



UNIVERSITAT  
POLITÈCNICA  
DE VALÈNCIA

**DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA NUCLEAR**

**MASTER UNIVERSITARIO EN SEGURIDAD INDUSTRIAL Y MEDIO  
AMBIENTE.**

**TRABAJO FIN DE MASTER:**

**“Influencia de la salinidad sobre la eliminación de color en  
aguas textiles mediante nanofiltración”**

**ELABORADO POR:**

**Diego Santiago Vallejo Salgado**

**DIRIGIDO POR:**

**Dra. Beatriz Cuartas Uribe**

**Dra. Alicia Iborra Clar**

## **AGRADECIMIENTO**

En primer lugar quiero expresar mi agradecimiento a Dios, por poner esta oportunidad de vivir una gran experiencia en un país con gran calidad intelectual y cultural como es España, y a mis padres que con su apoyo, que recibo día a día todo esto es posible.

En segundo lugar y no menos importante, mi cordial agradecimiento a mis tutoras de este trabajo fin de master, Beatriz Cuartas y Alicia Iborra, que gracias a ellas he logrado sacar adelante el presente trabajo, me han brindado su ayuda incondicional y sus vastos conocimientos, a pesar de la gran cantidad de ocupaciones que tienen que realizar, son dos grandes y excelentes mujeres. También agradezco a cada uno de los participantes de este programa de master, que brindan conocimientos y experiencias muy útiles para el futuro de los estudiantes que se gradúen del mismo.

Por ultimo a mi familia que radica en este país y esta hermosa ciudad de Valencia, que me han abierto las puertas de su hogar y brindado todo el cariño que una persona se puede imaginar.

## **RESUMEN DEL TRABAJO FINAL DE MASTER**

La industria textil es uno de los sectores más antiguos y complejos dentro de las industrias manufactureras, este sector consta de numerosos subsectores que abarcan todo el ciclo de producción, desde las materias primas que en su mayoría son las fibras artificiales y los productos semiprocesados, hasta llegar a los productos finales. El principal problema ambiental que tiene el sector textil radica en las aguas residuales que genera y en la carga química que las mismas contienen, y también los problemas que puede causar un agua con alta carga de color.

Por esta razón el presente trabajo se enfoca en el tratamiento de aguas residuales que poseen gran cantidad de color y conductividad mediante un proceso de membranas de Nanofiltración.

Se realizó un proceso experimental en el cual se trata un efluente sintético que simula a un tipo agua residual textil, el cual tiene una concentración fija de colorante Remazol azul, y una variación de concentración de sal. Los resultados de los ensayos indican que la membrana de NF tiene gran capacidad de remoción del colorante de un 99%, y que no se ve afectado por la presencia de la sal en ningún momento, la remoción de la sal es de un 25% aproximadamente, por lo que puede decirse que la membrana de NF se puede utilizar para lograr una separación entre el colorante y las sales presentes en un agua residual de la industria textil, pudiendo sacar grandes beneficios como por ejemplo la recuperación de un colorante o la reutilización de un efluente.

## **ABSTRACT**

The textile industry is one of the oldest and most complex sectors, it consists of numerous subsectors that cover the entire production cycle, from raw materials that are mostly artificial fibers and semi-processed products, to final products. The main environmental problem that the textile sector has is the wastewater that it generates and the chemical load that it contains, and the problems that a water with a high color load can cause.

For this reason, the present work focuses on the treatment of wastewater that has a large amount of color and conductivity through a Nanofiltration membrane process.

An experimental process was carried out in which a synthetic effluent is treated that simulates a wastewater textile type, which has a fixed concentration of blue Remazol dye, and a variation of salt concentration. The results of the tests indicate that the NF membrane has a great 99% dye removal capacity, and that it is not affected by the presence of the salt at any time, the removal of the salt is approximately 25%, so it can be said that the membrane of NF can be used to achieve a separation between the dye and the salts present in a wastewater of the textile industry, being able to obtain great benefits such as the recovery of a dye or the reuse of an effluent

## INDICE DE CONTENIDO

### Contenido

<b>Capítulo 1 Introducción, Objetivos y Justificación.</b> .....	<b>1</b>
1.1    Introducción .....	1
1.2    Objetivos.....	3
1.2.1    Objetivo General.....	3
1.2.2    Objetivos Específicos .....	3
1.3    Justificación .....	3
<b>Capítulo 2 Marco Teórico.</b> .....	<b>4</b>
2.1    Industria Textil .....	4
2.1.1    Situación a nivel europeo .....	4
2.1.2    Problemas medioambientales .....	7
2.1.3    Tintura .....	10
2.2    Tratamiento de aguas residuales.....	14
2.2.1    Tratamiento en plantas de fangos activados de carga reducida.....	14
2.2.2    Tratamiento combinado Biológico, Químico y Físico.....	15
2.2.3    Tratamiento anaeróbico de las pastas de estampación y de los baños de tintura .....	15
2.2.4    Tratamiento de determinados efluentes no biodegradables con oxidación química..	16
2.2.5    Tratamiento mediante floculación/precipitación .....	16
2.3    Tratamiento con tecnología de membranas.....	16
2.3.1    Características de un proceso de membrana .....	18
2.3.2    Clasificación de los procesos de membrana .....	20
2.3.3    Materiales y configuración de membranas .....	23
2.3.4    Tecnología de membranas en la industria textil .....	24
<b>Capítulo 3 Procedimiento Experimental</b> .....	<b>28</b>
3.1    Descripción de la Planta Piloto. ....	28
3.2    Descripción de la membrana de Nanofiltración. ....	30
3.3    Preparación y caracterización de la disolución alimento.....	31
3.4    Ensayos experimentales. ....	31
3.4.1    Ensayo de Permeabilidad.....	31
3.4.2    Ensayos con disolución alimento .....	32
3.4.3    Ensayo de larga duración.....	33
3.4.4    Protocolo de limpieza. ....	33
3.5    Métodos analíticos. ....	34
3.5.1    Determinación de retención de sales. ....	34

3.5.2	Determinación del índice de rechazo al color.....	35
3.5.3	Determinación de la DQO.....	35
3.5.4	Análisis de resultados con el Software Statgraphics .....	36
<b>Capítulo 4 Resultados.....</b>		<b>37</b>
4.1	Caracterización de la Membrana de Nanofiltración. ....	37
4.2	. Ensayos con el diseño de experimentos. ....	38
4.2.1	Densidad de flujo de permeado $J_p$ (L/m <sup>2</sup> h). ....	39
4.2.2	Índice de rechazo (IR). ....	41
4.3	Análisis estadístico.....	44
4.4	Ensayo de larga duración.....	50
4.5	Recuperación de la densidad de flujo de permeado. ....	52
<b>Capítulo 5 Conclusiones. ....</b>		<b>53</b>
<b>Capítulo 6 Bibliografía .....</b>		<b>54</b>
<b>Capítulo 7 Anexos.....</b>		<b>57</b>
7.1	Ficha técnica de la membrana de Nanofiltración .....	57

## INDICE DE FIGURAS

<i>Figura 2.1. Procesos Básicos de la Industria Textil [6].</i>	6
<i>Figura 2.2 Separación mediante tecnología de membrana [12].</i>	17
<i>Figura 2.3. Tipos de membranas con presión como fuerza impulsora [12].</i>	21
<i>Figura 2.4 Circuito de recuperación de agua y sustancias valiosas [19].</i>	25
<i>Figura 2.5 Reducción de la demanda química de oxígeno. [19].</i>	26
<i>Figura 2.6 Resultados experimentales de flux, rechazo al colorante y rechazo a la sal, con diferentes membranas.</i>	27
<i>Figura 3.1 Esquema de la Planta Piloto.</i>	28
<i>Figura 3.2 Planta piloto de Nanofiltración.</i>	29
<i>Figura 3.3. Recorte de la Membrana NF 2540 Duraslick que se utiliza en la planta piloto.</i>	30
<i>Figura 3.4 Toma de muestras de alimento (a) y permeado (b).</i>	33
<i>Figura 3.5 Conductímetro (Ehta OHM) usado en los ensayos.</i>	34
<i>Figura 3.6 Lectura de DQO, espectrofotómetro NOVA.</i>	35
<i>Figura 4.1 Evolución de JP (L/m<sup>2</sup>h) con respecto a ΔP (bar). Primer ensayo (a), segundo ensayo (b) y tercer ensayo (c).</i>	37
<i>Figura 4.2. Evolución de Jp frente al aumento de la presión de permeado de los ensayos solo con colorante.</i>	39
<i>Figura 4.3 Efecto de la presión sobre Jp.</i>	40
<i>Figura 4.4. Efecto de la concentración de sal sobre Jp.</i>	40
<i>Figura 4.5 Rechazo al color y a las sales presentes en el alimento A1.</i>	41
<i>Figura 4.6 Efecto de la presión sobre (a) rechazo al color y (b) rechazo a la sal.</i>	42
<i>Figura 4.7 Efecto de la concentración de sal sobre (a) rechazo al color y (b) rechazo a la sal.</i>	43
<i>Figura 4.8 Aspecto de la disolución alimento y permeado tras la finalización de los ensayos.</i>	44
<i>Figura 4.9 Diagrama de Pareto para Jp.</i>	45
<i>Figura 4.10 Grafica de efectos principales para JP.</i>	46
<i>Figura 4.11 Superficie de respuesta estimada.</i>	46
<i>Figura 4.12 Diagrama de Pareto para el índice de rechazo al color.</i>	47
<i>Figura 4.13. Grafica de efectos principales para IR color.</i>	48
<i>Figura 4.14. Superficie de respuesta estimada para IR color.</i>	48
<i>Figura 4.15. Diagrama de Pareto para IR sal.</i>	49
<i>Figura 4.16. Grafica de efectos principales para IR sal.</i>	49
<i>Figura 4.17. Superficie de respuesta estimada para IR sal.</i>	50
<i>Figura 4.18 Evolución de Jp con respecto al tiempo.</i>	51
<i>Figura 4.19 Evolución del rechazo al colorante y la sal con respecto al tiempo.</i>	52

## INDICE DE TABLAS

<i>Tabla 2.1 Descripción de las emisiones típicas generadas en los procesos de tintura [1].</i>	11
<i>Tabla 2.2 Colorantes tóxicos y/o alergénicos [1].</i>	12
<i>Tabla 2.3. Características de los aditivos [1].</i>	13
<i>Tabla 2.4. Características del tratamiento por fangos activados [1].</i>	15
<i>Tabla 2.5 Características de los procesos de membranas.</i>	18
<i>Tabla 3.1 Características de la membrana NF Duraslick.</i>	30
<i>Tabla 3.2. Ensayos planteados para la realización del trabajo de fin de master.</i>	31
<i>Tabla 4.1. Resultados de <math>J_p</math> y rechazos de todos los ensayos de experimento.</i>	38
<i>Tabla 4.2 Resultados del análisis espectrofotométrico de las muestras de los ensayos con colorante.</i>	41
<i>Tabla 4.3 Resultados del análisis de DQO.</i>	43
<i>Tabla 4.4 Errores estándar basados en el error total con 8 g.l.</i>	45
<i>Tabla 4.5 Resultados ensayo de larga duración.</i>	51
<i>Tabla 4.6 Factor de Recuperación (FR) de la densidad de flujo de permeado tras los ensayos.</i>	52



## Capítulo 1 Introducción, Objetivos y Justificación.

En este capítulo en primer lugar se realiza una breve introducción, que habla sobre el sector textil, en especial sobre las aguas residuales que son resultado de sus procesos de producción y los posibles tratamientos que se pueden aplicar a esos efluentes, en especial los tratamientos con tecnologías de membrana; como segundo punto se da a conocer los objetivos planteados en este trabajo fin de master (TFM); por último se muestra la justificación que tiene la realización del presente trabajo.

### 1.1 Introducción

La industria textil es uno de los sectores más antiguos y complejos dentro de las industrias manufactureras. Su complejidad reside en el hecho de que se trata de un sector muy fragmentado y heterogéneo, y formado principalmente por pequeñas y medianas empresas, algunas de ellas muy especializadas en procesos concretos. [1]

El sector textil consta de numerosos subsectores que abarcan todo el ciclo de producción, desde las materias primas que en su mayoría son las fibras artificiales y los productos semiprocesados como artículos de hilo y tejidos, hasta llegar a los productos finales como por ejemplo alfombras, ropa de hogar, ropa de confección y artículos textiles de uso industrial.

El principal problema ambiental que tiene el sector textil radica en las aguas residuales que genera y en la carga química que las mismas contienen. Otros problemas importantes son el consumo de agua, las emisiones atmosféricas, los residuos sólidos y los malos olores, que pueden resultar muy molestos en determinados tratamientos. [2]

El presente trabajo se enfoca en las aguas residuales que poseen gran cantidad de color y conductividad, y los efluentes con estas principales características se generan en el proceso de tintura. Las sustancias contaminantes de las aguas pueden tener su origen en los propios tintes (como la toxicidad acuática, los metales o el color), en los productos auxiliares que contiene la formulación del tinte (como agentes dispersantes o antiespumantes, etc.), en los productos químicos y auxiliares básicos que se utilizan en los procesos de tintura (como álcalis, sales, agentes reductores y oxidantes, etc.) y en los contaminantes residuales presentes en la fibra (como residuos de plaguicidas en la lana o acabados de hilado en las fibras sintéticas). Los niveles de emisión y consumo están muy relacionados con el tipo de fibra, su composición, las máquinas utilizadas y la técnica de tintura. [3]

Una de las técnicas utilizadas de tintura es la discontinua, donde los niveles de concentración sufren notables variaciones a lo largo del proceso. Por regla general, los mayores niveles de concentración se encuentran en los baños de tinte usados, es habitual hallar valores muy superiores a 5.000 mg DQO/l. La aportación de los auxiliares de tinte por ejemplo, agentes dispersantes y niveladores, a la carga de DQO es especialmente notable en la tintura con colorantes de tina o dispersos. Operaciones

como el enjabonado, el tratamiento posterior reductivo y el suavizante también están relacionados con valores de DQO elevados. Las concentraciones presentes en los baños de lavado son entre 10 y 100 veces menores que en el baño de tinte agotado y el consumo de agua es de 2 a 5 veces mayor que en el proceso de tintura propiamente dicho.

En la tintura continua y semicontinua, el consumo de agua es menor que en los procesos de tintura discontinua, pero el vertido de licores de tinte residuales altamente concentrados puede acarrear una mayor carga contaminante si se procesa el material en pequeñas series, la DQO imputable a los tintes puede ser del orden de 2-200 g/l.

Lo anterior obliga a las industrias a implantar algún tipo de tratamiento a sus aguas residuales para conseguir los niveles de vertido exigidos por ley, que son cada vez más exigentes en lo que respecta a los valores de vertido apropiados, por esta razón las empresas se ven obligadas a instalar tratamientos adicionales a los que ya poseen, y una gran alternativa son los procesos de membrana. [4]

Las tecnologías de membrana abarca diferentes modos de operación, en las que se emplean membranas semipermeables para la separación, concentración o fraccionamiento de partículas en disolución. Esta tecnología basa la separación, principalmente, en el tamaño molecular y en menor medida en la forma y la carga, así como en el modelo de disolución-difusión. Existen cuatro tipos de procesos que utilizan la presión como fuerza impulsora, que son la microfiltración, ultrafiltración, nanofiltración y ósmosis inversa.

Para la realización de este trabajo se va a utilizar un proceso de nanofiltración, este proceso comparte características entre la ultrafiltración y la ósmosis inversa, la separación ocurre debido al fenómenos de disolución-difusión, estas membranas trabajan en un rango de presiones entre 5 y 25 bar, retienen compuestos de tamaño comprendido entre 1 y 10 nm, corresponden a compuestos orgánicos de relativamente bajo peso molecular y sustancias de unos 200 a 1000 Dalton, puede retener cationes divalentes, pero permite el paso de los monovalentes, también con sustancias con tamaños menores a 1 nm que corresponden a sales no es tan efectivo este proceso, por lo que para la retención de sales se aplican otros procesos como la ósmosis inversa. [3-4]

Por todo lo anterior mencionado, el presente trabajo estudia la influencia de sales en la eliminación de color de aguas residuales de la industria textil si se trata mediante un proceso de membranas de nanofiltración, y de esta manera determinar si la tecnología de membranas de nanofiltración sería efectiva como un tratamiento adicional de los efluentes de esta industria y lograr mejores resultados en el tratamiento de las aguas residuales específicamente provenientes de los procesos de tintura del sector textil.

## 1.2 Objetivos

### 1.2.1 Objetivo General

El objetivo general del presente trabajo es ver la influencia de la salinidad en la eliminación de un colorante presente en un efluente que simula un agua residual de la industria textil, mediante un proceso con membranas de Nanofiltración.

### 1.2.2 Objetivos Específicos

- Desarrollar un procedimiento experimental para la eliminación de color de un efluente con alta conductividad.
- Evaluar la capacidad de la membrana de nanofiltración en la retención de un colorante hidrosoluble.
- Analizar el efecto de la presencia de las sales en la retención del colorante.
- Realizar un estudio comparativo del comportamiento de la membrana de nanofiltración entre la eliminación de sal y la eliminación del colorante.
- Determinar la viabilidad técnica de la membrana de nanofiltración ensayada para la separación de la sal del colorante en un efluente textil coloreado.
- Obtener una corriente de rechazo concentrado en colorante y con la mínima concentración en sales, para su posible reutilizar en el baño de tintura.

## 1.3 Justificación

El sector textil constituye una de las cadenas industriales más largas y complicadas. Se trata de un sector fragmentado y heterogéneo que provoca varios impactos medioambientales, los problemas más importantes son el consumo de agua y generación de aguas residuales, las emisiones atmosféricas, los residuos sólidos y los malos olores, que pueden resultar muy molestos en determinados tratamientos.

De todos ellos, posiblemente el que genera una mayor incidencia ambiental sobre el medio es el consumo de agua y generación de aguas residuales, dado que son numerosos los procesos que requieren importantes consumos de agua, así como los que pueden generar efluentes con elevadas cargas contaminantes, principalmente los procesos de tintura y limpieza del producto.

Sabiendo todos los problemas medioambientales que estas aguas residuales pueden causar, los niveles de calidad de los vertidos impuestos por la ley a este sector, son cada vez más exigentes, esto obliga a las industrias a implementar algún tipo de tratamiento adicional a los convencionales para tratar sus aguas residuales, y una gran alternativa son los procesos de membrana. Esto motiva la realización de estudios que involucren tecnología de membranas en el caso de este trabajo específicamente de nanofiltración para la eliminación de color de estas aguas residuales y ver que influencia pueda tener la diferencia de concentraciones de sales en las mismas.

## Capítulo 2 Marco Teórico.

### 2.1 Industria Textil

#### 2.1.1 Situación a nivel europeo

El sector textil constituye una de las cadenas industriales más largas y complicadas. Se trata de un sector fragmentado y heterogéneo en el que predominan las PYME (pequeña y mediana empresa) y cuya demanda tiene su origen sobre todo en tres usos finales: confección, ropa de hogar y aplicaciones industriales.

Tanto el sector textil como el de la confección están compuestos por un gran número de subsectores que cubren todo el ciclo productivo, desde la producción de materias primas y productos intermedios, hasta la elaboración de los productos finales.

Uno de los factores a los que se debe la complejidad del sector textil es la gran cantidad de materias primas que se utilizan en la preparación de las fibras (algodón, lana, seda, lino, materiales sintéticos, etc.), así como la diversidad de procesos de producción existentes para su manipulación. [5] Así, dentro del sector textil se pueden establecer los siguientes subsectores:

- Hilo y fibra
- Tejido
- Acabado de tejido
- Productos de menaje
- Tejidos industriales y otros
- Material de punto y complementos.

Los datos macroeconómicos del sector que corresponden a los Estados miembros de la Unión Europea, referidos al año 2002, establecen, según el Consejo Intertextil Español, una facturación de 186.400 millones de euros y empleo para 2.012.500 trabajadores, siendo el subsector de la confección el que genera más empleo.

La actividad textil en Europa se concentra fundamentalmente en cinco países: Italia, Alemania, Reino Unido, Francia y España. Estos países abarcan aproximadamente el 80% de la industria textil comunitaria, y alcanzan una facturación de 149.120 millones de euros. [6-7]

En lo que se refiere a España, la industria textil está compuesta principalmente por PYMES, generalmente de origen familiar y de capital nacional. [6]

Si bien es cierto que la industria textil se encuentra distribuida por todo el territorio nacional, hay que hacer referencia a la concentración de actividad en el litoral mediterráneo, principalmente en Cataluña y la Comunidad Valenciana. No obstante, cabe destacar el reciente desarrollo del sector en otras comunidades autónomas como son Castilla La Mancha, Andalucía y Galicia.

Al igual que en el ámbito europeo, el sector textil español, en general, se encuentra en un periodo de transición, en el que determinados subsectores industriales han desplazado sus actividades a otras zonas geográficas en busca, principalmente, de una

reducción de costes, así como, en ocasiones, de una mayor permisividad legislativa. Los países que se han incorporado en mayor medida al mercado son China, India y Pakistán, así como países del este de Europa.

Por todos los subsectores existentes en la industria textil, debe hacerse una breve referencia a dos subsectores considerados, a nivel europeo, como los más representativos desde un punto de vista medioambiental. Estos son: lavado de lana y acabados.

- Lavado de lana

A nivel europeo, el subsector de la lana se articula en dos sistemas productivos diferentes: cardado y peinado. En ambos sistemas, la lana debe someterse a diferentes procesos de limpieza:

- En el sistema de cardado, por lo general sólo se limpia la lana mecánicamente, con el objetivo de poder mezclarla antes de entregarla al cliente
- En el sistema de peinado se incluye el lavado, el cardado y el peinado de la lana, y el producto resultante se denomina top. Este producto se utiliza para la fabricación de alfombras y moquetas.

En Europa, gran parte de la lana procede del esquilado de animales y de los mataderos; las actividades de lavado, cardado y peinado de lana se realizan habitualmente mediante agrupaciones o asociaciones constituidas por los propios productores. No obstante, en algunos países como el Reino Unido o Italia, estas actividades son realizadas también por empresas privadas.

- Acabados

El acabado textil tiene por objeto aportar al tejido las propiedades visuales, estéticas y físicas necesarias para su uso. Los procesos principales son: blanqueo, tintura, estampación, cortado y diversos tipos de acabados.

Habitualmente, los procesos de acabado textil se combinan con procesos de manufactura, los cuales confieren al producto final sus características particulares.

Existen numerosos procesos de acabado en función del tipo de tejido que tratar, diferenciando entre prendas de vestir, tejidos del hogar y tejidos de tipo técnico o industrial. Así, se pueden distinguir entre:

- Tintura de hilo
- Tintura de tejido
- Estampación
- Procesos integrados, incorporando hilado o trenzado, más el acabado.

A nivel europeo, el volumen de negocio del sector del acabado fue en el año 2000, y según EURATEX, de 11.000 millones de euros, proporcionando 117.000 puestos de trabajo. Italia es el país europeo con mayor producción, con cerca de 36.000 t, seguido de Alemania y Francia, con 14.000 y 13.000 t respectivamente. La producción de España, en quinto lugar, fue de unas 9.000 t. [7]

En España, la mayoría de la actividad de acabados se ubica en el litoral mediterráneo, en concreto, en Cataluña y la Comunidad Valenciana.

La figura 2.1, nos muestra un esquema simplificado de los procesos básicos en la cadena de la industria textil.

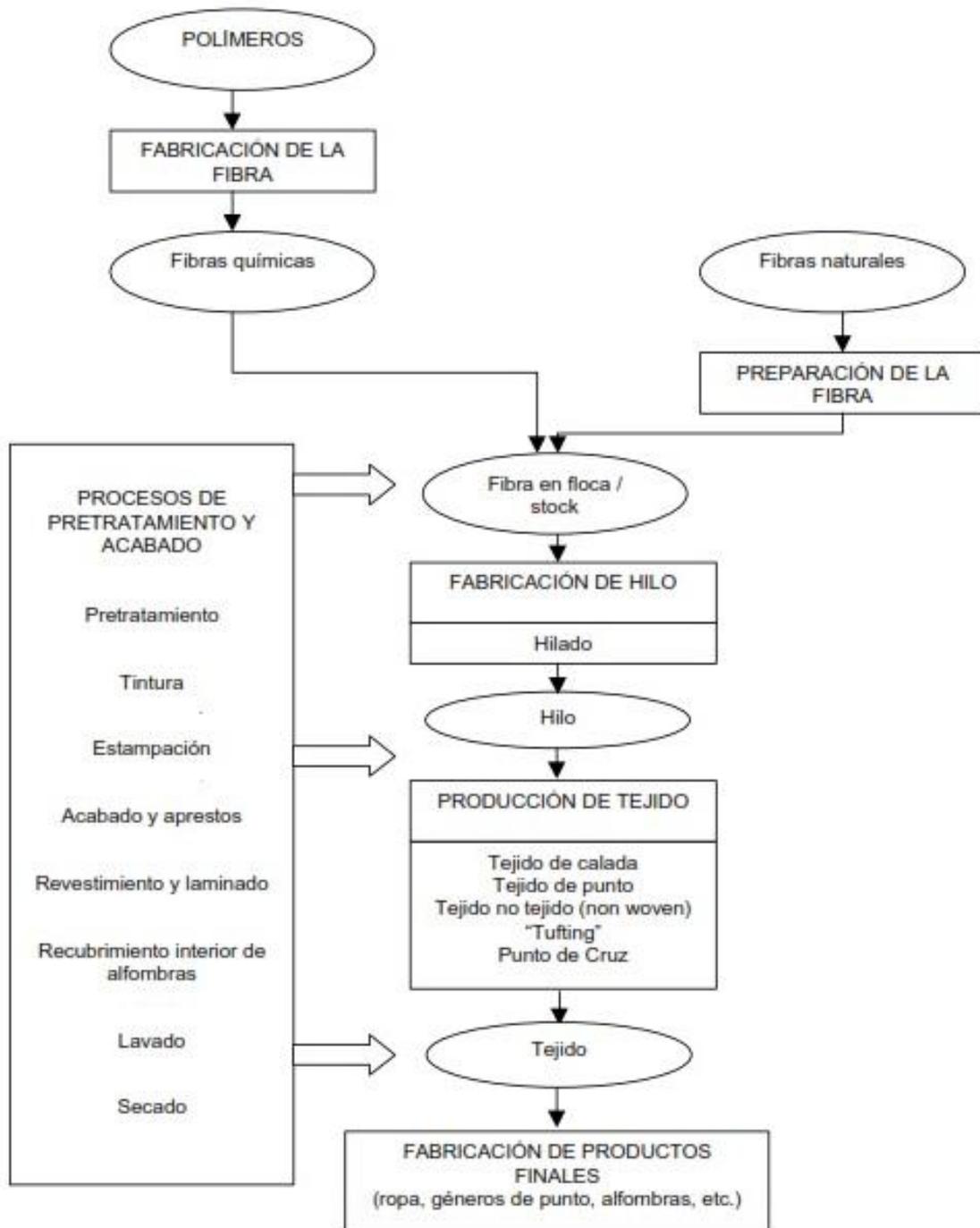


Figura 2.1. Procesos Básicos de la Industria Textil [8]

### 2.1.2 Problemas medioambientales

Los principales impactos medioambientales generados en la industria textil son los siguientes:

- Emisiones atmosféricas
- Consumo de agua y generación de aguas residuales
- Generación de residuos
- Consumo de energía.

Las emisiones atmosféricas suelen recogerse en su punto de origen. Como hace tiempo que están sometidas a control en distintos países, existen datos históricos precisos de las emisiones atmosféricas generadas por procesos específicos. No es el caso de las emisiones acuosas. Los diversos flujos procedentes de los distintos procesos se mezclan y producen un efluente final cuyas características son consecuencia de una compleja combinación de factores, como los tipos de fibras y composiciones procesadas, las técnicas aplicadas y los tipos de productos químicos y auxiliares utilizados. [9]

Como apenas hay datos disponibles en relación con las aguas residuales generadas por procesos específicos, se ha optado por establecer categorías muy concretas de fábricas textiles y realizar comparaciones de flujos totales entre fábricas pertenecientes a la misma categoría. Este sistema permite realizar una valoración preliminar aproximada, gracias a la cual es posible verificar los datos disponibles y detectar diferencias macroscópicas entre las distintas actividades mediante la comparación de niveles de emisión y consumo específicos. Por lo tanto, se recogen diversas consideraciones sobre insumos y producción de varias categorías de fábricas, partiendo de una visión general de los flujos totales para llegar a un análisis más detallado de cada proceso si se dispone de datos al respecto. Este resumen recoge las principales conclusiones alcanzadas en relación con algunos procesos de particular importancia.

El descrudado de la lana con agua genera un efluente con un elevado contenido de materia orgánica (2-15 l/kg de lana grasa a razón de 150-500 g DQO/kg de lana) y cantidades variables de microcontaminantes debido a los plaguicidas aplicados al ovino. Los plaguicidas más comunes son los organofosforados, los piretroides sintéticos y los insecticidas reguladores del crecimiento. Todavía se encuentran plaguicidas organoclorados en la lana de algunos países productores. [10]

Un gran porcentaje de la carga total de emisión de las actividades de la industria textil es imputable a sustancias que ya están en la materia prima antes de entrar en el proceso de acabado (por ejemplo, impurezas y materiales afines para fibras naturales, agentes de preparación, lubricantes de hilatura, agentes de encolado, etc.). Todas estas sustancias suelen eliminarse de la fibra durante el proceso de tratamiento previo al tinte y al acabado. La eliminación de productos auxiliares como los lubricantes de hilatura, los aceites de tricotado y los agentes de preparación mediante tratamiento húmedo pueden generar vertidos, no sólo de sustancias orgánicas poco biodegradables como los aceites minerales, sino también de compuestos peligrosos como los hidrocarburos poliaromáticos, los alquifenoletoxilatos (APEO) y los biocidas. Las cargas típicas de DQO

son del orden de 40-80 g por kg de fibra. Cuando el sustrato se somete a un proceso seco (termofijado) antes del lavado, los productos auxiliares presentes en el sustrato pasan al aire (los compuestos a base de aceites minerales tienen unos factores de emisión típicos de 10-16 g C/kg).

El agua de lavado procedente del proceso de descolado de los tejidos de algodón y mezcla de algodón puede contener un 70% de la carga total de DQO que lleva el efluente final. El factor de emisión puede ser muy bien del orden de 95 g DQO/kg de tejido, con concentraciones de DQO a menudo superiores a los 20.000 mg DQO/l.

El blanqueado con hipoclorito sódico da lugar a reacciones secundarias que forman compuestos organohalogenados (triclorometano en su mayor parte), que normalmente se cuantifican con el parámetro AOX. En la aplicación combinada de hipoclorito (1º paso) y peróxido de hidrógeno (2º paso), se observan valores de 90-100 mg Cl/l de AOX en el baño blanqueador de NaClO usado.

En el baño blanqueador de H<sub>2</sub>O usado todavía se detectan concentraciones de hasta 6 mg Cl/l, debido al arrastre del sustrato del baño anterior.

La cantidad de AOX que se forma durante el blanqueado con clorito es mucho menor que con el hipoclorito sódico. Las últimas investigaciones demuestran que la formación de AOX no se debe al clorito sódico propiamente dicho, sino más bien a la presencia de cloro o hipoclorito en forma de impurezas o como agentes activadores. La manipulación y almacenamiento de clorito sódico requiere especial atención debido a su toxicidad y riesgo de corrosión y explosión.

En el blanqueado con peróxido de hidrógeno, los problemas ambientales se derivan del empleo de agresivos agentes complejantes (estabilizantes).

Si las aguas de lavado generadas tras la mercerización no se valorizan o reutilizan, se produce un efluente alcalino muy concentrado (40-50 g NaOH/l).

Aparte de algunas excepciones (como el proceso termosol, la tintura con pigmentos, etc.), la mayoría de las emisiones que genera el proceso de tintura son acuosas. Las sustancias contaminantes de las aguas pueden tener su origen en los propios tintes (como la toxicidad acuática, los metales o el color), en los productos auxiliares que contiene la formulación del tinte (como agentes dispersantes o antiespumantes, etc.), en los productos químicos y auxiliares básicos que se utilizan en los procesos de tintura (como álcalis, sales, agentes reductores y oxidantes, etc.) y en los contaminantes residuales presentes en la fibra (como residuos de plaguicidas en la lana o acabados de hilado en las fibras sintéticas). Los niveles de emisión y consumo están muy relacionados con el tipo de fibra, su composición, la técnica de tintura y las máquinas utilizadas.

En la tintura discontinua, los niveles de concentración sufren notables variaciones a lo largo del proceso. Por regla general, los mayores niveles de concentración se encuentran en los baños de tinte usados (es habitual hallar valores muy superiores a 5.000 mg DQO/l). La aportación de los auxiliares de tinte (por ejemplo, agentes dispersantes y niveladores) a la carga de DQO es especialmente notable en la tintura con colorantes de

tina o dispersos. Operaciones como el enjabonado, el tratamiento posterior reductivo y el suavizante también están relacionados con valores de DQO elevados. Las concentraciones presentes en los baños de lavado son entre 10 y 100 veces menores que en el baño de tinte agotado y el consumo de agua es de 2 a 5 veces mayor que en el proceso de tintura propiamente dicho. [11]

En la tintura continua y semicontinua, el consumo de agua es menor que en los procesos de tintura discontinua, pero el vertido de licores de tinte residuales altamente concentrados puede acarrear una mayor carga contaminante si se procesa el material en pequeñas series (la DQO imputable a los tintes puede ser del orden de 2-200 g/l). La técnica de fulardado sigue siendo la más utilizada. La cantidad de licor que contiene el fular puede ser de 10 a 15 litros en los diseños modernos y hasta de 100 litros en los convencionales. La cantidad residual en el tanque de preparación puede llegar a los 150-200 litros, si bien puede reducirse a tan sólo unos litros en condiciones de control optimizado. La cantidad total de licor residual aumenta con el número de lotes diarios.

Fuentes de emisión habituales en los procesos de estampado son los residuos de la pasta de estampado, las aguas residuales de las operaciones de enjuague y limpieza y los compuestos orgánicos volátiles del secado y fijado. Las pérdidas de pasta son especialmente notables en la serigrafía rotativa (son habituales pérdidas del orden de 6,5-8,5 kg por color aplicado en las materias textiles). Con series de producción pequeñas (es decir, menos de 250 m), las pérdidas pueden ser superiores a la cantidad de pasta aplicada sobre el sustrato textil. En la limpieza de equipos al final de cada serie se consumen unos 500 l de agua (sin contar el agua utilizada para limpiar la banda de estampado). Las pastas de estampado contienen sustancias con un elevado potencial de emisión atmosférica (como por ejemplo, amoniaco, formaldehído, metanol y otros alcoholes, ésteres, hidrocarburos alifáticos o monómeros como los acrilatos, vinilacetatos, estirenos, acronitrilos, etc.).

Dado que la mayoría de procesos de acabado continuo no necesitan operaciones de lavado posteriores al curado, las emisiones acuosas se limitan a las pérdidas del sistema y al agua utilizada para limpiar los equipos. Los licores residuales varían del 0,5% al 35% de la cantidad total de licor de acabado preparado (el valor inferior corresponde a las fábricas integradas, mientras que los valores más altos son típicos de las fábricas textiles que procesan pequeños lotes y distintos tipos de sustratos). Con demasiada frecuencia, estos licores se desaguan y se mezclan con otros efluentes. La concentración de DQO puede oscilar fácilmente entre 130 y 200 g/l. A menudo, los ingredientes de las formulaciones de acabado no son biodegradables ni bioeliminables y a veces son además tóxicos (como los biocidas). En las operaciones de secado y curado, las emisiones atmosféricas están relacionadas con la volatilidad de los ingredientes de las formulaciones y con el arrastre de procesos anteriores (es el caso de los textiles previamente tratados con portadores clorados o con percloroetileno).

Los procesos de lavado son consumidores de agua y energía. La carga contaminante de las aguas de lavado está relacionada con los contaminantes que transporta el flujo de agua (por ejemplo, las impurezas eliminadas del tejido, los productos químicos de

procesos anteriores, los detergentes y otros auxiliares del proceso de lavado). El empleo de disolventes organohalogenados (sustancias persistentes) para la limpieza en seco también puede originar emisiones difusas, que acarrearán la contaminación del suelo y de las aguas subterráneas y que también pueden tener efectos negativos en las emisiones atmosféricas de los procesos posteriores de alta temperatura. [1-3-9]

### 2.1.3 Tintura

Como el objeto de estudio del presente proyecto es la eliminación de color de un agua residual de la industria textil, es importante saber en qué parte de los procesos de producción del sector textil estas aguas residuales se generan, así como sus características principales. [12]

Teñir implica el empleo de diferentes sustancias químicas y auxiliares. Las sustancias auxiliares, en general, no permanecen sobre el sustrato después de la tintura y se encuentran, en última instancia, en las emisiones. La tintura consta de cuatro etapas diferentes:

- En primer lugar, el colorante debe ser disuelto o dispersado en el baño de tintura.
- La segunda etapa consiste en la acumulación del colorante en la superficie del material textil.
- En tercer lugar, el colorante migra hacia el interior de la fibra. En el caso de las fibras hidrófilas, penetra por los microporos disponibles, mientras que en las fibras hidrófobas, las cavidades tienen que ser desarrolladas para hacer posible la penetración. En general, el acceso a la fibra es realizado con temperatura.
- Por último, el colorante se fija. Se conocen diferentes mecanismos de fijación, desde la reacción química del colorante con la fibra para formar una unión covalente (colorantes reactivos) a la formación de fuerzas Van der Waals y otras fuerzas de gama corta entre la fibra y el colorante (colorantes directos). Hay que tener en cuenta las reacciones de solidificación cuando se trata de colorantes ácidos y básicos (aniónicos y catiónicos).

Como ya se mencionó en el apartado 2.1.2, el consumo de agua y de energía en los procesos de tintura depende de la técnica, de las operaciones realizadas y de la maquinaria empleada. Existen dos tipos de procesos de tintura, discontinua o en lotes y continua o semicontinua. [13]

- Tintura discontinua o en lotes

La tintura discontinua requiere un mayor consumo de agua, energía, sustancias químicas y auxiliares que en la tintura mediante proceso continuo. En un régimen manual la mayor parte del colorante se aplica en la primera fase para obtener un matiz que esté próximo a lo requerido en el producto final. Luego se realizan operaciones de adaptación en las que se añaden pequeñas cantidades de colorante para alcanzar el matiz final. El matiz que es difícil de obtener puede requerir adiciones repetidas que conllevan una refrigeración y un nuevo calentamiento entre cada adición.

- Tintura continua y semicontinua

Los procesos de tintura continua y semicontinua consumen menos agua cuando no se cambia de color. No obstante, siempre que se empieza un nuevo color, el baño residual debe ser desechado, generándose una mayor carga contaminante que en el proceso discontinuo, aunque el empleo de determinados equipos (tubos, bombas,...) ayudan a reducir la cantidad de baño que será desechado. Asimismo, también es posible reducir al mínimo la carga contaminante mediante el uso de sistemas automáticos de dosificación.

En la tabla 2.1, se resumen las fuentes potenciales de emisión y los tipos de emisiones asociadas a los procesos de tintura.

Tabla 2.1 Descripción de las emisiones típicas generadas en los procesos de tintura [1].

Operaciones	Fuentes de emisión	Tipos de emisiones
<b>Preparación del color</b>	Preparación del colorante	Emisión discontinua de aguas residuales al final de cada etapa con baja concentración de contaminantes
	Preparación de los auxiliares	Emisión discontinua de aguas residuales al final de cada etapa con baja concentración de contaminantes
	Distribución manual de colorantes y auxiliares	Contaminación indirecta debido a dosis inadecuadas y a la manipulación de sustancias químicas
	Distribución automática de colorantes y auxiliares	No debe producirse ningún tipo de emisión, siempre que el sistema se calibre y verifique con regularidad
<b>Tintura discontinua</b>	Tintura	Emisión discontinua de aguas residuales al final de cada ciclo con altas concentraciones de contaminantes (DQO)
	Lavado y aclarado después de la tintura	Emisión discontinua de aguas residuales al final de cada ciclo con alta concentración de contaminantes
	Limpieza del equipo	Emisión discontinua de aguas residuales con baja concentración de contaminantes
	Aplicación del colorante	Emisiones discontinuas de aguas residuales con alta concentración de contaminantes (DQO)
	Fijación por vapor o calor seca	Emisión continua al aire, generalmente no significativa, excepto en algunas situaciones específicas como el proceso Thermosol o el secado del tejido teñido con carriers
<b>Tintura semicontinua o continua</b>	Operaciones de lavado y secado después de la tintura	Emisión continua de aguas residuales con baja concentración de contaminantes
	Descarga del sobrante en el chasis y la cubeta del depósito de alimentación	Emisión discontinua de aguas residuales al final de cada lote con alta concentración de contaminantes
	Limpieza del equipo	Emisión discontinua de aguas residuales con bajas concentraciones de contaminantes, pero que pueden contener sustancias peligrosas cuando se usan agentes reductores e hipoclorito.

Los contaminantes presentes en las aguas residuales pueden provenir de los colorantes, de los auxiliares presentes en la formulación del colorante, de las sustancias químicas básicas, de los auxiliares usados en la tintura y de los contaminantes presentes en la fibra.

- Colorantes

Los baños de tintura agotados, los baños de tintura residuales y el agua de las operaciones de lavado contienen siempre colorante no fijado.

Los principales efectos sobre el medio receptor son el impacto visual generado por el colorante, efecto que puede afectar a la fotosíntesis, así como la afección sobre las aguas debido al contenido tóxico del colorante, por la presencia de metales pesados y compuestos halogenados. En la tabla 2.2, se muestran los colorantes clasificados como tóxicos y/o alergénicos:

Tabla 2.2 Colorantes tóxicos y/o alergénicos [1].

Tipo de Colorante	Nombre comercial	Tóxico	Alergénico
<b>Colorantes Ácidos</b>	Ácido Naranja 156 y 165	X	
	Ácido Violeta 17		X
<b>Colorantes Catiónicos</b>	Básico Azul 3, 7 y 81	X	
	Básico Rojo 12	X	
	Básico Violeta 16	X	
	Básico Amarillo 21	X	
<b>Colorantes Directos</b>	Directo Naranja 62	X	
	Disperso Rojo 1, 11, 15 y 17		X
<b>Colorantes Dispersos</b>	Disperso Azul 1, 3, 7, 26, 35, 102 y 124		X
	Disperso Naranja 1, 3 y 76		X
	Disperso Amarillo 1, 9, 39, 49, 54 y 64		X

Aproximadamente el 60 % o 70 % de los colorantes textiles usados son colorantes azoicos que, en determinadas condiciones de reducción podrían reducir a aminas, algunas de las cuales son consideradas cancerígenas.

- Auxiliares presentes en la formulación del colorante

Según la clase de colorante y su método de aplicación, se encuentran diferentes aditivos en las formulas del colorante. Los aditivos, como no son absorbidos ni fijados por las fibras, son descargados en su totalidad en las aguas residuales. Estos aditivos no son tóxicos; sin embargo, son poco biodegradables y difícilmente bioeliminables.

En la tabla 2.3, se muestran los aditivos típicos presentes en los colorantes:

Tabla 2.3. Características de los aditivos [1].

<b>Aditivo</b>	<b>Composición química</b>	<b>DQO (mg/g)</b>	<b>DBO (mg/g)</b>	<b>TOC</b>
<b>Dispersantes</b>	- Lignosulfonatos	1.200	50	15 %
	- Productos de la condensación de naftalensulfónicos con formaldehído	650	50	15 %
	- Copolímeros de óxido de etileno / óxido de propileno	--	--	--
<b>Sales</b>	- Sulfato de sodio, cloruro sódico	--	--	--
<b>Agentes aglutinantes en polvo</b>	- Aceites minerales o aceites de parafina	--	--	--
<b>Agentes antiespumantes</b>	- Acetilglicol, emulsiones de silicona	--	--	--
<b>Agentes antisolidificantes</b>	- Glicerina	1.200	780	90 %
	- Glicol	1.600	10	95 %
<b>Agentes espesantes</b>	- Carboximetil celulosa - Poliacrilatos	1.000	0	30 %
<b>Sistemas tampón</b>	- Fosfato, acetato	--	--	--

- Sustancias químicas básicas y auxiliares usadas en la tintura

- Agentes reductores de azufre

Las aguas residuales de la tintura con colorantes sulfurosos contienen sulfuros, usados en el proceso como agentes reductores. Los sulfuros son tóxicos y contribuyen a incrementar la demanda química de oxígeno (DQO). Además, el sulfuro se convierte en sulfuro de hidrógeno en condiciones ácidas y puede ocasionar problemas de toxicidad por inhalación, corrosión de las tuberías y malos olores.

- Agentes oxidantes

Aunque ya no debería ser usado en Europa, el dicromato se continúa utilizado como agente oxidante de los colorantes sulfurosos, de tina y en la tintura de la lana. Mientras que el cromo III muestra una baja toxicidad, el cromo VI es extremadamente tóxico y es cancerígeno para los animales. Durante el proceso de tintura, el cromo VI es reducido a cromo III, siempre que el proceso se mantenga bajo control. Sin embargo, pueden producirse emisiones de cromo VI debido a la manipulación inadecuada del dicromato en la preparación del colorante. Hay que tener en consideración, además, que según las condiciones del medio receptor, el cromo III se puede oxidar a cromo VI. Producen emisiones de AOX el uso de bromato, yodato y clorito como agentes oxidantes en colorantes de tina y de azufre. También el uso de hipoclorito para decolorar artículos defectuosos o limpiar las máquinas.

- Sales

En los procesos de tintura se usan distintas sales, las cuales no se eliminan en los sistemas convencionales de depuración de aguas residuales. Aunque su toxicidad acuática es baja, en regiones áridas o semiáridas, su empleo elevado puede producir

concentraciones por encima del límite tóxico y aumentar la salinidad de las aguas subterráneas.

#### - Carriers

El empleo de carriers se ha reducido significativamente debido a los problemas que pueden ocasionar sobre la salud humana y el medio ambiente. Sin embargo, todavía se utilizan para la tintura de la mezcla de poliéster y lana, en la tintura de poliéster y en la tintura del poliéster-celulosa. Los carriers incluyen un amplio grupo de compuestos orgánicos, con baja biodegradabilidad y alta toxicidad para las personas y el medio acuático. Sus sustancias activas son: bencenos halogenados, hidrocarburos aromáticos, fenoles, ácido carboxílico y sus ésteres y las alquilftalamidas. Los carriers de tipo hidrófobo son absorbidos por el textil y sólo los de tipo hidrófilo, como fenoles y derivados de benzoatos, se pueden encontrar en las aguas de vertido. Los carriers que permanecen sobre la fibra después de la tintura y el lavado son parcialmente volatilizados durante el secado y las operaciones de fijación, y pueden dar lugar a emisiones atmosféricas.

#### - Otros auxiliares de interés

En los procesos de tintura se utilizan otros compuestos que pueden dar lugar a contaminación de las aguas (aminas grasas etoxiladas, compuestos de amonio cuaternario, tetraacetato de etileno endiamina, etc.). Habitualmente son compuestos solubles en agua y difícilmente biodegradables, por lo que pueden pasar sin ser transformados, o sólo parcialmente degradados, por sistemas de depuración de aguas residuales. Además, algunos de ellos son tóxicos.

## 2.2 Tratamiento de aguas residuales

Los principales tratamientos de las aguas residuales generadas en el sector textil son:

- Tratamiento en plantas de fangos activados con baja relación Alimento (F) y microorganismos (M) (F/M).
- Tratamiento biológico, físico y químico.
- Tratamiento anaeróbico de las pastas de estampación y los baños de tintura.
- Tratamiento de determinados efluentes no biodegradables con oxidación química.
- Tratamiento mediante floculación/precipitación.

### 2.2.1 Tratamiento en plantas de fangos activados de carga reducida

Las plantas de fangos activados de carga reducida, es decir, con una baja carga másica, que es la relación entre el alimento de entrada al reactor y los microorganismos presentes en el mismo. Este parámetro es muy utilizados en la depuración de aguas residuales del sector textil.

Se trata de un tratamiento de digestión aerobia que permite eliminar los compuestos biodegradables del efluente residual, de acuerdo con las características descritas en la Tabla 2.4.

Tabla 2.4. Características del tratamiento por fangos activados [1].

<b>Principales beneficios medioambientales</b>	Reducción de la carga orgánica de las aguas residuales.
<b>Posibles adversidades</b>	El tratamiento no es suficiente para eliminar los componentes no biodegradables de las aguas residuales. Por este motivo, esta planta debe ir acompañada de otros tratamientos adicionales.
<b>Aplicabilidad</b>	Esta técnica puede ser aplicada en plantas existentes y en plantas de nueva construcción para todo tipo de aguas residuales.
<b>Coste económico</b>	Para conseguir una baja relación de F/M se requieren tanques de aireación de gran tamaño. Esto supone una fuerte inversión inicial.

### 2.2.2 Tratamiento combinado Biológico, Químico y Físico

El tratamiento en plantas de fangos activados de carga reducida permite la eliminación de las sustancias biodegradables de las aguas residuales. Sin embargo, esta técnica no es suficiente para la eliminación de los componentes no biodegradables. Por este motivo, en la mayoría de casos, se aplican tratamientos físicos y químicos adicionales. Los tratamientos físico-químicos como floculación, precipitación, ozonización, etc. se pueden aplicar antes, durante o después del sistema biológico.

Uno de los tratamientos posibles aplicable durante la depuración biológica es el llamado sistema PACT (Tratamiento con Carbón Activo en Polvo). Es un sistema que combina los tratamientos biológicos, físicos y químicos, realizando simultáneamente una biodegradación, una adsorción y una coagulación de los componentes presentes en las aguas residuales.

### 2.2.3 Tratamiento anaeróbico de las pastas de estampación y de los baños de tintura

Las pastas de estampación y los baños de tintura de los procesos de tintura continua y semicontinua contienen una alta concentración de materia orgánica procedente de los colorantes azoicos. Por este motivo, estos materiales pueden ser tratados en digestores anaeróbicos.

Los tratamientos anaeróbicos alcanzan una eficiencia de eliminación del color de más del 90 %, con colorantes azoicos. También se consigue una gran eficiencia en las pastas de estampación que contienen agentes espesantes. En los otros tipos de colorantes y pastas de estampación, solamente se pueden conseguir reducciones de color residual de un 50 %.

La reducción de los enlaces azoicos originada en el proceso genera aminas aromáticas, algunas de las cuales podrían ser carcinógenas. Sin embargo, en las investigaciones realizadas hasta el momento, no se han detectado este tipo de aminas.

#### 2.2.4 Tratamiento de determinados efluentes no biodegradables con oxidación química

Las aguas residuales no biodegradables generadas en los diversos procesos de acabado, como por ejemplo en el descolado y la tintura, pueden ser tratadas mediante oxidación en un reactor a una temperatura de 100-130 °C y a una presión de 3 bares. Los principales agentes de oxidación son el peróxido de hidrógeno, el ozono y el oxígeno molecular.

El tratamiento con oxidación química presenta una reducción de la DQO en un 70-85 %. Además, la DQO residual es fácilmente biodegradable debido a la modificación de los compuestos durante la oxidación y se obtiene una decoloración de más del 90 %.

La oxidación química de las aguas residuales implica un considerable consumo de energía, aunque no excesivo, pero al final del tratamiento se produce una generación de fangos férricos.

#### 2.2.5 Tratamiento mediante floculación/precipitación

Aunque esta técnica ha sido utilizada desde hace más de 100 años, en la actualidad, para la separación de los contaminantes se realiza un proceso de sedimentación, con agentes de floculación, combinado con un sistema de tratamiento por flotación de aire disuelto (DAF). Los agentes de floculación se seleccionan específicamente para maximizar la eliminación de la DQO y del color, y reducir, al mínimo, la formación de lodo. En la mayoría de casos, los mejores rendimientos se obtienen con una combinación de sulfato de aluminio y floculantes catiónicos orgánicos junto con pequeñas cantidades de polielectrolitos aniónicos.

El tratamiento mediante floculación/precipitación presenta una reducción de la DQO de alrededor un 40-50 %. Sin embargo, cuando los efluentes presentan un alto contenido de compuestos insolubles, la DQO puede alcanzar valores superiores. Se obtiene una decoloración de más de un 90 %.

Los lodos resultantes contienen una alta cantidad de componentes orgánicos y deben ser gestionados adecuadamente.

### 2.3 Tratamiento con tecnología de membranas

La tecnología de membranas es un término genérico usado para los procesos de separación donde se emplean membranas. Una membrana se define como una barrera

que separa dos fases y que permite el transporte selectivo de componentes de una fase a la otra. La fracción que atraviesa la membrana se llama permeado y la fracción que se retiene es el rechazo [14]. La Figura 2.2 nos muestra un esquema del funcionamiento en general de una membrana.

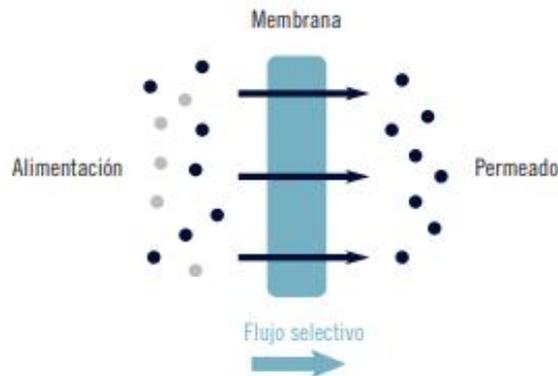


Figura 2.2 Separación mediante tecnología de membrana [14].

La tecnología de membranas se aplica a numerosos campos:

- Purificación de aguas: Las impurezas no deseadas se eliminan de la disolución, como en la producción de aguas blandas por eliminación de cationes de calcio y magnesio.
- Concentración: los componentes deseados están presentes a bajas concentraciones y se elimina disolvente, como en la concentración de zumos por eliminación del agua.
- Fraccionamiento: una mezcla se separa en dos o más componentes deseados, como en la separación de proteínas del suero de la leche para la producción de derivados lácteos.

Para que el transporte de componentes en una membrana se produzca es necesaria la acción de una fuerza impulsora, es decir, una diferencia de una magnitud físico-química entre las fases que se manifieste como un gradiente a través de la membrana capaz de originar un flujo de componentes. Ejemplos de fuerzas impulsoras pueden ser un gradiente de presión, concentración, temperatura o potencial eléctrico. Estas magnitudes mencionadas pueden darse a su vez combinadas en un mismo proceso de membrana y pueden recogerse desde un punto general dentro del concepto de potencial químico o electroquímico.

Según en gradiente de presión los procesos pueden ser mediante, ultrafiltración, microfiltración, nanofiltración y osmosis inversa. Según la diferencia de concentraciones entre las dos fases que separa la membrana el proceso se llama diálisis. Y según la temperatura o una diferencia de potencial eléctrico el proceso se llama electrodiálisis.

La Tabla 2.5, nos resume las principales características de los procesos anteriormente mencionados.

Tabla 2.5 Características de los procesos de membranas.

Proceso	Tipo membrana	Mecanismo separación	Fuerza impulsora	Sustancias permeado	Sustancias retenidas
Microfiltración	Microporosa Simétrica	Tamaño de poro	Diferencia de presión	Agua, sólidos disueltos	Compuestos de PM>500.000
Ultrafiltración	Microporosa Asimétrica	Tamaño de poro	Diferencia de presión	Agua, sustancias bajo PM	Coloides Moléculas de PM>500
Nanofiltración	Microporosa Asimétrica	Tamaño de poro	Diferencia de presión	Agua, sales	Moléculas de PM>200
Ósmosis inversa	Homogéneas Compuestas Asimétricas	Solubilidad Difusión	Diferencia de presión	Agua	Iones Compuestos de PM>50
Diálisis	Microporosa Asimétrica	Difusión en membrana	Diferencia de concentración	Compuestos orgánicos bajo PM	Sales Compuestos de PM>1.000
Electrodiálisis	Intercambio iónico	Carga de los iones	Diferencia de potencial	Iones	Compuestos orgánicos
Separación de gases	Homogéneas Simétricas	Solubilidad Difusión	Diferencia de presión de vapor	Gases rápidos	Gases lentos Sales
Pervaporación	Homogéneas Asimétricas	Solubilidad Difusión	Diferencia de presión de vapor	Agua (vapor)	Sales Compuestos orgánicos

La fuerza impulsora establece, pues, una densidad de flujo de componentes aportando la energía necesaria para la separación de la mezcla en un proceso que no es espontáneo. La energía disminuye la entropía global del sistema y vence ciertas resistencias que se producen, tal como la fricción de los componentes a través del medio que constituye la membrana. Además, debe ser capaz de superar las fuerzas impulsoras adicionales contrarias a la separación que se puedan establecer, por ejemplo, la presión osmótica. Para que el proceso se lleve a una velocidad adecuada, la fuerza impulsora tendrá que ser varias veces mayor a la mínima necesaria para que se establezca la densidad de flujo. [15]

### 2.3.1 Características de un proceso de membrana

Las principales características de un proceso de membranas se pueden determinar mediante las siguientes expresiones:

- Flujo de permeado.

El flujo volumétrico de permeado es el volumen de permeado que atraviesa una sección de membrana en la unidad de tiempo (m/s). Aunque es más habitual trabajar en otras

unidades distintas a las del Sistema Internacional, como los LHM [L/(h.m<sup>2</sup>)]. El flujo de permeado viene dado por la ecuación de Darcy:

$$J_p = k (\Delta P - \Delta \Pi) \quad (\text{Ec. 2.1})$$

Donde K es el coeficiente de permeabilidad [L/(h.m<sup>2</sup>.bar)], ΔP y ΔΠ son las diferencias de presión (bar) hidrostática y osmótica, respectivamente, entre el alimento y el permeado, y l es el espesor de la membrana (m). Los efectos osmóticos son usualmente menores en ultrafiltración y nanofiltración que en ósmosis inversa.

- Presión transmembranal.

La presión transmembranal es la diferencia de presión entre las dos caras de la membrana (la del alimento y la del permeado), y es la fuerza impulsora que obliga a las moléculas más pequeñas que el tamaño de poro de la membrana a atravesar ésta. Puede calcularse con la siguiente expresión:

$$\Delta P = \frac{P_a - P_r}{2} - P_p \quad (\text{Ec. 2.2})$$

Donde ΔP es la presión transmembranal (en bar) y Pa y Pp son las presiones de las corrientes alimento y permeado, respectivamente.

- Coeficiente de rechazo de un soluto.

El coeficiente de rechazo observado para una especie i presente en la disolución alimento viene dado por la ecuación 1.9:

$$R = 1 - \left( \frac{C_{ip}}{C_{ia}} \right) \quad (\text{Ec. 2.3})$$

Donde Cip es la concentración de un determinado soluto i en el permeado, mientras que Cia es la concentración de dicho soluto en el alimento. El coeficiente de rechazo suele tener valores comprendidos entre 0 y 1. Cuando el valor del coeficiente de rechazo para un soluto se aproxima a cero, significa que no está siendo separado apreciablemente por la membrana. Por el contrario, cuando el rechazo es de 1, la capacidad de separación es muy alta.

- Factor de concentración volumétrico:

El factor de concentración, FCV, indica el grado de aumento de la concentración de un componente en una operación con membrana, y se define como:

$$FCV = \frac{VT}{VP}$$

(Ec. 2.4)

Donde VT es el volumen inicial de alimento y VP es el volumen de permeado extraído. [16]

- Umbral de corte molecular.

Este parámetro se define como la masa molecular a la que se obtiene una retención prácticamente total (normalmente un 90% de una macromolécula determinada).

- Propiedades de superficie.

Proporcionan información sobre la morfología, el espesor de la capa activa, rugosidad, el carácter hidrófilo o hidrófobo de la membrana y la polarización por concentración en la cara de la membrana. La microscopía electrónica de barrido (MEB) permite observar ciertas propiedades de las membranas como tamaño de poro, su distribución, la estructura asimétrica, el espesor de la capa activa, etc.

- Propiedades eléctricas.

Estas propiedades son muy importantes para explicar los mecanismos de separación y transporte. Dentro de estas propiedades están la densidad de carga y el potencial zeta. [13-14]

### 2.3.2 Clasificación de los procesos de membrana

Esta tecnología basa la separación, principalmente, en el tamaño molecular y en menor medida en la forma y la carga. Existen cuatro tipos de procesos que son la microfiltración (MF), ultrafiltración (UF), nanofiltración (NF) y osmosis inversa (OI). En todas ellas la fuerza impulsora que provoca la separación es un gradiente de presión. [17]

La Figura 2.3 nos muestra los tipos de membranas según el gradiente de presión que tengan como fuerza impulsora.

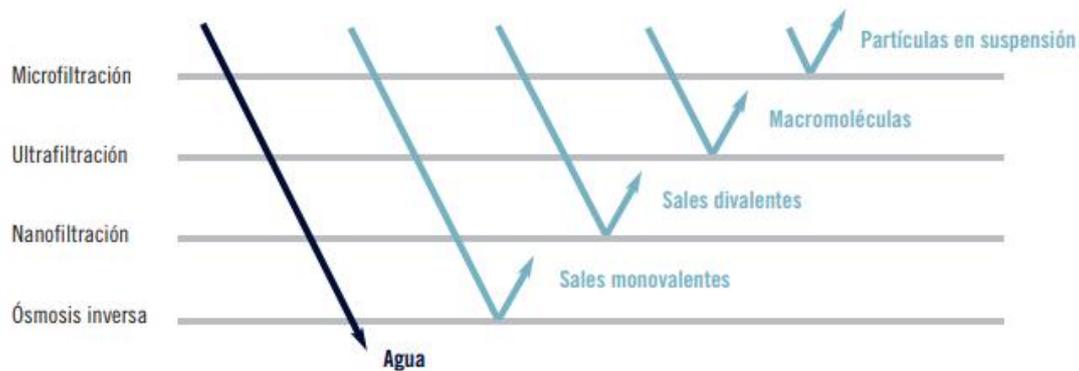


Figura 2.3. Tipos de membranas con presión como fuerza impulsora [14].

- Microfiltración (MF)

La microfiltración se utiliza para la eliminación de partículas de corrientes líquidas y gaseosas de las industrias químicas, bioquímicas, farmacéuticas y alimenticias; en la clarificación y filtración estéril de emulsiones y suspensiones termolábiles; en la producción de agua pura para la industria electrónica; en la purificación de productos, filtración de gases y recuperación de disolventes de proceso en la industria química; y en el tratamiento de aguas residuales.

- Ultrafiltración (UF)

La ultrafiltración es un proceso controlado por la presión transmembranal que abarca la región comprendida entre la MF y la RO. El tamaño de poro de la membrana oscila entre 0,001 y 0,05  $\mu\text{m}$ . Este tamaño de poro exige fuerzas impulsoras de hasta 10 bares. La principal aplicación de este proceso es la separación de macromoléculas con un peso molecular comprendido entre 300 y 300.000 Da. Las membranas de ultrafiltración son permeables a las moléculas de peso molecular 500 Da y muestran bajos rechazos a las sales. Los efectos de la presión osmótica en las membranas de ultrafiltración son pequeños y la presión transmembranal aplicada se utiliza fundamentalmente para compensar la resistencia del líquido para permear a través de la red porosa de la membrana. El mecanismo de separación en UF es de tipo tamiz, en el que un aumento en la presión aplicada conlleva un aumento en el flujo de permeado. Sin embargo, el fenómeno de polarización por concentración, que se estudiará más adelante, impone un límite superior de presión en la práctica. También se produce un fenómeno de ensuciamiento (fouling) que provoca un descenso paulatino de los flujos de permeado con el tiempo de vida de la membrana debido a cambios en la naturaleza de los poros de ésta.

Algunas aplicaciones de la ultrafiltración son la concentración de proteínas, enzimas, hormonas, etc.; el tratamiento de residuos y efluentes químicos y nucleares; la recuperación y reciclaje de baños de pintura electrostática de automoción; en la

industria papelera; la clarificación de zumos y vinos y la concentración estéril de leche; el tratamiento de antibióticos, de sangre, de plasma, etc.

- Nanofiltración (NF)

La nanofiltración data de la década de 1970, cuando surgen los esfuerzos por desarrollar membranas de ósmosis inversa con una densidad de flujo de permeado razonable a relativamente bajas presiones. Las elevadas presiones utilizadas en la ósmosis inversa requieren un elevado consumo energético, pero por otro lado, la calidad del agua obtenida como permeado es de muy buena calidad, llegando incluso a ser demasiado buena para determinadas aplicaciones, en las que no es necesario obtener una agua tan depurada. Las primeras aplicaciones de la nanofiltración datan de mediados de la década de 1980.

La nanofiltración es un proceso controlado por la presión y tiene un área de aplicación intermedia entre la ósmosis inversa y la ultrafiltración. Permite separar iones y pequeñas moléculas de azúcar en disolución. Es muy utilizada en la producción de nuevos productos en la industria alimentaria y biotecnológica. La nanofiltración opera a presiones comprendidas entre 5 y 20 bares, y suele utilizarse cuando no se necesitan elevados rechazos de sodio (como en la ósmosis inversa) pero sí de determinados iones divalentes ( $Mg^{2+}$  y  $Ca^{2+}$ ). El tamaño de corte típico de las membranas de nanofiltración es de 200 Da.

Las principales aplicaciones de la nanofiltración son el procesado de sueros lácteos salados y de preparados farmacéuticos; la eliminación del color, del carbono orgánico total (COT) y los precursores del trihalometano en aguas superficiales; la eliminación de la dureza y de sólidos de aguas subterráneas, etc.

En un proceso de ósmosis se tiene una disolución salina (compuesta por agua y una sal diluida) separada de una disolución acuosa (mayoritariamente agua) por medio de una membrana semipermeable (que sólo permite el paso del agua, pero no de iones). El agua, debido al gradiente de concentración de sales a ambos lados de la membrana, se difunde a través de ésta hacia el lado de la disolución salina hasta que se alcanza el equilibrio osmótico. Esto produce un aumento de la presión respecto a la presión atmosférica en el lado de la disolución salina, que se denomina presión osmótica.

- Ósmosis Inversa (OI)

La ósmosis inversa es el proceso opuesto consistente en aplicar una presión en el lado salino, logrando que el flujo de agua hacia éste sea cada vez más pequeño, hasta anularse cuando la presión ejercida iguale a la presión osmótica. Si se sigue aumentando la presión, el agua comienza a pasar del lado de la disolución salina hacia el lado del agua. Este flujo en sentido contrario es lo que se llama ósmosis inversa. Como se ha de superar la presión osmótica de la disolución inicial, la presión a aplicar puede estar comprendida entre 10-70 bar. Las membranas de ósmosis inversa carecen de poros en

el sentido físico, y sólo atraviesan la membrana aquellas sustancias polares que son capaces de interactuar con los grupos activos de la cadena polimérica que la componen y que además son de un tamaño inferior a los intersticios de la estructura de la membrana. Las membranas de ósmosis inversa son capaces de retener sales dejando que sólo las atraviese el agua.

La mayor aplicación de la ósmosis inversa se da en procesos que contienen solutos inorgánicos. El tamaño típico de las partículas que pueden separarse con este método va desde 0,0001  $\mu\text{m}$  hasta 0,001  $\mu\text{m}$  (1-10 Å) y con solutos de pesos moleculares mayores de 50 Da. Las principales aplicaciones de la ósmosis inversa están dentro del campo de la desalación de aguas subterráneas y marinas, la producción de agua ultrapura, la concentración de zumos, azúcares y leche, etc.

### 2.3.3 Materiales y configuración de membranas

#### **Materiales**

En general las membranas sintéticas pueden elaborarse de un gran número de diferentes materiales: orgánicos (polímeros) e inorgánicos (metales, cerámica, vidrio, etc.).

- Membranas orgánicas.

Existe una gran variedad de materiales orgánicos que pueden ser utilizados pero por necesidad del proceso y vida de la membrana, en la práctica sólo se utiliza un número limitado, siendo la más usada la celulosa y sus derivados.

Estas estructuras hidrofílicas tienen bajo costo, baja tendencia a la absorción. Otras clases importantes de membranas son las poliméricas entre las que se encuentran las poliamidas, las cuales presentan una buena selectividad al permeado y una mejor estabilidad térmica, química e hidrofílica, pero presentando el limitante que el grupo amida tiene una gran sensibilidad a la degradación y por tanto, no pueden tolerar exposiciones, ni siquiera en trazas de cloro.

Una clase ampliamente usada de polímeros son las polisulfonas y las poliéstersulfonas, siendo polímeros hidrofílicos y presentando una tendencia relativamente alta a la adsorción y con características de estabilidad mecánica, química y térmica. Estas últimas son ampliamente usadas como membranas de ultrafiltración (UF) o como soporte de las membranas "tipo Composite", las cuales son membranas que presentan una capa compuesta por dos polímeros, generando esto una mayor estabilidad, tanto mecánica como de selectividad por la capa fina que realiza el proceso de exclusión de sustancias.

- Materiales inorgánicos.

Los materiales inorgánicos generalmente presentan mayor estabilidad química, mecánica y térmica en comparación con los polímeros orgánicos pero presentan dos desventajas fundamentales: son muy frágiles y de elevado costo. La principal aplicación

en la industria química es en el tratamiento de líquidos agresivos, y las membranas cerámicas representan el tipo principal. [18]

### **Configuración del sistema de membranas.**

El sistema de operación en la que se disponen las membranas para su utilización se les conoce como módulo. El módulo consta de la membrana, la estructura de soporte de la presión, las puertas de entrada de alimentación y de salida de concentrado y permeado. Existen diferentes configuraciones como:

- Módulo placa bastidor.

Está hecho con membranas de cara plana y placas de soporte.

- Arrollamiento en espiral.

Una envoltura de dos membranas planas encerrando una hoja flexible porosa que funciona como colector de permeado, estando sellada por tres de sus bordes. La alimentación fluye paralela al flujo de permeado.

- Tubular.

Es la configuración más simple, en la cual una membrana se moldea sobre la pared interior de un tubo de soporte poroso.

- Fibra hueca.

La fibra está reunida en un haz de varios miles, e incluso millones, de microtúbulos dentro de la carcasa. El flujo de alimentación tiene lugar por dentro de las fibras o bien por fuera de las mismas.

#### 2.3.4 Tecnología de membranas en la industria textil

Las técnicas de membrana se aplican para el tratamiento de determinados efluentes dependiendo del proceso del cual provengan, y al mismo tiempo permiten la reutilización de las aguas residuales, así como, en ocasiones, la recuperación del producto retenido en la membrana para su posterior reutilización [19]. Dado que las características de la membrana permeable deben ser específicas para un tipo concreto de contaminante, es importante la diferenciación de efluentes según características definidas, que adquieren de acuerdo al proceso de producción. De no ser así, se corre en peligro de obstruir la membrana (si el contaminante tiene un diámetro superior al del poro de esta) o, en caso contrario, de no conseguir tratamiento alguno. Pueden ser aplicadas en efluentes procedentes de operaciones de tintura, de desencolado, etc.

Se puede mencionar los principales beneficios medio ambientales:

- Reducción del consumo de agua en un 60 %.
- Reducción de la emisión de aguas residuales en un 60 %.
- Reducción de la carga contaminante de las aguas residuales.
- Posible reducción del consumo de reactivos.

También algunas adversidades que posee este proceso en la industria textil:

- Este sistema de tratamiento implica un consumo de energía importante (aproximadamente 20 kWh/m<sup>3</sup>).
- Los residuos resultantes, en caso de que no puedan ser reutilizados, deben ser gestionados como residuos peligrosos.

Esta técnica se puede aplicar a todas las industrias de acabado que dispongan de un sistema de segregación de los diferentes efluentes residuales. El coste de una membrana para el tratamiento de un efluente con un flujo de 10 m<sup>3</sup>/h es de aproximadamente 1 millón de euros. El coste operacional energético también es importante. [20]

Existen empresas textiles que ya implementan tecnología de membranas, como es el caso de Benniger, que entre uno de sus tratamientos de efluentes residuales tienen procesos de ultrafiltración y ósmosis inversa.

Benniger utiliza la tecnología de membranas básicamente para la recuperación de las aguas residuales y su posterior reutilización. La Figura 2.4, nos muestra el esquema de su sistema al cual ellos denominan como circuito de recuperación de agua y sustancias valiosas, el cual les da un retorno de la inversión a partir de los 24 meses. La solución ideal para empresas textiles con un volumen de aguas residuales de 2m<sup>3</sup>/h a 20m<sup>3</sup>/h.

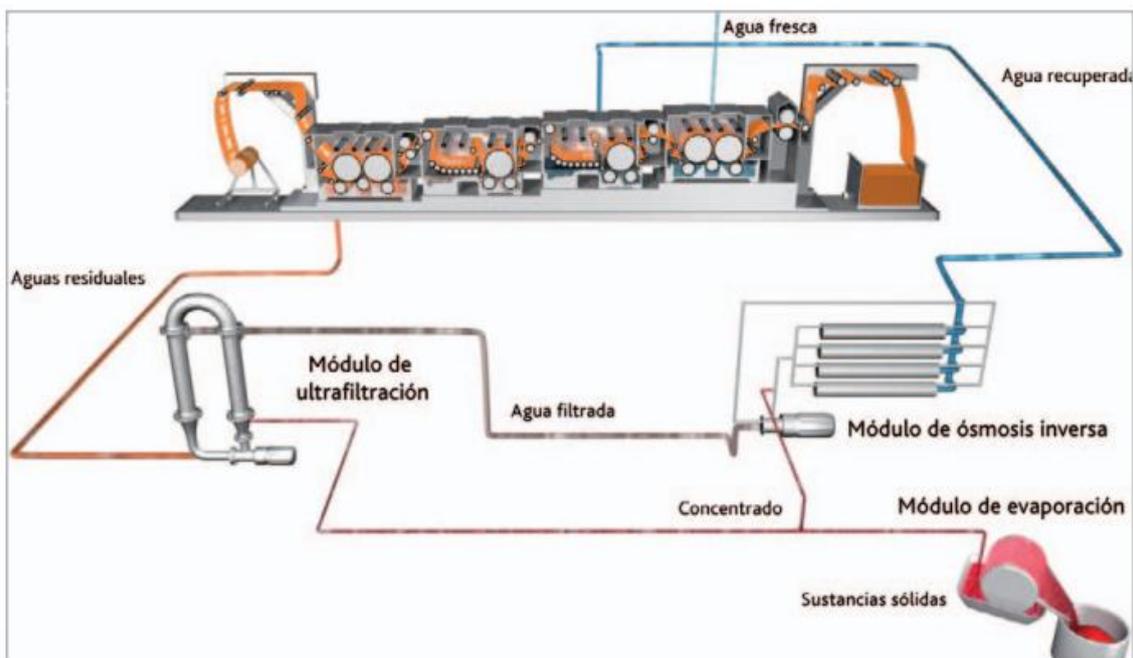


Figura 2.4 Circuito de recuperación de agua y sustancias valiosas [21].

## Ultrafiltración (UF)

El agua residual caliente de la aplicación textil se libera de las impurezas gruesas mediante una filtración previa mecánica y se recoge en un tanque intermedio. Durante la ultrafiltración se llegan a filtrar partículas hasta un tamaño de solo 0,01  $\mu\text{m}$  o una masa molecular de 20 kD. En algunas aplicaciones pueden eliminarse incluso impurezas con una masa molecular de solo 0,25 kD. De este modo es posible una decoloración de colorantes con un alto peso molecular de hasta el 98%.

## Ósmosis inversa (OI)

El filtrado salino de la ultrafiltración se suministra a la ósmosis inversa, la filtración más fina posible. Esta permite la filtración a nivel iónico. El agua pasa a través de la membrana donde se retienen las sales y otras pequeñas moléculas. El agua residual de la aplicación textil se desala y decolora mediante la ósmosis inversa. En el resultado final no hay nada que impida la reutilización del agua para todos los procesos de tratamiento textil.

La Figura 2.5, nos muestra una gráfica realizada por la empresa Benninger, donde plasman los resultados de reducción de DQO, que obtienen en diferentes procesos después del tratamiento con membranas de UF y OI de sus efluentes residuales.

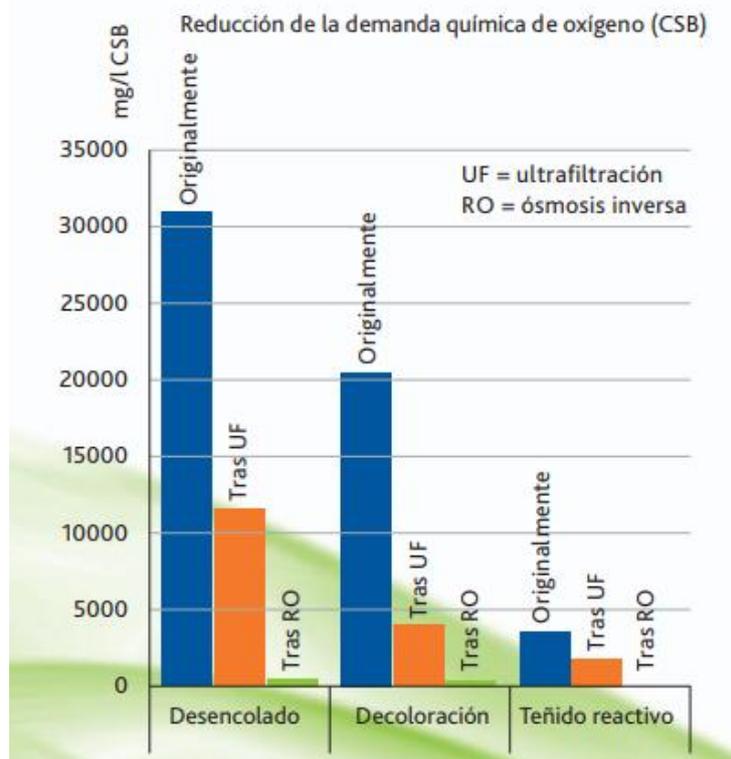


Figura 2.5 Reducción de la demanda química de oxígeno. [21]

También existen trabajos plasmados en artículos científicos que han investigado sobre el tratamiento de este tipo de aguas residuales mediante tecnología de membranas, como por ejemplo el artículo “Reclamation and reuse of process water from reactive dyeing of cotton” [22], el cual muestra resultados que se obtuvieron con diferentes tipos de membranas, en cuanto al rechazo al color y a la sal, que se pueden apreciar en la Figura 2.6.

Overview of experiences from tests in laboratory and pilot-scale with ten different membranes

Membrane type	Water flux	Dye removal (%)	Salt removal (%) at 20°C	Bulk concentration at visible bleed-through (mg/l)
Ultrafiltration	Medium-high	95–99	0	40–200
Nanofiltration	Medium-high	99.5–99.9	10–20	400–2000
Reverse osmosis	Low	100	100	None

Figura 2.6 Resultados experimentales de flux, rechazo al colorante y rechazo a la sal, con diferentes membranas

## Capítulo 3 Procedimiento Experimental

En este capítulo se mencionan las principales características de los elementos que intervienen en la parte experimental, como es la planta piloto empleada para realizar los ensayos con la membrana de nanofiltración, al igual que la membrana utilizada, y cada uno de los materiales y reactivos utilizados para realizar los ensayos y de esta manera obtener los resultados de la investigación.

### 3.1 Descripción de la Planta Piloto.

Los diferentes ensayos que se realizaron con la membrana de nanofiltración, se llevaron a cabo en una planta piloto que aparece en la Figura 3.1, la planta fue diseñada en el Departamento de Ingeniería Química y Nuclear de la Universidad Politécnica de Valencia.

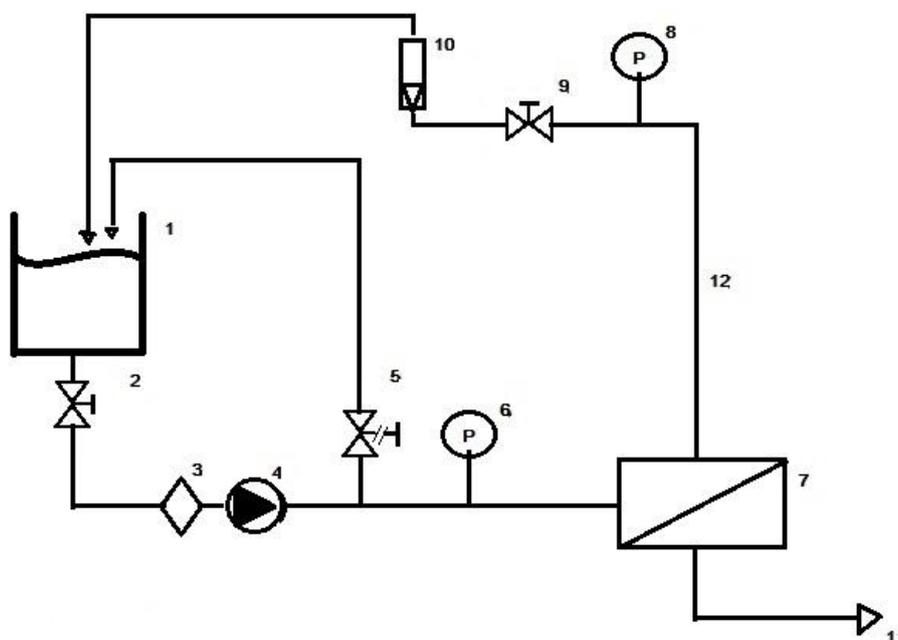


Figura 3.1 Esquema de la Planta Piloto

Leyenda:

- |                                 |                                |
|---------------------------------|--------------------------------|
| 1. Tanque de Alimentación.      | 7. Membrana de nanofiltración. |
| 2. Válvula.                     | 8. Manómetro de salida.        |
| 3. Filtro de cartucho.          | 9. Válvula de regulación.      |
| 4. Bomba de velocidad variable. | 10. Caudalímetro.              |
| 5. Válvula de seguridad.        | 11. Línea de permeado.         |
| 6. Manómetro de entrada.        | 12. Línea de rechazo.          |

La puesta en marcha de la planta piloto comienza por la verificación de que cada uno de sus elementos estén listos para el arranque de la bomba y la correcta circulación de la disolución alimento. Una vez observado esto, se continúa con el arranque de la bomba de alimentación (4), que se enciende mediante un cuadro de mandos de la instalación. Con la bomba encendida la disolución empieza a circular desde el tanque de alimentación (1), pasando primero a través de un filtro de cartucho (3), que sirve para retener las partículas de mayor tamaño que posiblemente se encuentren en la disolución alimento, este paso se hace para evitar posibles daños tanto a la bomba como a la membrana. La bomba impulsa la disolución a una presión de alimento propuesta según el ensayo que se vaya a realizar y se controla mediante un manómetro (6). A continuación, la disolución alimento pasa a un módulo plano donde está ubicada la membrana de nanofiltración (7), en esta zona la disolución alimento se divide en permeado que circula por una línea (11), y en rechazo que sigue dentro de otra línea de circulación (12). En la línea de rechazo se encuentra también un manómetro (7) y un caudalímetro (10) que permiten controlar la presión y el caudal de trabajo, respectivamente, el líquido de rechazo regresa al tanque de alimentación. Para ajustar la presión, la instalación cuenta con una válvula de regulación (9) y el ajuste de caudal se hace con el variador de velocidad que se encuentra en el cuadro de mandos de la instalación. La instalación cuenta además, con una válvula de seguridad (5) ubicada a la salida de la bomba, de tal forma que en el caso de sobrepresión el alimento sería descargado al depósito de alimentación.

En la Figura 3.2 se muestra una fotografía de la Planta Piloto experimental donde se llevaron a cabo todos los ensayos.



*Figura 3.2 Planta piloto de Nanofiltración.*

### 3.2 Descripción de la membrana de Nanofiltración.

Para la realización de este trabajo de fin de master, se utilizó la membrana DURASLICK NF 2540, las características más importantes de esta membrana se mencionan en la Tabla 3.1.

*Tabla 3.1 Características de la membrana NF Duraslick.*

<b>Propiedades de la membrana NF 2540 Duraslick</b>	
Material	Poliamida
Fabricante	General Electric
Superficie	2.2 m <sup>2</sup>
Máxima presión de trabajo	41,37 bar
Máxima temperatura de trabajo	122 °F (50 °C)
Tolerancia al cloro	500 ppm/h
Rango de pH	2 – 11
% Rechazo a MgSO <sub>4</sub>	96
pH de operación	3 – 9
Rango pH de limpieza	2 – 10,5
Flux típico de trabajo	15 -25 L/hm <sup>2</sup>
Presion de trabajo	6.9 bar
Tamano diámetro de poro	0,80 – 1,20 nm

Cabe destacar, que la membrana se encuentra en un módulo plano que consta de dos placas de metal que contienen unos conductos por donde circula el líquido para que entre en contacto con la membrana. Por esta razón esta se cortó de acuerdo a las dimensiones del módulo plano de la planta piloto como se muestra en la Figura 3.3.



*Figura 3.3. Recorte de la Membrana NF 2540 Duraslick que se utiliza en la planta piloto*

Las dimensiones del corte de membrana son 14.8 cm por 6.1 cm, dándonos como resultado un área efectiva de trabajo de 90.28 cm<sup>2</sup>.

### 3.3 Preparación y caracterización de la disolución alimento.

Se preparó la disolución alimento simulando un agua residual de efluentes reales de la industria textil, se preparó 10 litros con una concentración de 400 ppm de colorante Remazol azul, y se fue variando la concentración de sal desde 0 hasta 2900 ppm. En total se prepararon seis disoluciones alimento, tal y como se muestra en la Tabla 3.2 según el diseño de experimentos planteado.

*Tabla 3.2. Ensayos planteados para la realización del trabajo de fin de master.*

Ensayo	UP (bar)	Alimento	[colorante] (ppm)	[NaCl] (ppm)
<b>Ensayos colorante</b>				
1	8	A1	400	0
2	12	A1	400	0
3	16	A1	400	0
<b>Ensayos colorante +sal</b>				
1	12	A2	400	86
2	8	A3	400	500
3	16	A3	400	500
4	5	A4	400	1500
5	12	A4	400	1500
6	12	A4	400	1500
7	16	A4	400	1500
8	5	A5	400	2500
9	8	A5	400	2500
10	16	A5	400	2500
11	12	A6	400	2900

### 3.4 Ensayos experimentales.

#### 3.4.1 Ensayo de Permeabilidad.

Este ensayo consiste en medir parámetros de permeabilidad de la membrana de NF Duraslick, para lo cual se realiza con agua desionizada, una vez puesta en marcha la planta piloto, se calibran las condiciones de trabajo, en este caso el caudal de salida es de 200 (L/h), a una temperatura de 20 °C la cual se controla mediante un dedo frío insertado en el tanque de alimentación. Para obtener la permeabilidad de la membrana se calcula la densidad de flujo de permeado  $J_p$  (L/m<sup>2</sup>h), a diferentes presiones de trabajo, que son de 4, 8, 12 y 16 bar.

Con cada presión se mide el caudal de permeado, esto se realiza tomando una muestra de permeado en una probeta durante un tiempo determinado, en este caso se planteó trabajar con un volumen fijo y tomar el tiempo que era necesario para llegar a ese volumen, y así obtener el caudal de permeado ( $Q_p$ ) en ml/s; esta medida se realiza cuatro veces con un intervalo de 15 minutos entre cada medida, se repite este procedimiento con cada una de las presiones de trabajo anteriormente mencionadas, teniendo en cuenta que se debe dejar un tiempo de 15 a 20 minutos para que se estabilice la membrana cada vez que se modifica la presión de trabajo.

### 3.4.2 Ensayos con disolución alimento

Como se puede observar en la Tabla 3.2 los ensayos que se van a realizar consisten en trabajar a 3 presiones transmembranales, y con una disolución alimento que tenga una concentración de colorante constante y a concentraciones de sal variables.

Los ensayos se inician con la preparación de la disolución alimento, se prepara 10 litros de A1 (400 ppm de colorante, 0 ppm de sal). Con la planta puesta en marcha se calibra el caudal de salida a 200 L/h, y una temperatura de 20 °C la cual se controla mediante el uso de un dedo frío insertado en el tanque de alimentación. Se toman medidas de caudal de permeado  $Q_p$  de la misma manera que se realizó en el ensayo de permeabilidad, esta vez variando las presiones de trabajo entre 8, 12 y 16 bar. Se debe medir la conductividad de cada una de las muestras de permeado y también de alimento, se guarda una muestra de permeado y alimento pertenecientes a cada presión de trabajo, con la finalidad de obtener el índice de rechazo al color (IR color %) mediante el espectrofotómetro y también el índice de rechazo a la DQO (IR DQO %).

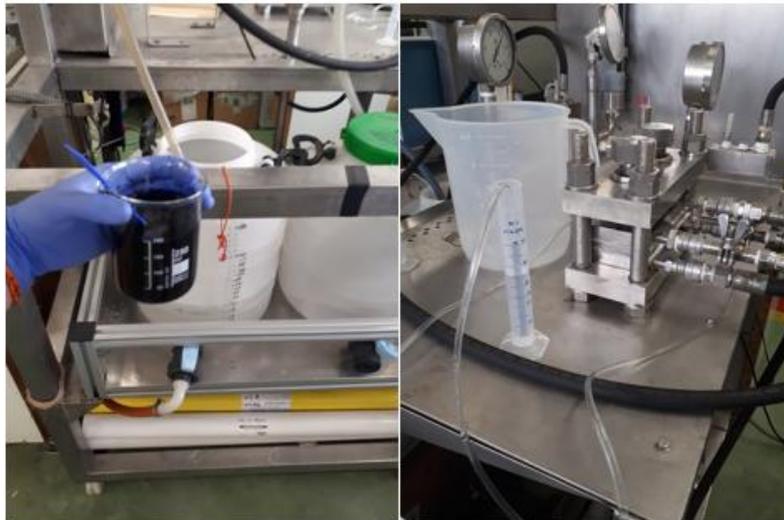
Se continúa con los siguientes ensayos con las disoluciones alimento A2, A3, A4, A5, y A6, en las mismas condiciones de trabajo del ensayo anterior caudal; de salida a 200 L/h, temperatura de 20 °C. Se comienza por la disolución A2 (400 ppm de colorante, 86 ppm de sal) y se obtiene las medidas de  $Q_p$  a 12 bar, se guarda una muestra y se mide la conductividad de alimento y permeado, luego se continua con la disolución A3 (400 ppm de colorante, 500 ppm de sal), y se toman las medidas a 8 bar y 16 bar. De la misma manera, se guardan las muestras respectivas de alimento y permeado y se mide la conductividad de cada una de ellas.

En el siguiente ensayo, la concentración de sal de la disolución alimento se aumenta a 1500 ppm (A4), con las mismas condiciones de trabajo de los anteriores ensayos, se mide  $Q_p$  dos veces a 12 bar con una duración de dos horas, y luego a 16 bares, guardando las muestras respectivas de alimento y permeado, midiendo la conductividad de cada una de ellas.

Para finalizar estos ensayos, se aumenta la concentración de sal en la disolución a 2500 ppm (A5), con las mismas condiciones de trabajo se mide  $Q_p$  a 8 y 16 bar, guardando las muestras respectivas de alimento y permeado y midiendo la conductividad de cada una. Luego se termina con la disolución A6 (400 ppm de colorante, 2900 ppm de sal), y se

mide  $Q_p$  solo a 12 bar y se toma una muestra de alimento y permeado de igual manera que se hizo con los ensayos anteriores.

La Figura 3.4 nos muestra fotografías del método empleado para tomar las muestras respectivas de cada ensayo.



(a) (b)  
*Figura 3.4 Toma de muestras de alimento (a) y permeado (b).*

### 3.4.3 Ensayo de larga duración.

El ensayo de larga duración consiste en fijar las condiciones de trabajo, en este caso se preparan 10 litros de disolución alimento conformada por 400 ppm de colorante y 2500 ppm de NaCl, un caudal de salida de 200 L/h y una presión transmembranal de 16 bares, a una temperatura de 20 °C. En este ensayo se mide  $Q_p$  y se tomaran muestras de permeado cada 30 minutos durante 5 horas, de igual manera se guarda una muestra de alimento y las muestras de los permeados cada 30 minutos, midiendo su conductividad.

### 3.4.4 Protocolo de limpieza.

Una vez finalizados cada uno de los ensayos se procedió a comprobar el estado de ensuciamiento de la membrana. El protocolo general consta de cuatro etapas que se describen a continuación:

#### 1) Enjuagar con agua destilada

- Verificar el pH y conductividad del agua destilada a utilizar en el enjuague.
- Enjuagar con el agua sin presión y caudal elevado (400L/h).
- No recircular la corriente de rechazo al tanque de alimentación hasta que sus conductividades sean muy parecidas.

## 2) Verificar flux recuperado (FR)

- Medir el caudal de permeado de la membrana de NF y calcular la densidad de flujo ( $J_p'$ ) a una presión transmembranal  $P = 16$  bar y caudal de rechazo  $QR = 200$  L/h.
- Calcular el flux recuperado con la siguiente fórmula:  $FR = (J_p'/J_p) * 100$
- Si,  $FR > 90\%$  finalizar protocolo limpieza.
- Si,  $FR < 90\%$  pasar a limpieza química.

## 3) Limpieza química- básica

- Se añade al tanque de alimentación una disolución de NaOH 5M hasta alcanzar  $pH = 10$ .
- Limpieza sin presión y caudal elevado durante 20 minutos con recirculación del rechazo y corriente de permeado al tanque de alimentación.
- Vaciar tanque y repetir pasos 1) y 2)
- Si es necesario continuar limpiando ir a la etapa 4)

## 4) Limpieza química- ácida

- Se añade al tanque de alimentación una disolución de HCl 5M hasta alcanzar  $pH=4$ .
- Limpieza sin presión y caudal elevado durante 20 minutos con recirculación del rechazo y corriente de permeado al tanque de alimentación.

### 3.5 Métodos analíticos.

#### 3.5.1 Determinación de retención de sales.

Para la determinación de la retención de las sales por parte de la membrana de NF, se toman medidas de conductividad de todas las muestras, tanto del permeado como del alimento, ya que la conductividad es un valor muy utilizado para medir la cantidad de sales disueltas existentes en el agua, y con estos datos se puede determinar el rechazo que posee la membrana frente a las sales. La Figura 3.5, nos muestra una fotografía del conductímetro utilizado.



Figura 3.5 Conductímetro (Ela OHM) usado en los ensayos.

### 3.5.2 Determinación del índice de rechazo al color

La eliminación del color por parte de la membrana se determina mediante métodos espectrofotométricos, utilizando un espectrofotómetro HP UV-Visible, y un Software en el cual se calibran las longitudes de onda a las cuales queremos obtener nuestros datos, midiendo la absorbancia a las siguientes longitudes de onda ( $\lambda$ ) 436, 525 y 620 nm. Posteriormente se utilizan las muestras de permeados y alimentos tomadas en los ensayos, para obtener los datos de absorbancia, teniendo en cuenta que las muestras de alimento poseen una gran cantidad de color se realiza previamente una dilución de 1/10 a cada muestra.

El color se obtiene mediante la siguiente ecuación de color media de absorbancias:

$$Colour = \frac{A_{(\lambda=436nm)}^2 + A_{(\lambda=525nm)}^2 + A_{(\lambda=620nm)}^2}{A_{(\lambda=436nm)} + A_{(\lambda=525nm)} + A_{(\lambda=620nm)}}$$

(Ec. 3.1)

### 3.5.3 Determinación de la DQO

La demanda química de oxígeno (DQO) es un parámetro que sirve para medir el grado de contaminación de efluentes líquidos, determinando la cantidad de componentes disueltos o en suspensión susceptibles a ser oxidados químicamente y se mide en mgO<sub>2</sub>/L.

La obtención de la DQO de las muestras tomadas durante los ensayos, se utiliza un kit de DQO de rango de 25 a 1500 ppm para las muestras de alimento y de 10 a 150 ppm para las muestras de permeado, estos kits de DQO contienen tubos de ensayo con una disolución lista solo para que se mezcle con la muestra y luego mediante un espectrofotómetro NOVA (como se puede ver en la Figura 3.6) se obtienen automáticamente la medida de la DQO de cada una de las muestras en mgO<sub>2</sub>/L.



Figura 3.6 Lectura de DQO, espectrofotómetro NOVA.

El procedimiento de preparación es el siguiente:

- En primer lugar, se debe poner en suspensión el sedimento que contienen los tubos del kit con un leve movimiento pendular.
- Luego se pone 3 ml de la muestra de la cual queremos obtener el valor de DQO y se mezcla vigorosamente.
- El siguiente paso es dejar los tubos en un termoreactor durante 2 horas a 148 °C.
- Transcurrido las 2 horas se deja enfriar los tubos en una cubeta durante 10 minutos para luego realizar una ligera agitación por balanceo.
- Al terminar la agitación se deja enfriar los tubos hasta que estos se encuentren a temperatura ambiente y así poder realizar la medición en el espectrofotómetro NOVA de DQO.

Las muestras que serán analizadas, son seleccionadas tras el análisis de los resultados de los ensayos, y se escogieron aquellas muestras que obtuvieron un mayor rechazo al color y un menor rechazo a la sal, tomando solo una de alimento y otra de permeado, para cada una de las diferentes concentraciones de sal que se plantearon en los ensayos.

#### 3.5.4 Análisis de resultados con el Software Statgraphics

El programa Statgraphics es un software que está diseñado para facilitar el análisis estadístico de datos. Mediante su aplicación es posible realizar unos análisis descriptivos de una o varias variables, utilizando gráficos que expliquen su distribución o calculando sus medidas características.

## Capítulo 4 Resultados

En este capítulo se muestran todos los resultados obtenidos de la investigación, tanto de los ensayos de permeabilidad, como los ensayos con la disolución problema y todos los resultados de la analítica.

### 4.1 Caracterización de la Membrana de Nanofiltración.

La caracterización de la membrana se la realizó mediante ensayos de permeabilidad de Nanofiltración con agua desionizada. Este ensayo se realizó tres veces para dar una mayor fiabilidad al ensayo.

Los resultados obtenidos se muestran en la Figura 4.1, ajustándolos a una recta que pasa por el origen de coordenadas, y cuya pendiente será el coeficiente de permeabilidad de la membrana.

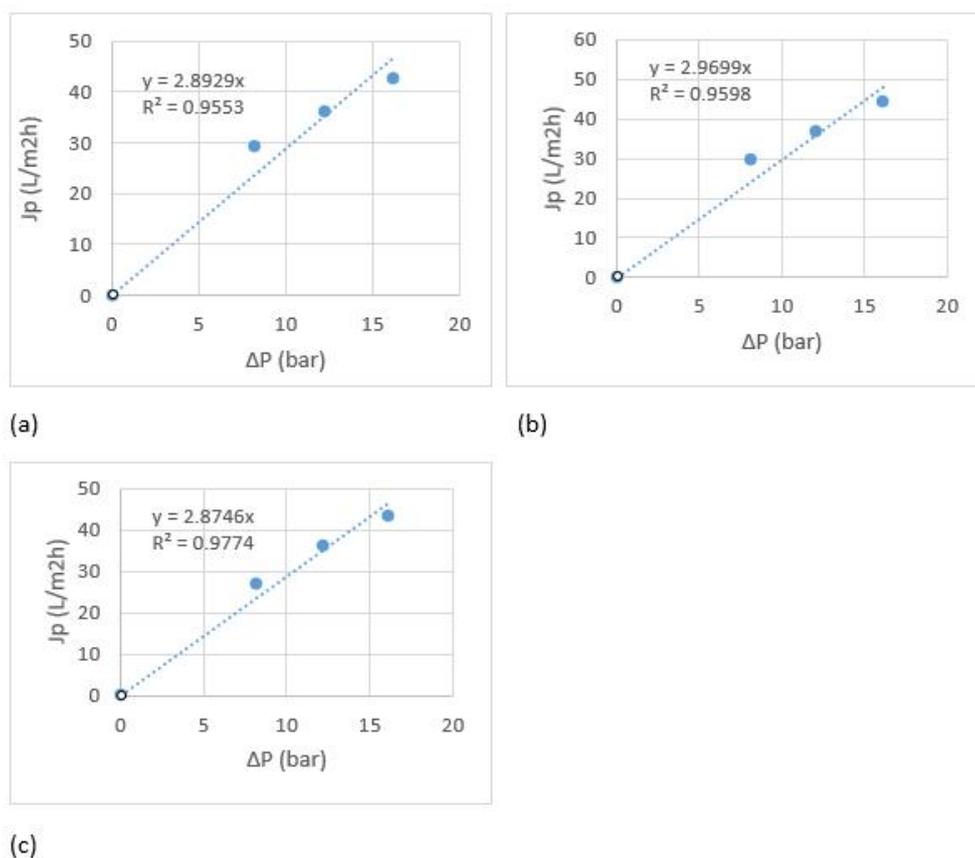


Figura 4.1 Evolución de  $J_p$  ( $L/m^2h$ ) con respecto a  $\Delta P$  (bar). Primer ensayo (a), segundo ensayo (b) y tercer ensayo (c).

La densidad de flujo de permeado  $J_p$  ( $L/m^2h$ ) de la membrana fue obtenida teniendo en cuenta el área de la membrana de NF que actúa en la planta piloto; esta área es de  $90.28 \text{ cm}^2$ . Como se puede observar en la Figura 4.1, se realizaron tres ensayos de permeabilidad al agua ya que con el primer ensayo (a) la tendencia no es tan lineal como

se esperaba y lo podemos corroborar con el valor de  $R^2 = 0.95$  cuando un valor normal es de 0.99, en los siguientes dos ensayos se obtuvo un valor de  $R^2 = 0.95$  en el ensayo (b) y en el ensayo (c)  $R^2 = 0.98$ .

La densidad de flujo de permeado  $J_p$  ( $L/m^2h$ ) aumenta según se va incrementando la presión transmembranal aplicada (8, 12 y 16 bar). Los coeficientes de permeabilidad al agua que presentan cada uno de los ensayos fueron muy similares dándonos como resultado 2.89 ( $L/m^2.h.bar$ ), 2.97 ( $L/m^2.h.bar$ ) y 2.87 ( $L/m^2.h.bar$ ).

#### 4.2. Ensayos con el diseño de experimentos.

Los resultados de los ensayos con una concentración fija de colorante más una variación en la concentración de la sal en el alimento se muestra en la Tabla 4.1. En ella se evidencian los resultados de los índices de rechazo a la sal y al colorante, dándonos la oportunidad de analizar la influencia de la sal en la eliminación del colorante, así como el comportamiento que tiene la membrana frente a la presencia de la sal que le aporta una alta conductividad a la disolución alimento.

*Tabla 4.1. Resultados de  $J_p$  y rechazos de todos los ensayos de experimento.*

$\Delta P$ (bar)	NaCl (ppm)	Rcolor (%)	Rsal (%)	RDQO (%)	$J_p$ ( $L/m^2h$ )
8	0	99.330	84.00		27.182
12	0	99.739	85.58		35.491
16	0	99.679	86.37	97.06	41.624
12	86	99.667	69.30		36.506
8	500	99.706	37.50		27.244
16	500	99.741	47.86	98.24	44.529
5	1500	99.671	32.04		18.158
12	1500	99.699	38.83		34.951
16	1500	99.627	40.05	98.71	41.037
12	1500	99.559	38.59		34.970
5	2500	99.503	17.01		20.024
8	2500	99.628	21.05		28.778
16	2500	99.601	26.98	95.95	44.664
12	2900	99.731	21.82		36.087

#### 4.2.1 Densidad de flujo de permeado $J_p$ ( $L/m^2h$ ).

En la Figura 4.2, se muestra los resultados obtenidos de la densidad de flujo de los ensayos realizados con el alimento A1 (400 ppm de colorante y 0 ppm de sal).

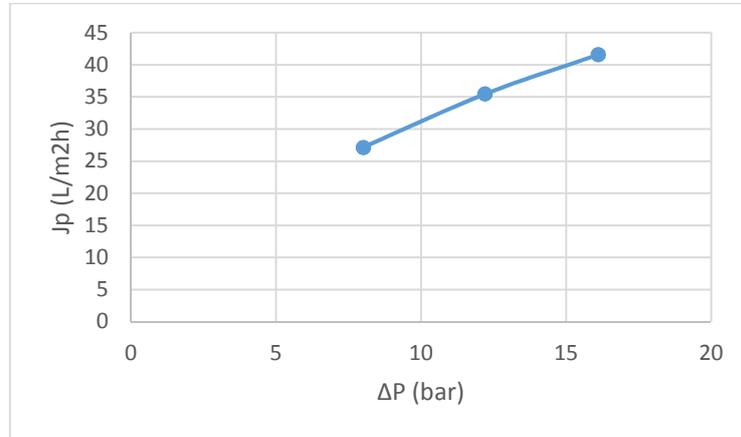


Figura 4.2. Evolución de  $J_p$  frente al aumento de la presión de permeado de los ensayos solo con colorante.

En este caso la tendencia que sigue la evolución de  $J_p$  ( $L/m^2h$ ) se puede ver afectada por la presencia de colorante en el alimento, se observa que  $J_p$  ( $L/m^2h$ ) aumenta según se incrementa la presión, este aumento no es lineal, ya que se puede observar una pequeña curvatura.

Los resultados de la Tabla 4.1, también fueron interpretados al relacionar la densidad de flujo del permeado con el incremento de la presión transmembranal y el aumento de la concentración de la sal en las disoluciones alimento.

En la Figura 4.3, se puede observar como  $J_p$  aumenta con el aumento de la presión, con la diferencia que según aumenta la concentración de la sal en los ensayos,  $J_p$  tiene un ligero incremento en cada una de las presiones de ensayo, lo cual nos dice que apenas se nota la influencia de la concentración de sal en la densidad de flujo de permeado. Se espera que a medida que aumente la concentración de sal, disminuya el flujo de permeado pues hay un incremento en la presión osmótica. Sin embargo, a partir de los resultados experimentales, podría decirse que apenas se nota el efecto de la concentración sobre la densidad de flujo de permeado para las diferentes adiciones de sal ensayadas. Teniendo su punto más alto a una presión de 16 bar y una concentración de sal de 2500 ppm de sal.

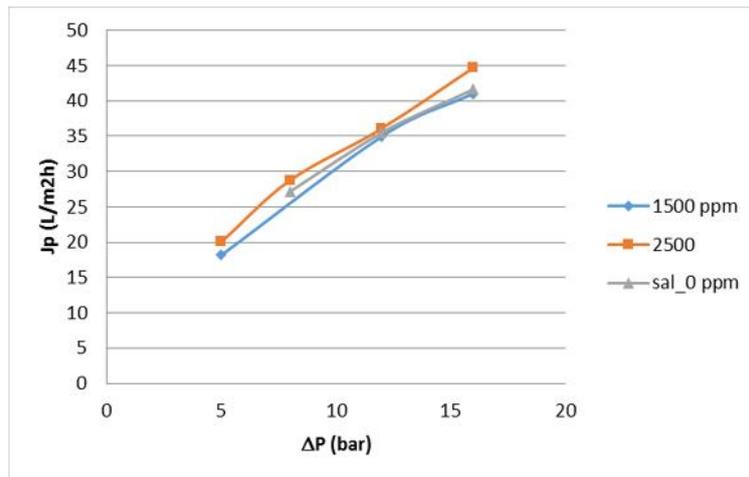


Figura 4.3 Efecto de la presión sobre Jp.

En la figura 4.4, se observa la evolución de Jp con respecto al incremento de la concentración de la sal a una presión constante, se puede ver la influencia que tiene la sal sobre Jp.

A una presión de 8 bar según aumenta la concentración de sal el valor de Jp (L/m<sup>2</sup>h) aumenta ligeramente, a diferencia de los ensayos a presión de 12 bar, donde Jp (L/m<sup>2</sup>h) presenta ligeros cambios, que prácticamente no representan una clara influencia por el cambio de concentración de la sal. A una presión de 16 bar se observa que el punto a 1500 ppm de sal el valor de Jp (L/m<sup>2</sup>h) disminuye claramente con respecto a los valores de concentración menores, pero a vuelve a aumentar a una concentración de 2500 ppm de sal.

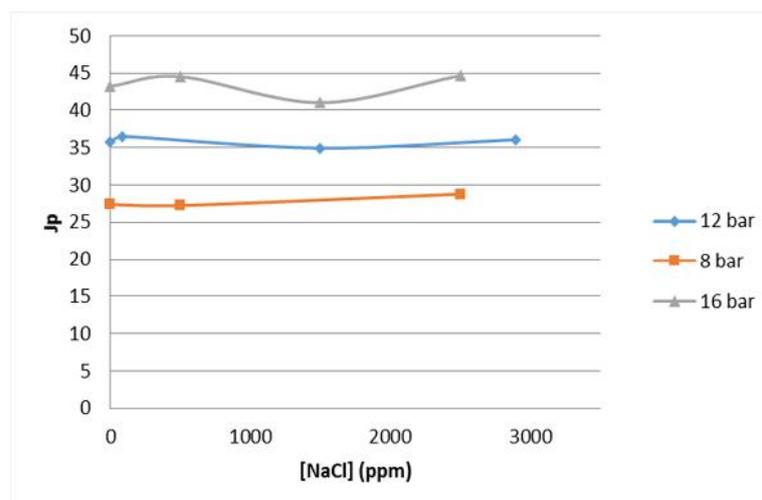


Figura 4.4. Efecto de la concentración de sal sobre Jp.

#### 4.2.2 Índice de rechazo (IR).

De igual manera se analiza los resultados de la Tabla 4.1, frente al índice rechazo al colorante y el índice rechazo a la sal que posee la membrana de NF, según se incrementa la presión y también la concentración de la sal en la disolución alimento.

- Índice de Rechazo al color (IR color)

Para calcular el índice de rechazo al color, cada una de las muestras tomadas de los ensayos se analizaron en el espectrofotómetro HP de luz UV-Visible. La Tabla 4.2, nos muestra los resultados de las lecturas del espectrofotómetro obtenidos para la disolución alimento A1.

Tabla 4.2 Resultados del análisis espectrofotométrico de las muestras de los ensayos con colorante.

Muestra	Longitud de onda (nm)			COLOR
	436	525	620	
Colorante 400 ppm alimento	0.12624	0.24516	0.53118	3.9685
Colorante [400 ppm] (8bar) permeado	0.03239	0.02404	0.02047	0.0266
Colorante [400 ppm] (12bar) permeado	0.01148	0.009152	0.01016	0.0104
Colorante [400 ppm] (16bar) permeado	0.01486	0.011258	0.011408	0.0127

Como se puede observar en la Figura 4.5, existe un rechazo muy similar prácticamente de un 99% en todas las presiones de ensayo, por lo que se puede decir que la membrana de NF es una muy buena opción para la eliminación del colorante Remazol azul.

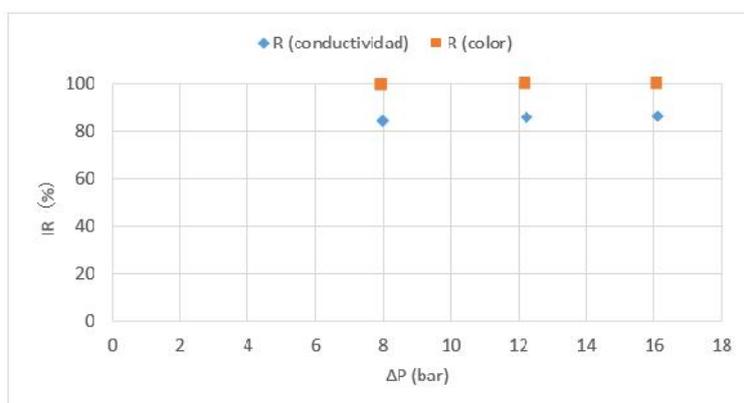


Figura 4.5 Rechazo al color y a las sales presentes en el alimento A1.

También nos presenta un rechazo a la sal, teniendo en cuenta que el alimento A1 fue preparado solo con 400 ppm de colorante, este también presenta cierta conductividad, por esta razón se puede calcular el rechazo a la sal presente, en este caso se obtiene un aumento en el rechazo a la sal según se incrementa la presión transmembranal, variando de 81 al 88% aproximadamente. Prácticamente puede considerarse que se mantiene constante.

- Índice de Rechazo a la sal.

Para calcular el índice de rechazo a la sal se utilizaron los datos de conductividad obtenidos en los ensayos, en los cuales según el diseño experimental se obtenga más de tres puntos referenciales para que su interpretación sea más fácil. Al mismo tiempo, se hace una comparación con el índice de rechazo al color para ver la influencia de la variación de la concentración de sales en la disolución alimento y ver si la membrana es apta para separar el color de la sal.

En la Figura 4.6, se analiza la influencia que tiene el aumento de la presión transmembranal en el índice de rechazo al color y a la sal, tomando las muestras de las disoluciones alimento A1, A4 y A5.

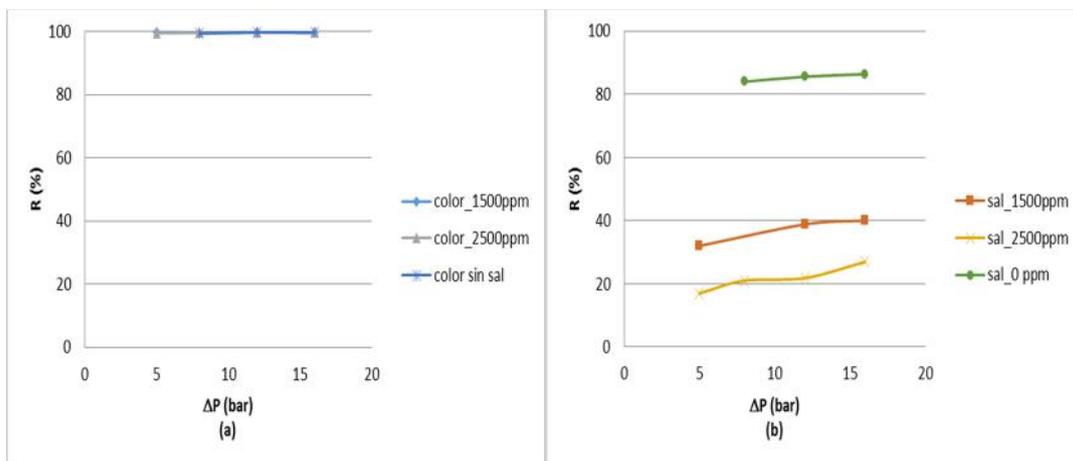


Figura 4.6 Efecto de la presión sobre (a) rechazo al color y (b) rechazo a la sal.

El efecto que tiene la presión sobre el rechazo al colorante (a) y la sal (b) por parte de la membrana NF, es ascendente, esto quiere decir que según se va aumentando la presión transmembranal el índice de rechazo en (a) y (b) incrementa, esto es más evidente en (b) donde se puede observar claramente el incremento del índice de rechazo en las disoluciones alimento. En cambio, el rechazo al color tiene un pequeño incremento casi imperceptible, manteniéndose en un 99% en los 3 puntos de referencia.

La Figura 4.7 nos muestra como la concentración de sal influye en el rechazo de la membrana de NF, donde se puede observar como el incremento de la concentración de

la sal no influye en el rechazo al color (a), donde el valor se mantiene alrededor de 99%, en cambio el rechazo a la sal (b) disminuye de manera considerable según aumenta la concentración de la sal de la disolución alimento.

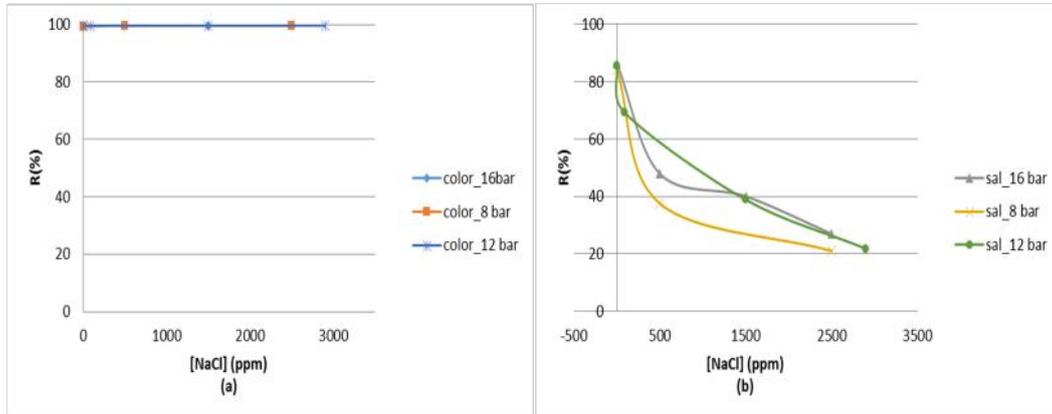


Figura 4.7 Efecto de la concentración de sal sobre (a) rechazo al color y (b) rechazo a la sal.

Podemos decir, que con una membrana de NF se podría separar de una disolución el color y la sal, tomando como referencia el punto más bajo del índice de rechazo a la sal y el punto más alto del índice de rechazo al colorante se puede ver claramente la gran diferencia que existe entre uno y otro, teniendo un 99,60% de rechazo al colorante y un 26.98% de rechazo a la sal a una concentración de 2500 ppm. Lo cual nos dice que es posible eliminar con eficiencia el color de una disolución con una alta conductividad.

- Índice de Rechazo DQO.

Para el análisis de DQO fueron escogidas 4 muestras de permeado y cuatro de alimento, para esta selección se tomó en cuenta las muestras que poseían un mayor índice de rechazo al colorante y un menor índice de rechazo a la sal, por lo que se seleccionaron los ensayos a 16 bar de las disoluciones alimento A1, A3, A4 y A5. Los resultados los podemos ver a continuación en la Tabla 4.3.

Tabla 4.3 Resultados del análisis de DQO.

		DQO (mgO <sub>2</sub> /L)					
$\Delta P$ (bar)= 16 bar		L1	L2	L3	Promedio	DQO final	R DQO (%)
<b>Alimento</b>	A1 [0 ppm]	63	65	66	64.67	646.67	97.06
	A3 [500 ppm]	111	106	106	107.67	1076.67	98.24
	A4 [1500 ppm]	157	162	146	155.00	1550.00	98.71
	A5 [2500 ppm]	56	54	53	54.33	543.33	95.95
<b>Permeado</b>	P1 [0 ppm]	19	19	19	19.00	19.00	
	P3 [500 ppm]	19	19	19	19.00	19.00	
	P4 [1500 ppm]	20	20	20	20.00	20.00	
	P5 [2500 ppm]	22	22	22	22	22	

Cada muestra de alimento que fue tomada se les hizo una dilución de 1/10 para que la cantidad de cloruros y el color no interfiera en el análisis de la DQO, una vez realizado esto, se puede observar una gran disminución en los valores de DQO de los permeados con respecto al alimento, lo cual se traduce en que la membrana de NF logra depurar el agua de una manera muy eficiente obteniendo valores finales de DQO aceptables, pero como se observa en la Tabla 4.3, existió un problema con la muestra de alimento a 2500 ppm de sal (A5), dando como resultado de DQO un valor menor a las otras muestras que poseen menor concentración.

A continuación, en la Figura 4.8, se observa una fotografía, que nos muestra el aspecto que tenía la disolución alimento que simulaba el agua residual de la industria textil, junto con una muestra de permeado, donde se puede apreciar claramente la eliminación de color.



*Figura 4.8 Aspecto de la disolución alimento y permeado tras la finalización de los ensayos.*

#### 4.3 Análisis estadístico

Se realizó un análisis de los resultados obtenidos de densidad de flujo de permeado, el índice de rechazo a la sal y el índice de rechazo al color por el diseño de experimentos, en el programa Statgraphics Centurion.

- Resultados para  $J_p$

La Tabla 4.4 están representados los efectos estimados para  $J_p$  ( $L/m^2 h$ ), muestra las estimaciones para cada uno de los efectos estimados y las interacciones. También se muestra el error estándar de cada uno de estos efectos, el cual mide su error de muestreo. Note también que el factor de inflación de varianza (V.I.F.) más grande, es igual a 1,31275. Para un diseño perfectamente ortogonal, todos los factores serían igual a 1. Factores de 10 o más normalmente se interpretan como indicativos de confusión seria entre los efectos.

Tabla 4.4 Errores estándar basados en el error total con 8 g.l.

<b>Efecto</b>	<b>Estimado</b>	<b>Error Estd.</b>	<b>V.I.F.</b>
promedio	32,1297	0,799565	
A:DP	23,4629	1,04949	1,10034
B:[NaCl]	1,19658	1,08812	1,2439
AA	-2,99822	1,81875	1,31275
AB	0,286365	1,68826	1,25024
BB	2,66457	1,93037	1,19229

Para graficar los estimados en orden decreciente de importancia, el Diagrama de Pareto es la mejor opción, con este diagrama se puede observar como solo un efecto tiene una influencia positiva, que en este caso es el aumento de presión como se puede observar en la Figura 4.9.

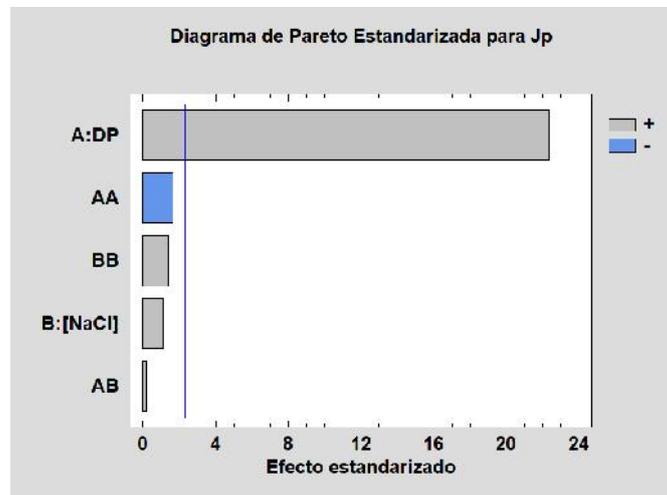


Figura 4.9 Diagrama de Pareto para Jp.

En la Figura 4.10 podemos ver como el efecto de la variación de presión tiene una mayor influencia sobre la densidad de flujo de permeado, a diferencia del efecto que tiene la variación de la concentración de la sal.

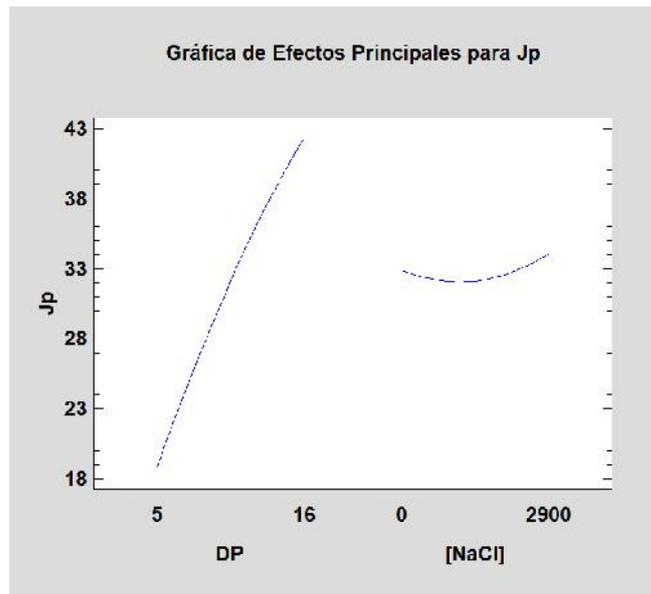


Figura 4.10 Grafica de efectos principales para JP.

La Figura 4.11, nos indica la superficie de respuesta estimada, donde los puntos rojos representan cuan alejados están los resultados experimentales de la respuesta que se esperaba teóricamente.

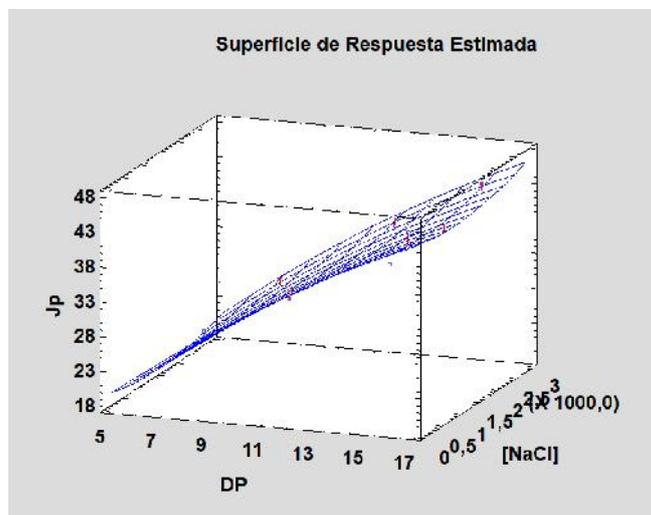


Figura 4.11 Superficie de respuesta estimada.

### Coefficiente de regresión para Jp.

La ecuación de regresión del modelo ajustado es:

$$\begin{aligned}
 Jp = & 5,27692 + 3,14766 * DP - 0,00161353 * NaCl - 0,0495573 * DP^2 \\
 & + 0,0000179539 * DP * NaCl + 6,33E^{-7} * NaCl^2
 \end{aligned}
 \tag{Ec. 4.1}$$

Donde los valores de las variables están especificados en sus unidades originales.

### Optimizar Respuesta

Nos muestra el valor óptimo que se puede obtener de Jp.

Meta: maximizar Jp

Valor óptimo = 44,4358

Para lograr el valor óptimo de IR color, el programa nos da un valor óptimo de  $\Delta P = 16$  bar y  $[\text{NaCl}] = 2900$  ppm

- Resultados para IR color

Los resultados para el índice rechazo al color, se representan de igual manera con el diagrama de Pareto como se puede ver en la Figura 4.12, donde la diferencia de presión tiene un mayor efecto sobre IR color, a diferencia de la concentración de la sal que es la menor efecto tiene en IR color. Aun así ningún efecto sobrepasa la línea de influencia.

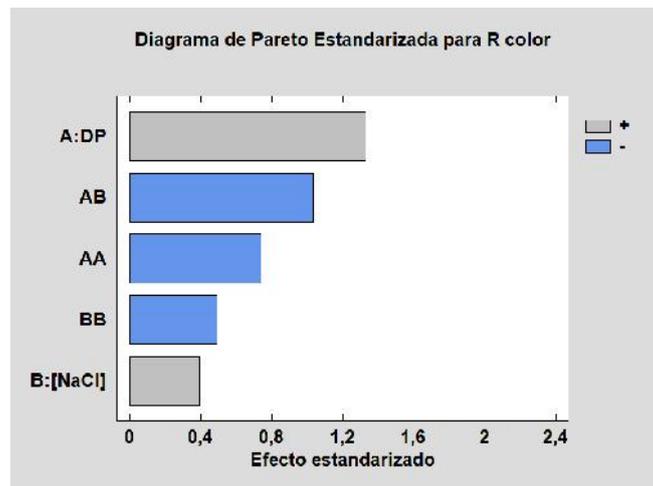


Figura 4.12 Diagrama de Pareto para el índice de rechazo al color.

La Figura 4.13, nos muestra la diferencia que existe entre los efectos que produce el aumento de la presión con el aumento de la concentración de la sal, en el índice de rechazo al color, donde prácticamente la presencia de la sal no causa un efecto significativo.

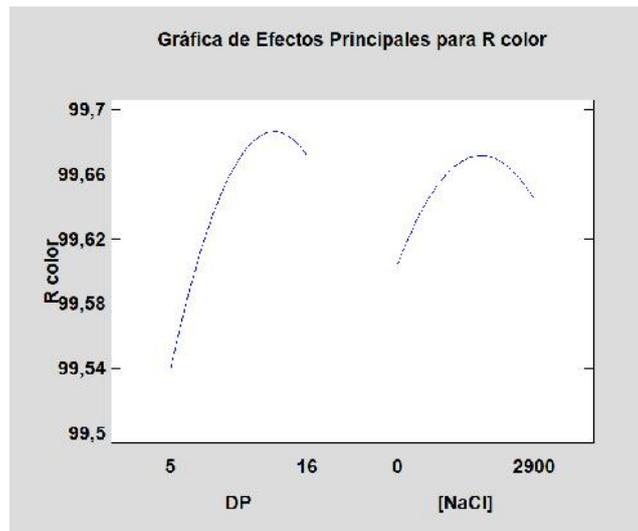


Figura 4.13. Grafica de efectos principales para IR color.

En la Figura 4.14, se puede ver como los datos experimentales están un poco más alejados de la superficie respuesta que nos proporciona el Software Statgraphics.

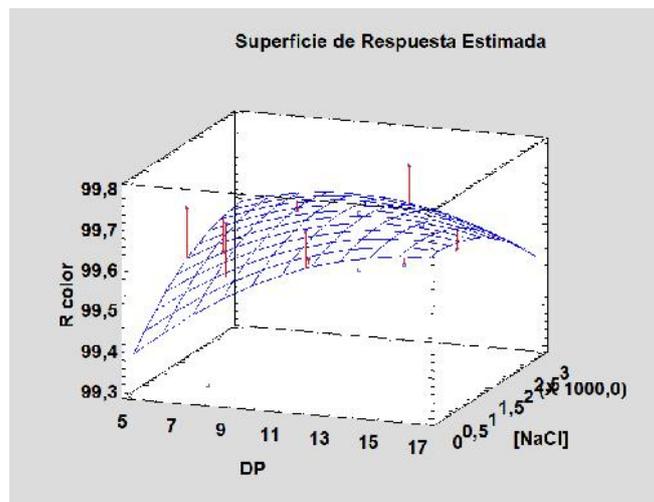


Figura 4.14. Superficie de respuesta estimada para IR color.

### Optimizar Respuesta

Meta: maximizar R color

Valor óptimo = 99,6932

Para lograr el valor óptimo de IR color, el programa nos da un valor óptimo de  $\Delta P = 15,51$  bar y  $[NaCl] = 562,279$  ppm.

- Resultados para IR Sal.

Los resultados para el índice rechazo a la sal, se representan de igual manera con el diagrama de Pareto como se puede ver en la Figura 4.15, donde la diferencia de presión no tiene un mayor efecto sobre IR sal, a diferencia de la concentración de la sal que es la que mayor efecto tiene en IR sal, pero este efecto es negativo.

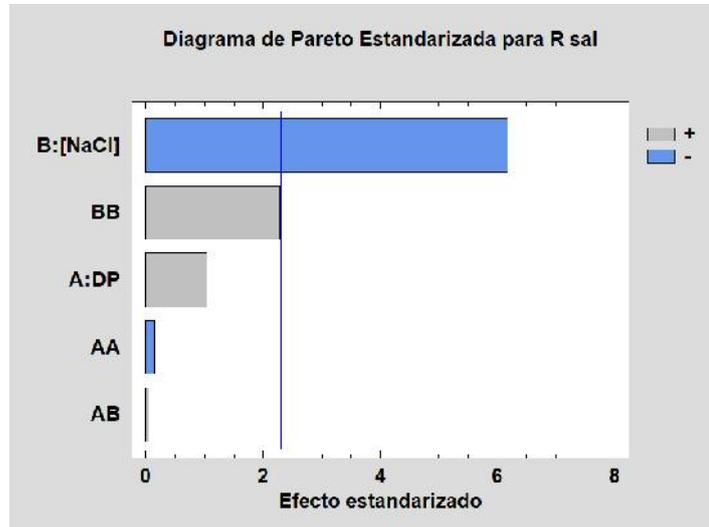


Figura 4.15. Diagrama de Pareto para IR sal.

En la Figura 4.16, se puede ver claramente como el efecto del incremento de la concentración de la sal hace que el IR de sal disminuya significativamente.

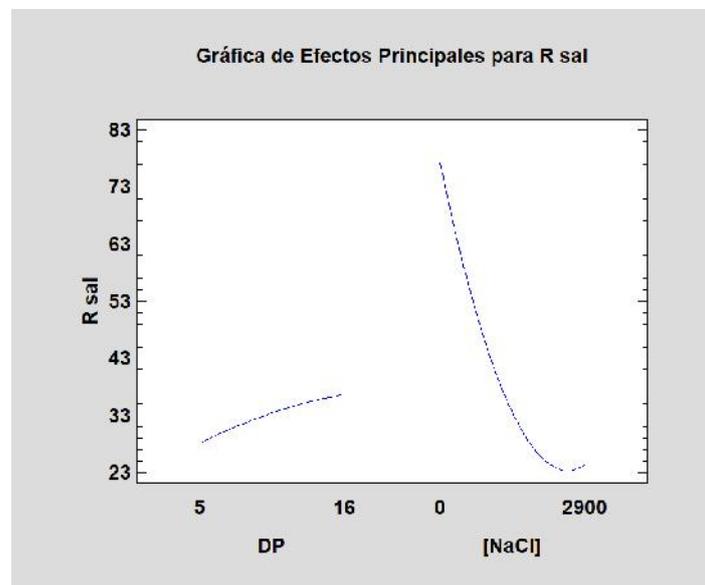


Figura 4.16. Gráfica de efectos principales para IR sal.

La figura 4.17, nos muestra como la superficie respuesta que nos da el programa es similar a los resultados experimentales.

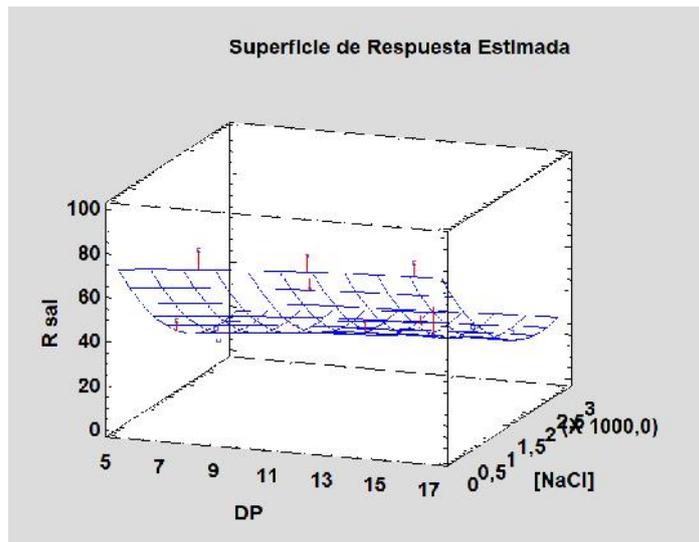


Figura 4.17. Superficie de respuesta estimada para IR sal.

### Optimizar Respuesta

Meta: maximizar R sal

Valor óptimo = 80,0978

Para lograr el valor óptimo de IR color, el programa nos da un valor óptimo de  $\Delta P = 16$  bar y  $[NaCl] = 0$  ppm. Este resultado es lógico, ya que en los ensayos donde no se añadió sal al efluente sintético y solo contenía las sales del colorante, es donde se obtuvo un mayor rechazo a la sal.

#### 4.4 Ensayo de larga duración.

Para el ensayo de larga duración se decidió seleccionar las condiciones de trabajo y las características de la disolución problema donde se obtuvieron los mejores resultados de eliminación de colorante de un efluente con alta conductividad, y como se observó en la Figura 4.7, la disolución A5, y a presión transmembranal de 16 bar fue el ensayo que mejor resultado dio según nuestro objetivo general. La Tabla 4.5, nos muestra los resultados obtenidos del ensayo de larga duración.

Tabla 4.5 Resultados ensayo de larga duración.

Muestras	Vol (ml)	tiempo (s)	Qp (L/h)	Jp (L/m <sup>2</sup> h)	ΩA (mS/cm)	Ωp (mS/cm)	IR sal (%)	IR color (%)
1	25	257	0.35	38.79	3.42	2.51	26.61	99.89
2	25	234	0.38	42.60	3.34	2.48	25.75	99.90
3	25	238	0.38	41.89	3.32	2.46	25.90	99.89
4	25	241	0.37	41.37	3.38	2.5	26.04	99.92
5	25	243	0.37	41.02	3.4	2.5	26.47	99.94
6	25	242	0.37	41.19	3.4	2.5	26.47	99.95
7	25	242	0.37	41.19	3.38	2.5	26.04	99.94
8	25	245	0.37	40.69	3.38	2.53	25.15	99.93
9	25	246	0.37	40.52	3.45	2.56	25.80	99.93
10	25	250	0.36	39.88	3.45	2.54	26.38	99.91

Como se puede observar en la Figura 4.9, durante todo el tiempo que se llevó a cabo el ensayo de larga duración se logra apreciar pequeñas diferencias en los valores de Jp (L/m<sup>2</sup>h) al inicio de los ensayos durante el transcurso del ensayo, los valores de Jp (L/m<sup>2</sup>h) se estabilizan dando valores muy similares cada vez que se tomaba una muestra.

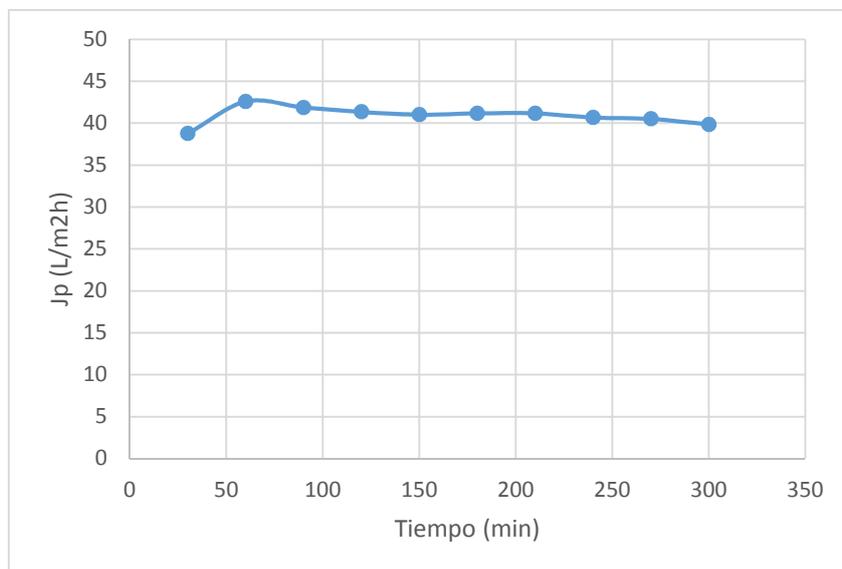


Figura 4.18 Evolución de Jp con respecto al tiempo.

La Figura 4.10 nos muestra claramente la gran diferencia que posee la membrana de NF, respecto al índice de rechazo al colorante y al índice de rechazo a la sal, prácticamente a lo largo del tiempo del ensayo la membrana presenta un índice de rechazo al color de un 99% a diferencia del índice rechazo a la sal donde se obtienen valores entre un 25% a un 26%.

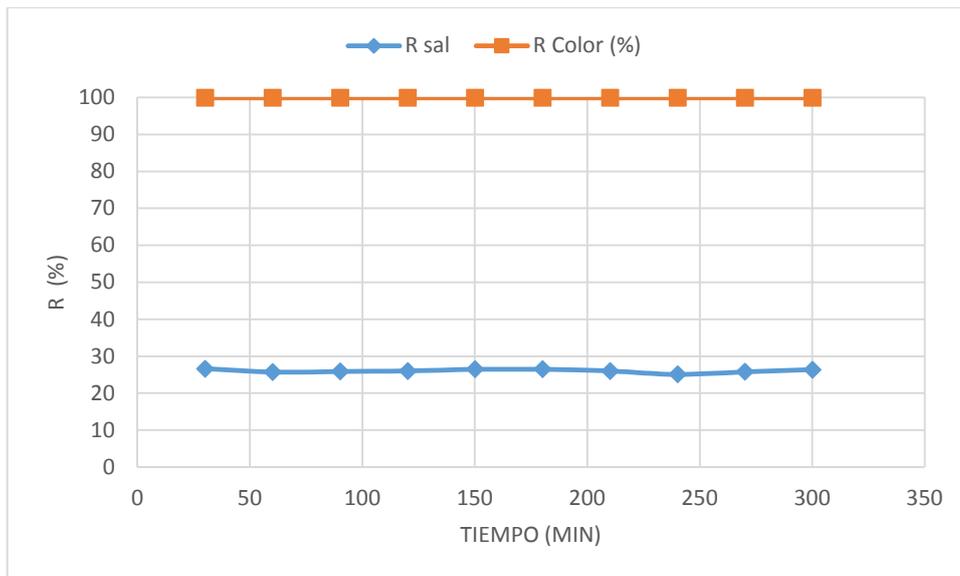


Figura 4.19 Evolución del rechazo al colorante y la sal con respecto al tiempo.

#### 4.5 Recuperación de la densidad de flujo de permeado.

Finalizados los ensayos propuestos en el diseño de experimentos, se realizó el enjuague con agua destilada. Tras verificar la densidad de flujo de permeado, se calculó el factor de recuperación de permeado, como se describió en el apartado 3.4.4 protocolo de limpieza, se obtuvo los resultados que se muestran en la Tabla 4.6.

Tabla 4.6 Factor de Recuperación (FR) de la densidad de flujo de permeado tras los ensayos.

Jp' (L/m <sup>2</sup> h)	Jp (L/m <sup>2</sup> h)	FR (%)
43.53	43.63	100
43.34	43.25	100
42.60	43.72	97
42.60	43.25	99

Como los resultados fueron mayores al 90%, no hubo necesidad de realizar una limpieza química.

## Capítulo 5 Conclusiones.

Del presente trabajo se puede concluir que mediante un proceso de membrana de Nanofiltración, es posible eliminar con éxito un colorante de un agua residual proveniente de procesos de la industria textil, sin verse influenciado por las sales presentes en este efluente.

Analizando con más detalle los resultados obtenidos en este trabajo fin de master, se puede concluir que:

- Los ensayos llevados a cabo en el laboratorio según el diseño de experimentos, permitió evaluar el efecto de la presión y la concentración de sales sobre la densidad de flujo de permeado y el índice de rechazo para la membrana seleccionada. La disolución sintética modelo simuló las características de un agua residual de la industria textil provenientes del proceso de tintura.
- La presencia de sales no tuvo una influencia significativa sobre la retención del color. Pues, el índice de rechazo al color se mantuvo prácticamente constante.
- La membrana de NF utilizada, mostró la gran capacidad de separación del colorante, obteniéndose un índice de rechazo al color de un 99%. Mientras que, a mayor concentración de sal en la disolución alimento el índice de rechazo a la sal fue menor, variando entre un 86 y 17% para todas las presiones y concentraciones ensayadas.
- Las mejores condiciones experimentales obtenidas de acuerdo al objetivo y al diseño de experimentos planteado se consiguió, a una presión transmembranal de 16 bar y una concentración de sal de 2500 ppm, pues se obtuvo la mayor densidad de flujo de permeado, con la máxima separación de colorante y el mínimo rechazo a la sal.
- Se observó que la tecnología de membranas de nanofiltración es una herramienta tecnológica adecuada para el tratamiento de las aguas cargadas con colorantes hidrosolubles. Así que, se puede concluir que la membrana de NF utilizada permite separar el colorante de las sales presentes en el agua residual simulada, con los beneficios medioambientales y económicos que conlleva la valorización de las materias primas presentes en un efluente industrial.

## Capítulo 6 Bibliografía

- [1] Ministerio de Medio Ambiente, *Guías MTD en España Sector Textil*, Madrid: Centro de Publicaciones Secretaria General Técnica Ministerio de Medio Ambiente, 2004.
- [2] Grupo Ecoindustria, «Grupo Ecoindustria,» Mayo 18 2017. [En línea]. Available: <http://www.grupoecoindustria.com/la-industria-textil-problemas-ambientales/>. [Último acceso: 4 Junio 2018].
- [3] A. Munoz, J. Alvarez y E. Asedegrega, *Gestion y Conservacion de Aguas y Suelos*, UNED, 2017.
- [4] P. Ramos, *Gestion del medio ambiente (1996-2005)*, Salamanca: Universidad de Salamanca, 2005.
- [5] F. Lockuan, *La Industria Textil Y Su Control De Calidad*, 2012.
- [6] S. Rodriguez, «Modaes,» 23 Febrero 2018. [En línea]. Available: <https://www.modaes.es/entorno/la-industria-de-la-moda-pincha-en-2017-y-desvanece-el-sueno-de-la-relocalizacion.html>. [Último acceso: 10 Junio 2018].
- [7] EURATEX, «Consejo Intertextil Esp,» Cityc, [En línea]. Available: <http://consejointertextil.com/informacion-estadistica-cityc/>. [Último acceso: 10 Junio 2018].
- [8] M. Marcucci, G. Nosenzo y G. Capannelli, «Treatment and reuse of textil effluents based on new ultrafiltration and other membrane technologies,» *Desalination*, vol. 138, pp. 75-82, 2001.
- [9] X. Castells, *Tratamiento y valorización energética de residuos*, Madrid: Ediciones Diaz de Santos, 2005.
- [10] V. Lopez y M. Crespi, «GESTIÓN DE LOS EFLUENTES DE LA INDUSTRIA TEXTIL,» 25 Abril 2017. [En línea]. Available: <http://apttperu.com/five-things-you-may-have-missed-over-the-weekend/>. [Último acceso: 25 Mayo 2018].
- [11] A. Bes, J. Mendoza, M. Alcaina, A. Iborra y M. Iborra, «Reuse of wastewater of the textile industry after its treatment with a combination of physico-chemical treatment and membrane technologies,» *Desalination*, vol. 149, nº 1-3, pp. 169-174, 2002.
- [12] I. Portos, *La industria textil en Mexico y Brasil*, Mexico: Casa Juan Pablos , 2008.
- [13] Rotatex, S.L., «Rotatex, S.L. Tinura,» [En línea]. Available: <http://www.rotatex.net/index.php/widgetkit/slideset>. [Último acceso: 28 Mayo 2018].
- [14] Instituto IMDEA, «Just Water,» [En línea]. Available: [http://www.agua.imdea.org/sites/default/files/pdf/publicity/fichas/ESP/oferta\\_tecnologica\\_membranas.pdf](http://www.agua.imdea.org/sites/default/files/pdf/publicity/fichas/ESP/oferta_tecnologica_membranas.pdf). [Último acceso: 5 Junio 2018].

- [15] A. Hernández, *Microfiltración, ultrafiltración y ósmosis inversa*, EDITUM, 1990.
- [16] C. Pagliero y P. Martino, *Tecnología de Membranas: Recuperación de Solvente*, Editorial Academica Espanola, 2011.
- [17] R. Moliner, «Instituto de Tecnología Cerámica,» 15 Octubre 2009. [En línea]. Available: [http://www.cma.gva.es/comunes\\_asp/documentos/agenda/cas/62665-INTRODUCCI%C3%93N%20A%20LA%20TECNOLOG%C3%8DA%20DE%20MEMBRANAS%20\(v2\).pdf](http://www.cma.gva.es/comunes_asp/documentos/agenda/cas/62665-INTRODUCCI%C3%93N%20A%20LA%20TECNOLOG%C3%8DA%20DE%20MEMBRANAS%20(v2).pdf). [Último acceso: 5 Junio 2018].
- [18] AWWA, «Tratamiento del agua por procesos de membranas: principios procesos y aplicaiones,» *McGraw-hill*, p. 864, 1998.
- [19] Ciderch, «Tegnologia de Membranas,» [En línea]. Available: <http://www.ciderh.cl/wp-content/uploads/2015/04/FICHA2.pdf>. [Último acceso: 4 Junio 2018].
- [20] V. Buscio, M. Marin, B. Crespi y C. Gutierrez, «Reuse of textile wastewater after homogenization–decantation treatment coupled to PVDF ultrafiltration membranes,» *Chemical Engineering Journal*, vol. 265, pp. 122-128, 2015.
- [21] Benninger, «Benninger Textile,» [En línea]. Available: [http://www.benningergroup.com/uploads/tx\\_userdownloads/Ressource\\_Management\\_ES.pdf](http://www.benningergroup.com/uploads/tx_userdownloads/Ressource_Management_ES.pdf). [Último acceso: 10 Junio 2018].
- [22] H. Wenzel, H. Knudsen, G. Kristensen y J. Hansen, «Reclamation and reuse of process water from reactive dyeing of cotton,» *Desalination* , vol. 106, nº 1-3, pp. 195-203, 1996.
- [23] O. Leidenger, *Procesos Industriales*, Fondo Editorial PUCP, 1997.
- [24] S. Manahan, *Introduccion a la quimica ambiental*, Reverte, 2006.
- [25] Eurostat, «Statista,» 1 Junio 2016. [En línea]. Available: <https://es.statista.com/estadisticas/478629/facturacion-de-la-industria-textil-en-espana/>. [Último acceso: 10 Junio 2018].
- [26] MAGC, «Rating Empresarial,» 11 Marzo 2014. [En línea]. Available: <http://www.ratingempresarial.com/informacion-sobre-el-sector-textil-en-europa/>. [Último acceso: 10 Junio 2018].
- [27] C. Revilla, «Prezi,» 1 Octubre 2014. [En línea]. Available: <https://prezi.com/kw0lgd9amlw-/proceso-productivo-de-la-industria-textil/>. [Último acceso: 10 Junio 2018].
- [28] F. Pucci, *Renovación técnica y procesos de trabajo: el caso de la industria textil*, CIESU, 1991.



# Capítulo 7 Anexos

## 7.1 Ficha técnica de la membrana de Nanofiltración

GE  
Water & Process Technologies

Fact Sheet

# Duraslick\* Series

## Low Fouling NF/RO Elements

Duraslick\* is a family series of membrane elements engineered for use with fouling-prone brackish water applications. Duraslick\* is designed to utilize an innovative three-layer membrane, of which a proprietary middle layer creates extreme smoothness, and provide a high rejection of salts.

Independent studies have demonstrated that Duraslick\* elements are superior to standard polyamide spiral wound membrane elements for desalination of difficult feed water sources. Duraslick\* elements retrofit existing systems to obtain lower fouling, reduced overall energy usage, increased membrane service life and an extension of operating time between required cleanings, which in turn reduces expenditures on required chemicals. Duraslick\* HS elements are specially designed for comparatively higher suspended solids levels.

**Table 1: Element Specification**

Membrane	Thin-film membrane (TFM*)
----------	---------------------------

Model	Flow average gpd (m3/day) <sup>1</sup>	Salt rejection average (NaCl) <sup>1,2</sup>	Salt rejection min. (NaCl) <sup>1,2</sup>
Duraslick RO 2540	675 (2.6)	98.6%	97.0%
Duraslick RO 4040	2,000 (7.6)	98.6%	97.0%
Duraslick RO 4040 HS	1,500 (5.7)	98.6%	97.0%
Duraslick RO 8040	7,700 (29.1)	98.6%	97.0%
Duraslick RO 8040 HS	6,100 (23.1)	98.6%	97.0%

<sup>1</sup> Average salt rejection after 24 hours operation. Individual flow rate may vary +25%/-25%.

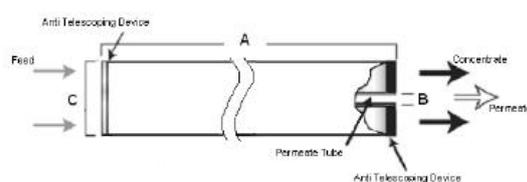
<sup>2</sup> Testing conditions: 800ppm NaCl solution at 225psig (1.551 kPa) operating pressure, 77°F, pH7.5 and 15% recovery.

Model	Flow average gpd (m3/day) <sup>1</sup>	Salt rejection average (MgSO <sub>4</sub> ) <sup>1,2</sup>	Salt rejection min. (MgSO <sub>4</sub> ) <sup>1,2</sup>
Duraslick NF 2540	690 (2.6)	98.6%	96.0%
Duraslick NF 4040	2,200 (8.3)	98.6%	96.0%
Duraslick NF 4040 HS	1,700 (5.7)	98.6%	96.0%
Duraslick NF 8040	10,200 (38.6)	98.6%	96.0%
Duraslick NF 8040 HS	7,600 (23.1)	98.6%	96.0%

<sup>1</sup> Average salt rejection after 24 hours operation. Individual flow rate may vary +25%/-25%.

<sup>2</sup> Testing conditions: 2,000ppm MgSO<sub>4</sub> solution at 100psig (690 kPa) operating pressure, 77°F, pH7.5 and 15% recovery.

Model	Spacer Mil (mm)	Active Area ft <sup>2</sup> (m <sup>2</sup> )	Outerwrap	Part Number
Duraslick RO 2540	30 (0.76)	27 (2.5)	Fiberglass	1231055
Duraslick RO 4040	30 (0.76)	85 (7.9)	Fiberglass	1231048
Duraslick RO 4040 HS	35 (0.89)	64 (5.9)	Fiberglass	1234386
Duraslick RO 8040	30 (0.76)	350 (32.5)	Fiberglass	1231014
Duraslick RO 8040 HS	35 (0.89)	278 (25.8)	Fiberglass	1234403
Duraslick NF 2540	30 (0.76)	24 (2.2)	Fiberglass	1234385
Duraslick NF 4040	30 (0.76)	78 (7.2)	Fiberglass	1234307
Duraslick NF 4040 HS	35 (0.89)	60 (5.6)	Fiberglass	1234405
Duraslick NF 8040	30 (0.76)	350 (32.5)	Fiberglass	1234182
Duraslick NF 8040 HS	35 (0.89)	263 (24.4)	Fiberglass	1234183



**Figure 1: Element Dimensions Diagram - Female**



Find a contact near you by  
visiting [ge.com/water](http://ge.com/water) or  
e-mailing [custhelp@ge.com](mailto:custhelp@ge.com).

**Global Headquarters**  
Trevose, PA  
+1-215-355-3300

**Americas**  
Watertown, MA  
+1-617-926-2500

**Europe/Middle East/Africa**  
Heverlee, Belgium  
+32-16-40-20-00

**Asia/Pacific**  
Shanghai, China  
+86 (0) 411-8366-6489

©2007 General Electric Company. All rights reserved.

\*Trademark of General Electric Company; may be registered in one or more countries.

FS1269EN

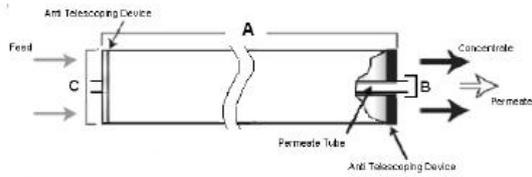


Figure 2: Element Dimensions Diagram - Male

Table 2: Dimensions and Weight

Model <sup>2</sup>	Dimensions, inches (cm)			Boxed Weight lbs (kg)
	A	B <sup>1</sup>	C <sup>3</sup>	
Duraslick RO 2540	40.0 (101.6)	0.75 (1.9) OD	2.4 (6.1)	5 (2.3)
Duraslick RO 4040	40.0 (101.6)	0.75 (1.9) OD	3.9 (9.9)	8 (3.5)
Duraslick RO 4040 HS	40.0 (101.6)	0.75 (1.9) OD	3.9 (9.9)	8 (3.5)
Duraslick RO 8040	40.0 (101.6)	1.125 (2.86)	7.9 (20.0)	32 (14.5)
Duraslick RO 8040 HS	40.0 (101.6)	1.125 (2.86)	7.9 (20.0)	32 (14.5)
Duraslick NF 2540	40.0 (101.6)	0.75 (1.9) OD	2.4 (6.1)	5 (2.3)
Duraslick NF 4040	40.0 (101.6)	0.75 (1.9) OD	3.9 (9.9)	8 (3.5)
Duraslick NF 4040 HS	40.0 (101.6)	0.75 (1.9) OD	3.9 (9.9)	8 (3.5)
Duraslick NF 8040	40.0 (101.6)	1.125 (2.86)	7.9 (20.0)	32 (14.5)
Duraslick NF 8040 HS	40.0 (101.6)	1.125 (2.86)	7.9 (20.0)	32 (14.5)

<sup>1</sup>Internal diameter unless specified OD (outside diameter).

<sup>2</sup>These elements ship dry.

<sup>3</sup>The element diameter (dimension C) is designed for optimum performance in GE Water & Process Technologies pressure vessels. Others pressure vessel dimension and tolerance may result in excessive bypass and loss of capacity.

Table 4: Operating and CIP parameters

Typical Operating Pressure	Duraslick RO: 200 psig (1,379 kPa) Duraslick NF: 100 psig (690 kPa)
Typical Operating Flux	10-15GFD (15-25LMH)
Maximum Pressure	600 psig (4,137 kPa)
Maximum Temperature	Operating: 122°F (50°C) Duraslick RO Cleaning: 122°F (50°C) Duraslick NF Cleaning: 104°F (40°C)
Recommended pH	Duraslick RO: Operating Range pH: 4.0 – 10.0 Cleaning Range pH: 2.0 – 10.5 Duraslick NF: Operating Range pH: 3.0 – 9.0 Cleaning Range pH: 2.0 – 10.5
Recommended Pressure Drop	Over an element: 12 psig (83 kPa) Per housing: 50 psig (345 kPa)
Chlorine Tolerance	500 ppm-hrs, dechlorination recommended
Feedwater	NTU < 1 SDI < 5