253,5  $\mu\text{m}$ ), respectivamente. El espesor de la membrana es un parámetro importante ya que éste condiciona en parte la transferencia de masa a través de la membrana y su resistencia mecánica.

**Figura 9. Espesor de membrana vs contenido de LDPE en las mezclas con y sin AA elaboradas a temperatura de coagulación de 25 y 65 °C.**



Por otra parte, en la Figura 10 se muestran los resultados para el diámetro de poro en función de las variables estudiadas. Es importante mencionar que el promedio se tomó a partir de 90 mediciones realizadas en cada imagen y las desviaciones presentadas son estándar. En esta figura se observa que al aumentar el contenido de polímero en las mezclas de 20 a 30% p/p LDPE, en las membranas sin AA a 25 y 65 °C (temperatura de coagulación), ocurre una disminución en el diámetro de poro de 68,8% y 55,4%, respectivamente. Así mismo, al realizar este aumento en el contenido de polímero en las membranas con AA a las mismas temperaturas de coagulación, el diámetro disminuye 58,7% y 33,7%, respectivamente. Por medio del análisis estadístico se confirmó que el contenido de LDPE influye significativamente en el diámetro de poro (valor-p 0).

**Figura 10. Diámetro de poro membrana vs contenido de LDPE en las mezclas con y sin AA elaboradas a temperatura de coagulación de 25 y 65 °C. Desviaciones estándar.**



Lo antes mencionado tiene relación con los diagramas de fases, ya que si se aumenta la concentración de polímero en la mezcla (20 a 30% p/p LDPE), el  $\Delta T$  de la zona metaestable (separación entre la curva binodal y de cristalización) se hace más pequeña (reducción de 5 y 12%, sin AA y con AA, respectivamente). Esto genera una disminución en el crecimiento de los espacios ocupados por la fase pobre en polímero sobre la matriz rica en polímero. Dicha disminución induce a la formación de poros más pequeños bajo condiciones de coagulación constantes (Zhang *et al.*, 2008). En estudios realizados por Roh *et al.* (2010), se encontró que al aumentar el contenido de 16 a 24% p/p HDPE se redujo el diámetro de poro en un 75%. Esta disminución es mayor respecto al presente proyecto, pues la zona metaestable para Roh *et al.*, (2010) se reduce un 40% al aumentar el contenido de HDPE, siendo este valor mayor que los encontrados para los diagramas de fases de este proyecto (5 y 12%). Entre menor sea la reducción de la zona metaestable, la separación de fases se dará de manera similar y por tanto la diferencia del diámetro de poro será menor (Matsuyama *et al.*, 1998).

Con respecto al efecto de la temperatura de coagulación en el diámetro de poro, se evidenció que al aumentar dicha temperatura de 25 a 65°C, las membranas sin AA con 20 y 30% p/p LDPE, aumentan su diámetro de poro 14,2 y 63,3%, respectivamente. Así mismo, las membranas con AA a las mismas concentraciones de LDPE, presentan un incremento en el diámetro de 23,5 y 97,9%, respectivamente (valor-p 0,0021, siendo significativo el aumento

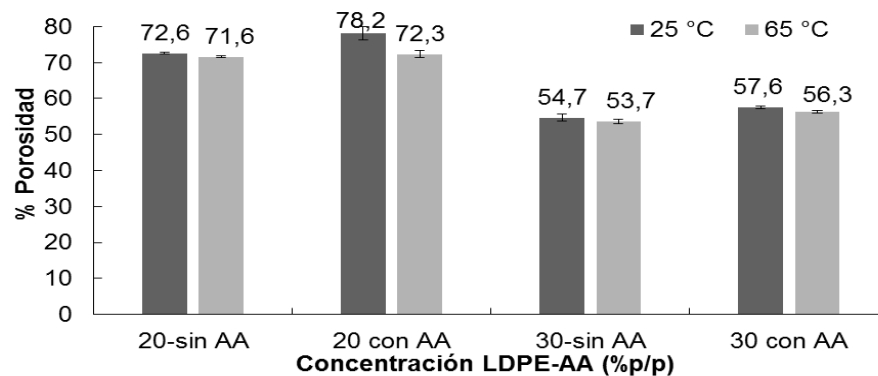
de la temperatura de coagulación en el diámetro de poro). En el estudio de Quing *et al.* (2012) se reportaron incrementos en el diámetro de poro de 1,9 a 2,7  $\mu\text{m}$  (42,1%), al aumentar la temperatura de coagulación de 30 a 60°C. Esto se debe a que al aumentar la temperatura de coagulación, el choque térmico será menor (afectando la separación L-L), logrando que el solvente se adentre mejor en la fase rica en polímero, obteniéndose así poros con mayor diámetro (Quing *et al.*, 2012; Hanks *et al.*, 2012).

Adicionalmente, al agregar 0,4% p/p de AA, las membranas con 20 % p/p LDPE a 25 y 65°C (temperatura de coagulación) sufren una disminución en el diámetro de poro de 49,7% y 45,6%, respectivamente. Así mismo, las membranas con 30% LDPE elaboradas a 25 y 65 °C (temperatura de coagulación), presentaron una disminución en el diámetro de poro de 33,3% y 19,1%, respectivamente (valor-p 0, siendo significativo el contenido de AA en el diámetro de poro). Este efecto es generado por el AA, el cual proporciona parte del cristal iniciador que origina los centros de nucleación críticos, permitiendo que la aglomeración del polímero sea más rápida y ordenada (Binsbergen, 1970). En el estudio realizado por Luo *et al.*, (2005), se encontró una disminución de 12,9% en el diámetro de poro para membranas elaboradas con PP y DS como agente de nucleación. Esta disminución podría ser menor que la de este trabajo, ya que se utilizó un polímero y un agente de nucleación diferentes, los cuales interactúan de manera distinta a la hora de realizarse la nucleación (Tang *et al.*, 2012).

Igualmente, en la Figura 10 se aprecia una mejora en la homogeneidad de los diámetros de poro en las membranas con 20% p/p LDPE y AA (disminución en la desviación estándar del diámetro de poro). Esto es generado por el AA, el cual permite distribuir ordenadamente el polímero alrededor de los centros de nucleación al ir formando la estructura porosa (Lim *et al.*, 1993; McGuire *et al.*, 1993; Binsbergen *et al.*, 1970). Por otro lado, las membranas con 30% p/p LDPE sin y con AA, presentaron estructuras porosas más homogéneas, ya que al aumentar el contenido de LDPE los diámetros de poro son más regulares por ser de menor tamaño (Atkinson *et al.*, 2000).

Los resultados obtenidos para la porosidad de las membranas elaboradas se muestran en la Figura 11. En esta se evidencia una disminución en la porosidad del  $25 \pm 2\%$  al aumentar el contenido de LDPE en la mezcla. Esta situación se presenta, ya que el solvente ocupa un menor espacio en la estructura membranaria que posteriormente al ser extraído creará la porosidad de la membrana (Park & Kim, 2013). Así mismo, al agregar 0,4% p/p de AA en las membranas con 20% p/p LDPE y temperatura de coagulación de 25 y 65°C, se incrementa su porosidad un 7,7 y 1%, respectivamente y para las membranas con 30% LDPE elaboradas a 25 y 65°C (temperatura de coagulación), tuvieron un incremento en su porosidad de 5,3 y 4,9%, respectivamente. Esto se debe a que el AA facilita la nucleación del polímero, lo que se ve traducido en una mayor cantidad de poros en la estructura (Tang *et al.*, 2010).

**Figura 11. Porosidad de la membrana vs contenido de LDPE en las mezclas con y sin AA elaboradas a temperatura de coagulación de 25 y 65 °C.**

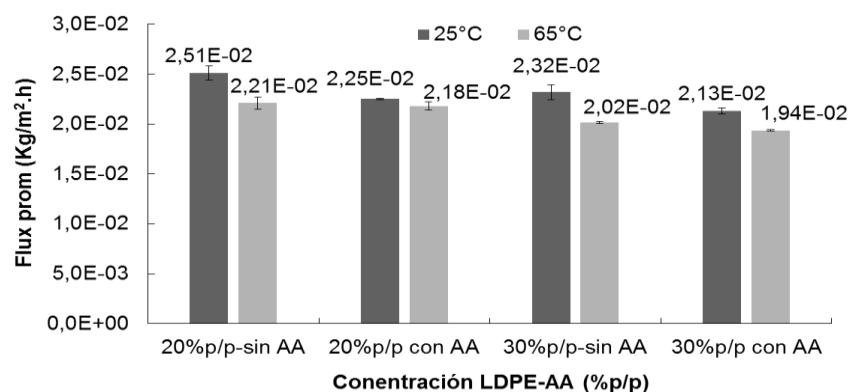


En contraste, al aumentar la temperatura de coagulación de 25 a 65 °C, las membranas sin AA con 20 y 30% p/p LDPE, disminuyen su porosidad en 1,4 y 1,8%, respectivamente. Para las membranas con AA a 20 y 30% p/p LDPE se observa una reducción de 8,2 y 2,2%, respectivamente. Se encontró por el análisis estadístico que el contenido de LDPE (valor-p 0) y de AA (valor-p 0,0007), y la temperatura de coagulación (valor-p 0,0037) influyen significativamente en la porosidad de las membranas elaboradas en este proyecto. Por medio de estos resultados se podría decir que la porosidad disminuye al aumentar el contenido de LDPE en la mezcla y la temperatura en el baño de coagulación, y aumenta al agregar 0,4% p/p de AA a la mezcla

polímero/solvente. Es importante resaltar que no se encontraron estudios donde se dé una explicación clara del efecto de la temperatura de coagulación sobre la porosidad.

En la Figura 12 se presentan los resultados obtenidos para el flux de vapor de agua permeado para las membranas elaboradas. Se puede observar que al aumentar el contenido de LDPE (20 a 30% p/p) y de AA (0 a 0,4% p/p) en la mezcla, se presenta una disminución del flux de vapor de agua de  $8,2 \pm 2,5\%$  (valor-p 0,0004) y  $5,9 \pm 4,1\%$  (valor-p 0,0013), respectivamente. Lo anterior se debe a que con un mayor contenido de LDPE y de AA, las membranas presentaron un menor diámetro de poro (Ramaswamy *et al.*, 2002). Esto aumenta la resistencia a la transferencia de masa y con ello una disminución en la permeabilidad (Park & Kim, 2013).

**Figura 12. Flux de vapor de agua permeado a través de la membrana vs. Contenido de LDPE en las mezclas con y sin AA elaboradas a temperatura de coagulación de 25 y 65 °C.**



Con respecto a la temperatura de coagulación, al aumentarla de 25 a 65°C, se observa una disminución en el flux de  $9,3 \pm 4,5\%$  (valor-p 0,0002), para todas las membranas. Este comportamiento es contrario a lo que reporta la literatura, en donde al aumentar la temperatura de coagulación los poros de la membrana tendrán mayor diámetro y por lo tanto la membrana permeará mayor vapor de agua (Quing *et al.*, 2012) (Matsuyama *et al.*, 2003). Dicho comportamiento podría explicarse con los resultados de la Figura 11, donde se evidenció que al aumentar la temperatura de coagulación se disminuye la porosidad y por ende el flux de permeado será menor (Roh *et al.* 2012).

Finalmente, los resultados de la prueba de presión de intrusión se encuentran en la Tabla 4. Se observa que las membranas con 30% p/p LDPE no permearon agua y tampoco mostraron signo de ruptura. Este comportamiento está relacionado con un mayor espesor, menor diámetro de poro y baja porosidad con respecto a las membranas de 20% p/p LDPE, que le confieren una mayor resistencia mecánica; lo que las hace atractivas para ser usadas en procesos donde se requiera trabajar con altas presiones.

Así mismo, al agregar 0,4% p/p AA en las membranas de 20% p/p LDPE, la presión de intrusión aumentó. Esto se debe a que las membranas con AA tienen un menor diámetro de poro, lo cual aumenta la resistencia al paso de agua (Cui *et al.*, 2013). Por otro lado, al aumentar la temperatura de coagulación de 25 a 65°C en las membranas de 20% p/p LDPE, se encontró un incremento en la presión de intrusión. Esto se debe a que las membranas elaboradas a 65°C presentaron menor porosidad (Figura 11).

**Tabla 4. Resultados de la prueba de presión de intrusión.**

<b>Membrana (% p/p LDPE- Temperatura °C- %p/p AA)</b>	<b>Presión de intrusión (bar)</b>	<b>Presión de ruptura (bar)**</b>
20-25-0	0,8	1
20-65-0	1	1,7
20-25-0,4	1,8	2,6
20-65-0,4	2,3	3
30-25-0	-	-
30-65-0	-	-
30-25-0,4	-	-
30-65-0,4	-	-
Membrana PP (0,45 µm)*	3,6	4
Membrana PTFE (0,45 µm)*	4,4	-
Membrana PTFE (0,2 µm)*	5,2	-

\*Membranas comerciales \*\*Máxima presión de trabajo 6 bar

Por otra parte, las membranas comerciales de PP presentaron una mayor presión de intrusión y de ruptura, con respecto a las de 20% p/p LDPE. Esto se debe a que las membranas de PP tienen un menor diámetro de poro. Para las membranas comerciales de PTFE, se encontró que estas no permean ni rompen, al igual que las membranas de 30% p/p LDPE. Esto se debe a que las membranas de PTFE son soportadas lo que las hace más resistentes mecánicamente.

### 3.3 Aplicación de las membranas en la técnica de destilación con membranas.

A partir de los resultados obtenidos de la sección 3.2 se elaboraron membranas de composición 20 y 30% p/p LDPE con 0,4% AA y temperatura de coagulación de 25°C. Las membranas de 30% p/p LDPE fueron escogidas porque presentaron el diámetro de poro (0,4  $\mu\text{m}$ ) más cercano a membranas aplicadas en MD (0,2 y 0,45  $\mu\text{m}$ ) (Barón, 2012). Las membranas con 20% p/p LDPE se seleccionaron posteriormente, ya que poseen porosidades similares (78,2%) a las membranas comerciales de PP (83,4%). Con el fin de evaluar el desempeño de las membranas elaboradas en la técnica de MD, se decidió realizar pruebas con soluciones acuosas de etanol, jarabe de glucosa, leche descremada y jugo de Asaí (fruta amazónica de potencial para la industria de alimentos). En la Tabla 5 se presentan los resultados para las pruebas en MD para 2h de experimentación.

**Tabla 5. Flux de permeado obtenido para las soluciones tratadas en MD.**

Características membranas	Solución	Flux molar total [mol.m <sup>-2</sup> .s <sup>-1</sup> ]	Flux molar etanol [mol.m <sup>-2</sup> .s <sup>-1</sup> ]	Factor de concentración
<b>Membrana 30% p/p LDPE</b> Porosidad:57,6% diámetro poro:0,4 $\mu\text{m}$ espesor:293 $\mu\text{m}$	Etanol	0,0301 $\pm$ 4,2E-02	0,0047 $\pm$ 1,87E-05	1,9 $\pm$ 1,9E-02
	Jarabe de glucosa	0,0177 $\pm$ 2,7E-03	-	-
	Leche	0,0126 $\pm$ 2,8E-04	-	-
	Jugo de Asaí	0,0036 $\pm$ 1,9E-03	-	-
<b>Membrana 20% p/p LDPE</b> Porosidad:78,2% diámetro poro:1,4 $\mu\text{m}$ espesor:171,2 $\mu\text{m}$	Etanol	0,2008	0,0281	1,7
	Jarabe de glucosa	0,0934	-	-
	Leche	0,1019	-	-
	Jugo de Asaí	0,0968	-	-

Al comparar las membranas de 20% p/p LDPE con las de 30% p/p LDPE, se presentó un aumento de 6,67, 5,27, 8,08 y 26,88 veces en el flux total, para la soluciones de etanol, jarabe de glucosa, leche y jugo de asaí, respectivamente. Esto se debe a que las membranas de 20% p/p LDPE tiene una mayor porosidad, mayor diámetro de poro y un menor espesor que las membranas de 30% p/p LDPE. Estas características disminuyen la resistencia a la transferencia de masa a través de la membrana, lo cual se ve traducido en un aumento del flux de permeado (Benavidez y Guevara, 2010). Para el caso de las soluciones etanol-agua, el factor de concentración de etanol en el permeado disminuye para las membranas de

20% p/p LDPE, ya que éstas al tener mayor porosidad y diámetro de poro disminuyen su selectividad, facilitando el paso de vapor de agua a través de la membrana.

Al comparar estos resultados con los obtenidos por Tobo (2014) utilizando jarabes de glucosa, se encontró que el flux total fue 1,84 veces mayor para las membranas preparadas a 20% p/p de LDPE y 2,87 veces menor para las membranas preparadas a 30% p/p de LDPE. Esto se atribuye a las características de las membranas de 20 y 30% p/p LDPE que se mencionaron anteriormente. Cabe resaltar que las membranas elaboradas no presentaron colmatación, contrario a lo reportado por Tobo (2014) y Barón (2012), los cuales trabajaron con jarabes de glucosa y caldos de fermentación, respectivamente.

### 3.4 Costos de elaboración de membranas de LDPE

Se quiso estimar el precio de las membranas fabricadas en el presente proyecto. En la Tabla 6 se muestra la especificación de los costos que se tuvieron en cuenta.

**Tabla 6. Costos de elaboración de membranas planas.**

<b>Costos de elaboración</b>	<b>Presente proyecto</b>	<b>Tobo (2014)</b>
Costo materia prima e insumos (\$ COP)	11 342	17 653
Mano de obra en 9 h (\$ COP)	6 183	25 025
Costo energético (\$ COP)	2 218	1 238
Depreciación de equipos (\$COP)	142	0
Costos totales de elaboración (\$ COP)	19 884	43 916
Costo de membrana circular $\varphi=5$ cm (\$ COP)	3 977	8 783
Costo por cm <sup>2</sup> (\$ COP)	203	447

Con base en lo anterior, el costo por fabricación de una membrana de LDPE de 20 x 15 cm es de \$19 884 COP. De ésta se pueden obtener un máximo de 5 membranas circulares de 5 cm de diámetro (la lámina no se aprovecha en su totalidad por la presencia de defectos de borde), así el costo por cm<sup>2</sup> de membrana es de \$203 COP; las membranas elaboradas por Tobo (2014) presentaron un costo aproximado de \$447 COP. En el mercado se pueden encontrar paquetes de 50 membranas circulares de polipropileno de 4,7 cm de

diámetro (0,2  $\mu\text{m}$  y 0,45  $\mu\text{m}$  de diámetro de poro) con un costo por paquete de \$348 000 COP, lo cual representa un costo de \$490 COP por  $\text{cm}^2$  de membrana (año 2015). Cabe resaltar que el valor estimado de las membranas elaboradas, tanto para el presente trabajo como por Tobo (2014), no incluye costos como infraestructura, rentabilidad, empaques, entre otros; haciendo que éste sea en el caso actual, inferior a las membranas comerciales. Al tener en cuenta estos costos adicionales, posiblemente el valor de las membranas de este proyecto sea mayor, por tanto es necesario seguir buscando alternativas para disminuir los costos de elaboración. Aun así, cabe resaltar que el costo de las membranas de LDPE elaboradas en este trabajo fueron 2,21 veces menor que las elaboradas por Tobo (2014). Esta disminución de los costos está relacionada con el aumento en el rendimiento de producción de membranas obtenidas por cantidad de mezcla elaborada (reducción de costos de materia prima y mano de obra).

#### 4. CONCLUSIONES

- Se llevó a cabo la elaboración de los diagramas de fase para las mezclas LDPE-AP con 0, 0,2 y 0,4% p/p AA. Estos permitieron determinar que solo el contenido de 0,4% p/p de AA genera cambios en las características de las membranas, ya que se evidencia un mayor tamaño de la zona metaestable, para el intervalo de contenido de 20 a 40% p/p LDPE. Solo los contenidos de 20 y 30% (con y sin AA) generaron membranas porosas.
- Por medio de la caracterización realizada a las membranas elaboradas se encontró que al aumentar el contenido de LDPE, se evidenció una disminución del diámetro de poro (entre 33,7 y 68,8%) y de la porosidad (de hasta 25%) y un aumento en el espesor de la membrana (de hasta 130%). Así mismo, el AA generó una disminución en el diámetro de poro (entre 19,1 y 49,7%), un aumento en el porcentaje de porosidad (entre 1 y 7,7%) y una mayor homogeneidad en la estructura porosa. Finalmente, se observó que al incrementar la temperatura de coagulación (de 25 a 65°C) el diámetro de poro aumenta entre 14,2 y 97,9%, y su porosidad disminuye entre 1,4 y 8,3%.
- Se evaluaron las membranas elaboradas para la separación de las soluciones con etanol, jarabe de glucosa, leche y jugo de Asaí (fruto tropical amazónico) por medio de la técnica MD. Donde las membranas con 20% p/p LDPE presentaron flux de hasta  $0,2 \text{ mol}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}$ ; superiores a los obtenidos con las membranas de 30% p/p LDPE, haciendo el proceso más productivo. Además por la prueba de presión de intrusión, se evidenció que las membranas con 20% p/p LDPE tienen menor resistencia mecánica que las de 30% p/p LDPE.
- Al realizar las modificaciones en el protocolo de elaboración de membranas planas (20 x 15 cm), se logró elaborar membranas con espesores entre 171-293  $\mu\text{m}$ , diámetros de poro en el intervalo de 0,7-4,1  $\mu\text{m}$  y porosidad entre 54-78%. Dicha modificación permitió obtener un mayor rendimiento en la elaboración de membranas por mezcla (9 membranas de una mezcla de 1 000 g de LDPE/AP/AA), logrando disminuir los costos de fabricación a la mitad, con respecto a las elaboradas por Tobo (2014).

## 5. RECOMENDACIONES

- ✓ Se recomienda utilizar un microscopio óptico acoplado a una placa de calentamiento Linkam TMS-91, para determinar los puntos de nube con una mayor precisión.
- ✓ Se recomienda realizar una caracterización de porosidad y diámetro de poro por medio de la técnica de porosimetría de mercurio, para obtener información sobre distribución de tamaño de poro y porosidad.
- ✓ Con el objetivo de aumentar los rendimientos en la técnica de MD, se debería trabajar en la mejora de las características mecánicas de las membranas de 20% p/p LDPE utilizando un soporte membranario o aumentar la porosidad de las membranas de 30% p/p.

## BIBLIOGRAFÍA

ADNAN, S., HOAN, M., HUANTING, W., XIE, Z. Commercial PTFE membranes for membrane distillation application: Effect of microstructure and support material. En: *Desalination*, 2012, vol. 284, p. 297-308.

ARIZA, Emiliano. Determinación del umbral de cristalización de las parafinas en el crudo del campo colorado. Bucaramanga: Universidad industrial de Santander. Escuela de Ingeniería de Petróleos, 2008.

ATKINSON, Paul., & LLOYD, Douglas. Anisotropic flat sheet membrane formation via TIPS: atmospheric convection and polymer molecular weight effects. En: *Journal of Membrane Science*, 2000, vol. 175, p. 225–238.

BARÓN, Fredy. Estudio del método de Destilación Membranaria al vacío para la extracción de etanol a partir de soluciones acuosas. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Escuela de ingeniería de Química, 2012.

BENAVIDES, Omar., & GUEVARA, César. Planteamiento de un modelo matemático para la transferencia de masa en el proceso de concentración de etanol utilizando Destilación con Membranas. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander .Escuela de ingeniería de Química, 2010.

BINSBERGEN, F.L. Heterogeneous nucleation in the crystallization of polyolefins." Part 1. Chemical and physical nature of nucleating agents. En: *Shell Research*, 1970, p. 253-267.

CAPLAN, M., CHIANG, C., LLOYD, D., YEN, L. Formation of microporous Teflon® PFA membranes via thermally induced phase separation. En: *Journal of Membrane Science*, 1997, vol.130, p. 219-237.

CUI, Z., HASSANKIADEH, N., LEE, S., LEE, J., WOO, K., SANGUINETI, A., ARCELLA, V., LEE Y.M. Poly (vinylidene fluoride) membrane preparation with an environmental diluent via thermally induced phase separation. En: *Journal of Membrane Science*, 2013, vol.444, p. 223–236.

ECOPETROL, Ecopetrol 'estira' el mercado ástico [en línea]. [http://www.ecopetrol.com.co/especiales/carta\\_petrolera119/rev\\_mercadeo.htm](http://www.ecopetrol.com.co/especiales/carta_petrolera119/rev_mercadeo.htm) [citado el 17 de diciembre de 2014]

ELYASHEVICH, G., OLIFIRENKO, A., PIMENOV, A. Micro and nanofiltration membranes on the base of porous polyethylene films. En: *Desalination*, 2005, vol.184, p. 273–279.

FEDEPALMA [en línea]. < <http://portal.fedepalma.org/pyr.htm> > [citado el 20 de diciembre de 2014].

GOZÁLVEZ, José Marcial. Fabricación de membranas de acetato de celulosa aptas para ósmosis inversa y nanofiltración mediante el método de inversión de fase. Valencia: Universidad Politécnica de Valencia, 1998.

GU, M., ZHANG, J., ZHANG, X., TAO., H., GE, L. Formation of poly (vinylidene fluoride) (PVDF) membranes via thermally induced phase separation. En: Desalination, 2006, vol.392, p.160–167.

GUNSTONE, Frank. Vegetable oils in food technology. Composition, Properties and Uses, primera edición. Reino Unido: Blackwell Publishing Ltd, 2002.

GUTIÉRREZ, Martha., & MORALES, Diego. “Síntesis y caracterización de membranas híbridas a partir de quitosán, polivinil alcohol y sílice para aplicación en deshidratación de gases”. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander, 2013.

HANKS, Patrick., & LLOYD, Douglas. Deterministic model for matrix solidification in liquid–liquid thermally induced phase separation. En: Journal of Membrane Science, 2007, vol.306, p. 125-133.

JEON, M.Y., & KIM, C.K. Phase behavior of polymer/diluent/diluent mixtures and their application to control microporous membrane structure. En: Journal of Membrane Science, 2007, vol.300, p. 172-181.

KIM, J., HWANG, J., KIM, U., KIM, S. Operation parameters of melt spinning of polypropylene hollow fiber membranes. En: Journal of Membrane Science, 1995, vol.108, p. 25-36.

LAWSON, Kevin., & LLOYD, Douglas. Membrane distillation. En: Journal of Membrane Science, 1997, vol. 124, p. 1-25.

LEE, H., MYERSON, A., LEVON, K. Nonequilibrium Liquid-Liquid Phase Separation in Crystallizable Polymer Solutions. En: Macromolecules, 1992, vol.25, p. 4002-4010.

LIANG, H., WU, Q., WAN, L., HUANG, X., XU, Z. Polar polymer membranes via thermally induced phase separation using a universal crystallizable diluent. En: Journal of Membrane Science, 2013, vol.446, p. 482-491

LIM, Gordon., & LLOYD, Douglas. Non–Isothermal Crystallization of Isotactic Polypropylene in Dotriacontane. I: Effects of Dilution, Cooling Rate, and Nucleating Agent Addition on Overall Crystallization Kinetics. En: Polymer Engineering and Science, 1993, vol.33, p. 529-536.

LIU, J., LU, X., WU, C., ZHAO, C. Effect of preparation conditions on the morphology, polymorphism and mechanical properties of polyvinylidene

fluoride membranes formed via thermally induced phase separation. En: Journal Polymer Research, 2013, vol.321.p. 1-10.

LIU, S., ZHOU, C., YU, W. Phase separation and structure control in ultra-high molecular weight polyethylene microporous membrane. En: Journal of Membrane Science, 2011, vol. 379, p. 268– 278.

LUO, B., ZHANG, J., WANG, X., ZHOU, Y., WEN, J. Effects of nucleating agents and extractants on the structure of polypropylene microporous membranes via thermally induced phase separation. En: Desalination, 2006, vol.192, p.142-150.

MATSUYAMA, H. Kim, M., Lloyd, D. Effect of extraction and drying on the structure of microporous polyethylene membranes prepared via thermally induced phase separation. En: Journal of Membrane Science, 2002, vol.204, p. 413–419.

MATSUYAMA, H., BERGHMANS, S., BATARSEH, M., LLOYD, D. Effects of thermal history on anisotropic and asymmetric membranes formed by thermally induced phase separation. En: Journal of Membrane Science, 1998, vol.142, p. 27-42.

MATSUYAMA, H., BERGHMANS, S., LLOYD, D. Formation of anisotropic membranes via thermally induced phase separation. En: Polymer, 1999, vol. 40. p. 2289–2301.

MATSUYAMA, H., MAKI, T., TERAMOTO, M., ASANO, K. Effect of polypropylene molecular weight on porous membrane formation by thermally induced phase separation. En: Journal of Membrane Science, 2002, vol. 204, p. 323–328.

MATSUYAMA, H., OKAFUJI, H., MAKIB, T., TERAMOTO, M., KUBOTA, N. Preparation of polyethylene hollow fiber membrane via thermally induced phase separation. En: Journal of Membrane Science, 2003, vol.223, p. 119–126.

MCGUIRE, K., LLOYD, D., LIM, G. Microporous membrane formation via thermally-induced phase separation. VII. Effect of dilution, cooling rate, and nucleating agent addition on morphology. En: Journal of Membrane Science, 1993, vol.79, p. 27-34.

MULDER, Malcer. Basic Principles of Membrane Technology, segunda edición. Holanda: Kluwer Academic Publishers, 1996.

PARK, Jung., & KIM, C. K. Fabrication of polyethylene microporous membranes using triethylolpropane tris(2-ethylhexanoate) as a novel diluent by a thermally induced phase separation process. En: Journal of Membrane Science, 2013, vol.449, p. 127–135.

PINNAU, Ingo., & FREEMAN, Benny. Membrane Formation and Modification, primera edición. Estados Unidos: American Chemical Society, 2000.

PORTER, Mark. Handbook of Industrial Membrane Technology, primera edición. Estados Unidos: Noyes Publications, 1990.

PRIMO, Eduardo. Química orgánica básica y aplicada de la molécula a la industria Tomo I, primera edición. España: Editorial Reverté S.A., 1996.

RAMASWAMY, S., GREENBERG, A., KRANTZ, W. Fabrication of poly (ECTFE) membranes via thermally induced phase separation. En: Journal of Membrane Science, 2002, vol.210. p. 175-180.

ROH, J., RAMASWAMY, S., KRANTZ, W., GREENBERG, A. Poly (ethylene chlorotrifluoroethylene) membrane formation via thermally induced phase separation (TIPS). En: Journal of Membrane Science, 2010, vol.362, p. 211-220.

ROH, S., PARK, M., YOO, S., KIM, C. Changes in microporous structure of polyethylene membrane fabricated from PE/PTMG/paraffin ternary mixtures. En: Journal of Membrane Science, 2012, vol.411, p. 201.

SAFFARINI, R., ARAFAT, H., THOMAS, R. Influence of pore structure on membrane wettability in membrane distillation. The Sixth Jordan International Chemical Engineering Conference, 2012.

SONG, Z., XING, M., ZHANG, J., LI, B., WANG, S. Determination of phase diagram of a ternary PVDF/c-BL/DOP system in TIPS process and its application in preparing hollow fiber membranes for membrane distillation. En: Separation and Purification Technology, 2012, vol.90, p. 221–230.

TANG, N., JIA, Q., ZHANG, H., LI, J., CAO, S. Preparation and morphological characterization of narrow pore size distributed polypropylene hydrophobic membranes for vacuum membrane distillation via thermally induced phase separation. En: Desalination, 2010, vol.256, p. 27–36.

TOBO, Oscar. Estudio para la elaboración de membranas planas de polietileno por el método TIPS usando aceite de palma como solvente. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Escuela de ingeniería Química, 2014.

WU, Q., WAN, L., XU, Z. Structure and performance of polyacrylonitrile membranes prepared via thermally induced phase separation. En: Journal of Membrane Science, 2012, vol.409– 410, p. 355– 364.

YUN, Q., LIU, B., LI, M., WAN, L., XU, Z. Polyacrylonitrile membranes via thermally induced phase separation: Effects of polyethylene glycol with

different molecular weights. En: Journal of Membrane Science, 2013, vol.437, p. 227-236.

ZHANG, C., BAI, Y., SUN, Y., GU, J., XU, Y. Preparation of hydrophilic HDPE porous membranes via thermally induced phase separation by blending of amphiphilic PE-b-PEG copolymer. En: Journal of Membrane Science, 2010. Vol.365, p. 216-224.

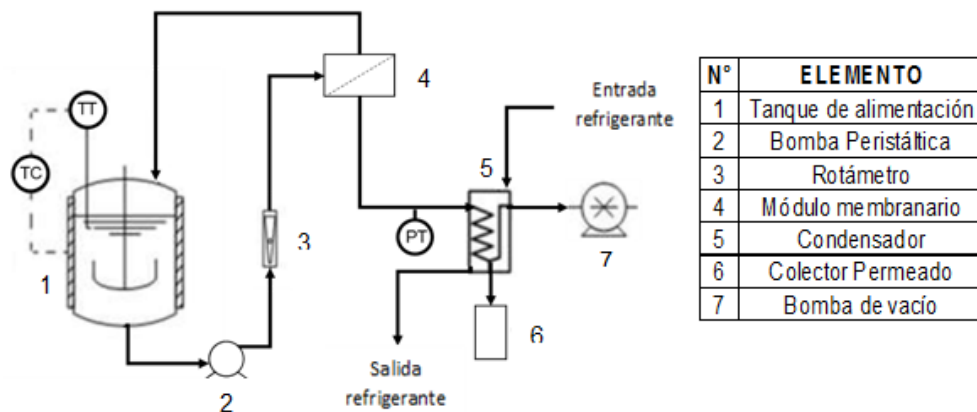
ZHANG, H., ZHOU, J., ZHANG, X., WANG, H., ZHONG, W., DU, Q. High density polyethylene-grafted-maleic anhydride low-k porous films prepared via thermally induced phase separation. En: European Polymer Journal, 2008, vol.44, p. 1095–1101.

## ANEXOS

### ANEXO A. Piloto de destilación con membranas al vacío

Las pruebas de aplicación de las membranas elaboradas fueron realizadas en el piloto que se muestra en la Figura 13 (diseñado por Barón, 2012).

Figura 13. Diagrama del piloto de destilación con membranas al vacío.



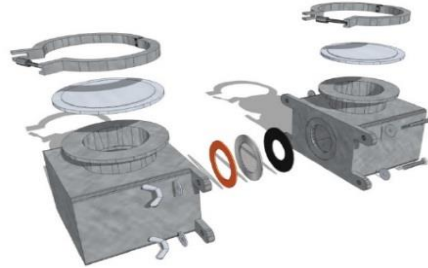
Fuente: Barón, 2012.

La solución a tratar se alimenta al módulo membranario (4) (diámetro efectivo: 3,45 cm), por medio de una bomba peristáltica (2), a 0,6 gpm desde un tanque de alimentación (1) (Tobo, 2014). El permeado (fase vapor) es dirigido hacia el condensador (5) por medio de una bomba de vacío (7) y es acumulado en una trampa (6) acoplada al condensador (5).

## ANEXO B. Montaje prueba de permeabilidad de vapor de agua

En la siguiente Figura 14 se muestra el montaje usado para determinar el flux másico de las membranas elaboradas

**Figura 14. Montaje prueba de permeabilidad de vapor de agua.**



Fuente: Gutiérrez y Morales, 2013.

Este sistema consta de dos celdas en acero inoxidable de igual volumen ( $1591,2 \text{ cm}^3$ ) comunicados entre sí por un orificio de  $19,63 \text{ cm}^2$  de área. En la celda del permeado y del alimento se colocó sílice por 12 h, para reducir la humedad del sistema (humedad relativa  $<10\%$ ), y luego en la celda del alimento se introdujo agua destilada para saturarla con vapor de agua. Se tomaron medidas de humedad relativa y temperatura de bulbo seco cada 15 min en ambas celdas con ayuda de un termohigrómetro digital DT321S marca BRIXCO durante 30 min (Tobo, 2014).