



UNIVERSIDAD POLITECNICA DE VALENCIA

Departamento de Ingeniería Química y Nuclear

Máster Universitario en Seguridad Industrial y Medio Ambiente

**OPTIMIZACION DE PARAMETROS DE OPERACIÓN
EN PROCESOS DE ULTRAFILTRACION PARA LA
ELIMINACION DE MATERIA ORGANICA EN LA
REGENERACION DE AGUAS DE PROCESO DE UNA
INDUSTRIA PAPELERA**

AUTOR:

Daniel Alejandro Pérez Fernández

DIRECTOR

Dr.Ing Jaime Lora García

Co-Tutor

MSc.Ing. Mayko Rannanny Santos Souza

Valencia, Septiembre 2017

AGRADECIMIENTOS

A mis padres Encarnación y José Luis por darme la oportunidad de cursar mi carrera como ingeniero Químico y este master. Por ser siempre un apoyo en los momentos difíciles. A mi hermano Juan Carlos por ser un ejemplo a seguir como padre, hermano e ingeniero; te agradezco todos los consejos que me das, eres el mejor hermano que un ser humano pueda tener.

Y finalmente a ti amor, Haranza Sofía Rojas Franco gracias por aparecer en uno de los momentos más difíciles de mi vida, por apoyarme cada día, hacerme mejor persona y mejor ingeniero. Pronto estarás aquí demostrando lo buena ingeniera que eres; estaremos todos juntos, en familia y veremos una Venezuela libre. Te amo.

Al profesor Jaime Lora por la oportunidad para la realización de este TFM, toda su ayuda a lo largo del Master y por los consejos para el crecimiento profesional. Al ingeniero Mayko Rannanny por la paciencia, tiempo y dedicación a la explicación de este trabajo de investigación, gracias por todo el conocimiento aportado y por tu apoyo incondicional.

A todos los profesores del Master Universitario en Seguridad Industrial y Medio Ambiente por su tiempo, dedicación, amabilidad y compromiso para la enseñanza a lo largo del año. A los profesores y trabajadores de la Universidad Politécnica de Valencia en Alcoy por su confianza en mí para el desarrollo de este trabajo, por su ayuda día, noche y fines de semana. A los técnicos de laboratorios de la Universidad y al Dr. José Luis por su ayuda y su tiempo con el Zetaziser para la obtención del tamaño de partícula y potencial ZETA. Y finalmente a los compañeros del Master por su enseñanza, por ser como son alegres, divertidos y manteniendo las raíces de donde provienen; no cambien nunca que pronto nos volveremos a ver.

Daniel Alejandro Pérez Fernández

RESUMEN

OPTIMIZACION DE PARAMETROS DE OPERACIÓN EN PROCESO DE ULTRAFILTRACION PARA LA ELIMINACION DE MATERIA ORGANICA EN LA REGENERACION DE AGUAS DE PROCESO DE UNA INDUSTRIA PAPELERA.

Autor: Daniel Pérez

Tutor: Jaime Lora García

Co-Tutor: Mayko Rannanny Santos Souza

Valencia, Septiembre 2017

El presente trabajo de investigación tuvo el objetivo de estudiar una metodología de operación óptima en un proceso de membranas de ultrafiltración para la eliminación de materia orgánica en la regeneración de aguas de proceso de una industria papelera. Como metodología se utilizaron los diseños factoriales 3^3 , ajustando la velocidad tangencial (1,042, 0,752 y 0,463 m/s), temperatura (15, 22,5 y 30°C) y la presión (1, 2 y 3 bares) en la planta de ultrafiltración. Los resultados obtenidos demostraron que la presión transmembranal tiene la mayor influencia en el flux de permeado de la membrana utilizada. El corte de la membrana (10 KDa) no permitió el paso de las partículas en el rango 700-1000nm que se encontraban en mayor proporción en el agua de proceso; logrando así un rechazo entre 95-99,8%. La disminución del DQO fue alrededor del 50%, observada además en los potenciales ZETA negativos de los permeados por la presencia de coloides. Con el uso del software matemático Statgraphic el punto óptimo de la planta de ultrafiltración utilizada es a 0,6318 m/s de velocidad tangencial, 19,3114 °C de temperatura y 3 bares de presión. Finalmente, se extrapolaron estos valores y comparados con trabajos previos industriales obteniéndose valores similares en parámetros y deseabilidad de optimización. Se concluyó así con éxito la aplicación de la ultrafiltración en industrias papeleras y la virtud de extrapolarlo a niveles industriales por medio de software matemáticos con resultados muy cercanos a los reales.

Palabras claves: Ultrafiltración, industria papelera, diseños factoriales, flux de permeado, potencial ZETA, tamaño de partícula, software matemático, optimización, extrapolación.

INDICE

CAPITULO 1	1
Introducción	1
Objetivos	2
Plan de trabajo	2
CAPITULO 2: Marco teórico	4
Problemas del agua en la actualidad	4
Métodos para solucionar la problemática del agua	5
Filtros y destilación	5
Adsorción-captura y desorción de vapor de agua	6
Electroquímica	6
Oxidación Avanzada	7
Membranas	8
Ultrafiltración	11
Polarización por concentración	12
Ensuciamiento de la membrana	13
Formación de capa gel	13
Agua de papelera	15
Potencial Zeta	16
Tamaño de partícula	17
Modelar en los procesos de ultrafiltración	18
CAPITULO 3	21
3.1 Revisión Bibliográfica	21
3.2 Equipamiento necesario	21
3.2.1 Membrana de Ultrafiltración utilizada	21
3.2.2 Agua residual a tratar	21
3.2.3 Planta piloto de ultrafiltración	22
3.3 Técnicas aplicadas de medición	23
3.3.1 Demanda química de oxígeno (DQO), Nitrógeno y Fosforo total.	23
3.3.2 Turbidez	23
3.3.3 Conductividad y pH del agua residual	23
3.3.4 Temperatura, peso y presiones	23
3.3.5 Rechazo de la membrana	24

3.3.6 Flujo de permeado del sistema	24
3.3.7 Sólidos en suspensión	24
3.3.8 Sólidos totales	24
3.3.9 Tamaño de partícula.....	25
3.3.10 Potencial Zeta	25
3.4 Metodología experimental.....	25
3.4.1 Experimento con agua de proceso	28
3.4.2 Limpieza de la membrana	28
CAPITULO 4: Resultados	31
4.1 Caracterización de las membranas de Ultrafiltración.	31
4.2 Comportamiento de las membranas de UF ante el agua de industria papelera.	32
4.2.1 Efecto de la presión transmembranal.....	33
4.2.2 Efecto de la velocidad tangencial.....	35
4.2.3 Efecto de la temperatura.	37
4.2.4 Principal efecto en el flux de permeado por medio de modelizaciones.....	39
4.3 Tamaño de partícula del agua de proceso.....	40
4.3.1 Influencia de la presión en el tamaño de partícula de los permeados	41
4.3.2 Influencia de la velocidad tangencial en el tamaño de partícula de los permeados	43
4.3.3 Influencia de la temperatura en el tamaño de partícula de los permeados.....	45
4.3.4 Principal efecto en el tamaño de partícula por medio de modelizaciones.....	47
4.4 Potencial ZETA del agua de proceso	48
4.3.1 Influencia de la presión en el potencial ZETA de los permeados	49
4.3.2 Influencia de la velocidad tangencial en el potencial ZETA de los permeados	51
4.3.3 Influencia de la temperatura en el potencial ZETA de los permeados	53
4.5 Índice de rechazo de las membranas.....	55
4.6 Funcionamiento de la membrana para tiempos de operación largos.....	57
4.7 Optimización de parámetros de operación	59
4.7.1 Superficie de respuesta de los parámetros de ultrafiltración.....	59
4.7.2 Optimización de los parámetros experimentales de ultrafiltración.....	63
4.7.3 Extrapolación de los parámetros de ultrafiltración.....	64
CONCLUSIONES.....	66
REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS	68
ANEXOS.....	72
Resultados obtenidos experimentalmente	73

Índice de figuras

Figura 1. Diagrama de la planta de ultrafiltración utilizada.	23
Figura 2. Densidad de flujo de agua destilada en función de la PTM.	31
Figura 3. Densidad de flujo de agua destilada en función de la PTM.	32
Figura 4. Efecto de la presión transmembranal a 0,752 m/s y 15 grados.....	33
Figura 5. Efecto de la presión transmembranal a 1,041m/s y 22,5 grados.....	34
Figura 6. Efecto de la presión transmembranal a 0,463 m/s y 30 grados.....	34
Figura 7. Efecto de la velocidad tangencial a 1 bar y 15 grados.	35
Figura 8. Efecto de la velocidad tangencial a 3 bares y 22,5 grados.	36
Figura 9. Efecto de la velocidad tangencial a 2 bares y 30 grados.	36
Figura 10. Efecto de la temperatura a 1,041 m/s y 3 bares.	37
Figura 11. Efecto de la temperatura a 0,752 m/s y 2 bares.	38
Figura 12. Efecto de la temperatura a 0,463 m/s y 1 bar.....	39
Figura 13. Parámetro con mayor influencia en el flux de permeado.....	39
Figura 14. Tamaño de partícula de agua de proceso.	40
Figura 15. Efecto de la presión en el tamaño de partícula a 0,725 m/s y 15 grados.	41
Figura 16. Efecto de la presión en el tamaño de partícula a 1,041 m/s y 22,5 grados.	42
Figura 17. Efecto de la presión en el tamaño de partícula a 0,463 m/s y 30 grados.	42
Figura 18. Efecto de la velocidad tangencial en el tamaño de partícula a 1 bar y 15 grados.	43
Figura 19. Efecto de la velocidad tangencial en el tamaño de partícula a 3 bares y 22,5 grados.....	44
Figura 20. Efecto de la velocidad tangencial en el tamaño de partícula a 2 bares y 30 grados.....	44
Figura 21. Efecto de la temperatura en el tamaño de partícula a 1,041 m/s y 3 bares.....	45
Figura 22. Efecto de la temperatura en el tamaño de partícula a 0,752 m/s y 2 bares.....	46
Figura 23. Efecto de la temperatura en el tamaño de partícula a 0,463 m/s y 1 bar.	46
Figura 24. Parámetro con mayor influencia en el tamaño de partícula.....	47
Figura 25. Distribución del potencial ZETA en el agua de proceso.	48
Figura 26. Efecto de la presión transmembranal en el potencial ZETA a 0,752 m/s y 15 grados.	49
Figura 27. Efecto de la presión transmembranal en el potencial ZETA a 1,041 m/s y 22,5 grados.....	50
Figura 28. Efecto de la presión transmembranal en el potencial ZETA a 0,463 m/s y 30 grados.	50
Figura 29. Efecto de la velocidad tangencial en el potencial ZETA a 1 bar y 15 grados.....	51
Figura 30. Efecto de la velocidad tangencial en el potencial ZETA a 3 bares y 22,5 grados.	52
Figura 31. Efecto de la velocidad tangencial en el potencial ZETA a 2 bares y 30 grados.	52
Figura 32. Efecto de la temperatura en el potencial ZETA a 1,041 m/s y 3 bares.	53
Figura 33. Efecto de la temperatura en el potencial ZETA a 0,752 m/s y 2 bares.	54
Figura 34. Efecto de la temperatura en el potencial ZETA a 0,463 m/s y 1 bar.	54
Figura 35. Parámetro con mayor influencia en el rechazo DQO.....	56
Figura 36. Flux de permeado experimental para 8 horas de proceso.	58
Figura 37. Superficie de respuesta en función de la presión.	60
Figura 38. Superficie de respuesta en función a la velocidad.	61
Figura 39. Superficie de respuesta de los parámetros a 30 grados centígrados.	62

Figura 40. Efecto de la presión en el flux de permeado a 15 grados.	73
Figura 41. Efecto de la presión en el flux de permeado a 22,5 grados.	73
Figura 42. Efecto de la presión en el flux de permeado a 30 grados.	74
Figura 43. Efecto de la velocidad tangencial en el flux de permeado a 15 grados.	74
Figura 44. Efecto de la velocidad tangencial en el flux de permeado a 22,5 grados.	75
Figura 45. Efecto de la velocidad tangencial en el flux de permeado a 30 grados.	75
Figura 46. Efecto de la temperatura en el flux de permeado a 3 bares.	76
Figura 47. Efecto de la temperatura en el flux de permeado a 2 bares.	76
Figura 48. Efecto de la temperatura en el flux de permeado a 1 bar.	77
Figura 49. Efecto de la presión en el tamaño de partícula a 15 grados.	77
Figura 50. Efecto de la presión en el tamaño de partícula a 22,5 grados.	77
Figura 51. Efecto de la presión en el tamaño de partícula a 30 grados.	78
Figura 52. Efecto del flujo en el tamaño de partícula a 15 grados.	78
Figura 53. Efecto del flujo en el tamaño de partícula a 22,5 grados.	78
Figura 54. Efecto del flujo en el tamaño de partícula a 30 grados.	79
Figura 55. Efecto de la temperatura en el tamaño de partícula a 1,041 m/s.	79
Figura 56. Efecto de la temperatura en el tamaño de partícula a 0,752 m/s.	80
Figura 57. Efecto de la temperatura en el tamaño de partícula a 0,463 m/s.	80
Figura 58. Efecto de la presión en el potencial ZETA a 15 grados.	80
Figura 59. Efecto de la presión en el potencial ZETA a 22,5 grados.	81
Figura 60. Efecto de la presión en el potencial ZETA a 30 grados.	81
Figura 61. Efecto del flujo en el potencial ZETA a 15 grados.	81
Figura 62. Efecto del flujo en el potencial ZETA a 22,5 grados.	82
Figura 63. Efecto del flujo en el potencial ZETA a 30 grados.	82
Figura 64. Efecto de la temperatura en el potencial ZETA a 1,041 m/s.	82
Figura 65. Efecto de la temperatura en el potencial ZETA a 0,752 m/s.	83
Figura 66. Efecto de la temperatura en el potencial ZETA a 0,463 m/s.	83

Índice de tablas

Tabla 1. Características de los diferentes procesos de membranas.	9
Tabla 2. Parámetros permitidos para los vertidos de aguas residuales de papeleras.	15
Tabla 3. Parámetros de las membranas utilizadas.	21
Tabla 4. Características fisicoquímicas del agua de la industria papelera.	21
Tabla 5. Resultados de los parámetros de operación mediante el método de diseño factorial.	26
Tabla 6. Características del NaOH empleado en la limpieza de las membranas.	28
Tabla 7. Permeabilidad y resistencia intrínseca de la membrana de Ultrafiltración utilizada.	31
Tabla 8. Combinaciones de análisis por el método ortogonal de diseño factorial.	32
Tabla 9. Análisis de Varianza para Flux de permeado.	39
Tabla 10. Análisis de Varianza para tamaño de partícula.	47
Tabla 11. Índice de rechazo de la membrana de ultrafiltración a diferentes parámetros de operación.	55
Tabla 12. Análisis de Varianza para rechazo de DQO.	56
Tabla 13. Parámetros de operación para la obtención de valores óptimos de respuesta en los experimentos.	63

Tabla 14. Valores de respuesta y Óptimo predicho por modelos matemáticos.....	64
Tabla 15. Óptimo de los parámetros experimentales.....	64
Tabla 16. Extrapolación de valores experimentales.....	64
Tabla 17. Extrapolación de valores industriales.....	65
Tabla 18. Características de operación de los filtros pretratamiento Cintropur.....	85
Tabla 19. Parámetros del manómetro de la planta de UF.....	87
Tabla 20. Parámetros del caudalímetro de la planta de UF.....	88
Tabla 21. Parámetros del filtro de resina para obtener agua desionizada.....	89
Tabla 22. Parámetros de la membrana de osmosis inversa para obtener agua desionizada.....	89
Tabla 23. Parámetros del turbidímetro.....	90
Tabla 24. Parámetros del conductímetro y pH-metro.....	91
Tabla 25. Parámetros del Zetasizer Nano Z.....	91

Índice de ilustraciones

Ilustración 1. Comparación de diferentes técnicas para un escenario probable en 2025.....	4
Ilustración 2. Proceso de filtración por membrana.....	9
Ilustración 3. Exclusión de tamaño de partícula en operaciones con membranas.....	12
Ilustración 4. Fenómeno de polarización sin y con la presencia de la capa gel.....	14
Ilustración 5. Rangos de estabilidad del potencial ZETA para una muestra.....	17
Ilustración 6. Curva característica de distribución de partícula.....	18
Ilustración 7. Pre-tratamiento del agua industrial de papelera.....	26
Ilustración 8. Planta de Ultrafiltración utilizada.....	27
Ilustración 9. Características de la membrana de UF Synder Filtration.....	84
Ilustración 10. Membrana de UF al finalizar todos los experimentos.....	85
Ilustración 11. Filtros de pre-tratamiento utilizados en el trabajo.....	85
Ilustración 12. Datos del filtro Parker protección de la membrana.....	86
Ilustración 13. Conos Imhoff para la obtención de sólidos en suspensión.....	86
Ilustración 14. Módulo de ultrafiltración utilizado en el presente trabajo.....	87
Ilustración 15. Datos de la bomba utilizada en el presente trabajo.....	87
Ilustración 16. Manómetro utilizado en el presente trabajo.....	88
Ilustración 17. Caudalímetro utilizado en el presente trabajo.....	88
Ilustración 18. Filtros de resina utilizados para la obtención de agua desionizada.....	89
Ilustración 19. Membranas de osmosis inversa utilizados para la obtención de agua desionizada.....	90
Ilustración 20. Turbidímetro utilizado en el presente trabajo.....	90
Ilustración 21. Conductímetro y pH-metro utilizados en el presente trabajo.....	91

CAPITULO 1

Introducción

En la actualidad, muchas zonas del planeta se enfrentan a periodos de escasez de recursos hídricos y las previsiones a medio y largo plazo no indican que la situación vaya mejorar. En el caso de España la distribución hídrica y el régimen irregular de lluvia han proporcionado zonas con déficit de agua que se sitúan principalmente en la franja mediterránea y en los archipiélagos Canario y Balear.

Hoy en día existen diferentes soluciones, tanto sociales como técnicas. El ahorro y correcta utilización de los recursos hídricos por parte de los ciudadanos es un primer paso para solucionar la situación crítica en muchos países. Con respecto a las soluciones técnicas pueden ir desde los más antiguos como el trasvase entre cuencas; hasta las nuevas tecnologías de reutilización de las aguas residuales y la desalación de aguas salobres y marinas.

En el presente trabajo, el enfoque será sobre la industria de papel, en donde España *“es líder en reciclaje de papel con una reutilización de materias primas de más del 84%”* (Blanco, A. Ordoñez, R. Hermosilla, D. 2009); estos valores justifican la necesidad de seguir desarrollando técnicas de tratamientos de agua que cubran las demandas de la sociedad, y además optimizar sus procesos para lograr la rentabilidad de mayor producción a menor costo. Estas técnicas de regeneración de agua para su utilización en el sector papelerero deben ir enfocadas a la minimización de riesgos.

La tecnología de filtración por membrana puede utilizarse en la industria de papel para recuperar materiales, así como para la obtención de agua que cumpla la legislación que cada vez es más estricta a nivel mundial en materia de descarga de efluentes. Además, estas tecnologías presentan una gran aceptación de las industrias, ya que tienen una reducción de costes al instalarlas en plantas convencionales de tratamiento de efluentes, o en plantas de tratamiento de aguas municipales, derivado del bajo consumo de reactivos, de un menor consumo energético debido a las bajas presiones y temperaturas utilizadas y menor ensuciamiento de los filtros por ser un proceso tangencial; por lo que no necesitan de un mantenimiento riguroso ni reemplazo constante.

Pero como se explica anteriormente los procesos de las industrias papeleras generan efluentes y para su futura reutilización es necesaria la mejora del tratamiento ya que las industrias en general viven de mejoras constantes, automatizaciones, métodos de limpieza y actualmente es de mucha ayuda los modelos matemáticos que representen de una forma adecuada la realidad del proceso en cuanto al control y ajuste de las condiciones de presión, flujo y temperatura de trabajo ya que son algunos de los factores más importantes que intervienen en el funcionamiento correcto del proceso de eliminación de materia orgánica en la regeneración de aguas de una industria papelerera.

Sin embargo, la eficiencia de tal proceso de ultrafiltración puede ser mejorada mediante establecimiento de protocolos y metodologías de optimización de los parámetros de operación y proceso, que incluyen la presión transmembrana, la temperatura y la velocidad de bombeo, además de otros parámetro que deben y pueden determinarse en planta piloto (C. Liu, 1998). Estas optimizaciones son principalmente para asegurar periodos largos de operación, hacer frente a los retos de proteger el medioambiente, reducir los costos de la industria y observar si son factibles implementarlos a niveles industriales.

En el presente trabajo de tipo exploratorio se tiene como finalidad determinar cómo afectan los parámetros de operación en procesos de ultrafiltración para la eliminación de materia orgánica en la regeneración de aguas de una industria papelera. Este desarrollo pasa por diferentes evaluaciones como características físico-químicas del agua industrial, caracterizaciones y mediciones del flux de permeado, medición de tamaño de partícula y potencial ZETA del permeado obtenido y una optimización del proceso mediante software matemático con la influencia de cada parámetro en el proceso, para así alcanzar cada objetivo del presente trabajo y cumplir con la optimización de los parámetros de operación mediante un proceso de ultrafiltración que permita la eliminación de materia orgánica en la regeneración de las agua de proceso de una industria papelera.

En cuanto a la estructura del trabajo de investigación, en el Capítulo I se encuentra el planteamiento los objetivos que persiguen el trabajo y el alcance del proyecto. En el Capítulo II se muestra el marco teórico que recoge una muestra bibliográfica y recopilación de información para comprender mejor todos los elementos teóricos descritos en el trabajo de investigación, en el Capítulo III se muestra la metodología, técnicas y equipos utilizados con todos los detalles para cumplir con los objetivos establecidos. En el Capítulo IV se presentan con detalles todos los resultados obtenidos y un proceso de análisis; y por último, se muestran las conclusiones del trabajo de investigación y las recomendaciones para desarrollos posteriores.

Objetivos

El presente trabajo basa su contenido en experimentos previos de ultrafiltración para llevarlo al mundo de la industria papelera y así ampliar las opciones de aplicación y análisis de las técnicas aquí descritas a nivel industrial.

Objetivo principal: Estudiar y desarrollar una metodología de operación óptima para un proceso por membranas de ultrafiltración para la eliminación de materia orgánica en la regeneración del aguas de proceso de una industria papelera ubicada en Alcoy -Provincia de Alicante - España.

Objetivos específicos

- Selección del material de membrana más apropiado para el tratamiento de las aguas residuales de una industria papelera específica.
- Realizar análisis fisicoquímicos de parámetros de calidad, potencial ZETA y distribución de partículas, a fin de evaluar la eficiencia de la eliminación de los coloides (materia orgánica) en la regeneración de aguas de proceso.
- Ajuste de los datos experimentales (a diferentes condiciones de operación) basados en modelos teóricos existentes en la literatura.
- Analizar los efectos de los parámetros de operación sobre el flux de permeado obtenido.
- Proponer el punto óptimo de operación de la planta
- Obtener parámetros de scale-up (planta piloto a una planta industrial)

Plan de trabajo

1. Revisión bibliográfica para establecer el estado del arte de la tecnología de Ultrafiltración atendiendo especialmente a operación y parámetros óptimos de plantas de ultrafiltración.
2. Considerar los efectos del ensuciamiento (fouling) en la superficie y poros de la membrana causados por coloides y sólidos en suspensión.

3. Caracterización del agua residual proveniente del tratamiento secundario (reactor biológico) de una industria de papel y cartón reciclado. Análisis fisicoquímico, potencial Z y tamaño de partículas.
4. Puesta a punto de la planta piloto de laboratorio para realizar los ensayos experimentales de caracterización de las membranas (agua pura) y determinación del flux de permeado sobre las condiciones óptimas de proceso (agua tratar).
5. Diseño experimental factorial de las variables.
6. Definir las variables de restricción, variables manipuladas, condiciones e intervalos experimentales de trabajo relativos a composición del agua a tratar, velocidades de flujo, variación de presión en la membrana y temperatura. Desarrollo de experimental en planta piloto.
7. Ensayo de ensuciamiento de las membranas con el agua residual.
8. Mediciones analíticas (fisicoquímicas), potencial Z y tamaño de partículas de los flux de permeados obtenidos en ambas membranas del módulo.
9. Hipótesis y ajuste del modelo del proceso.
10. Protocolo y metodología de optimización del proceso de Ultrafiltración UF a partir de las variables de operación y de datos experimentales con el objetivo de maximizar la producción de flujo de permeado y aplicación de dicho protocolo en condiciones residuales reales industriales.

CAPITULO 2: Marco teórico

Problemas del agua en la actualidad

El agua es la sustancia líquida más importante para los seres humanos y seres vivos, es uno de los elementos naturales que se encuentra en mayor cantidad en el planeta Tierra.

Actualmente la composición de agua del planeta es de 97 % agua salada, la cual no es apta para el consumo humano y 3% apenas es agua dulce constituida parcialmente en los polos (De León, 2007). Este porcentaje tan bajo ha generado problemas a nivel mundial. Según informe de Veneman, (2006): ... “Cada año mueren 1,5 millones de niños y niñas por consumo de agua no apta, más de 1000 millones de personas carecen de agua potable y 2600 millones tienen servicios básicos deficientes”

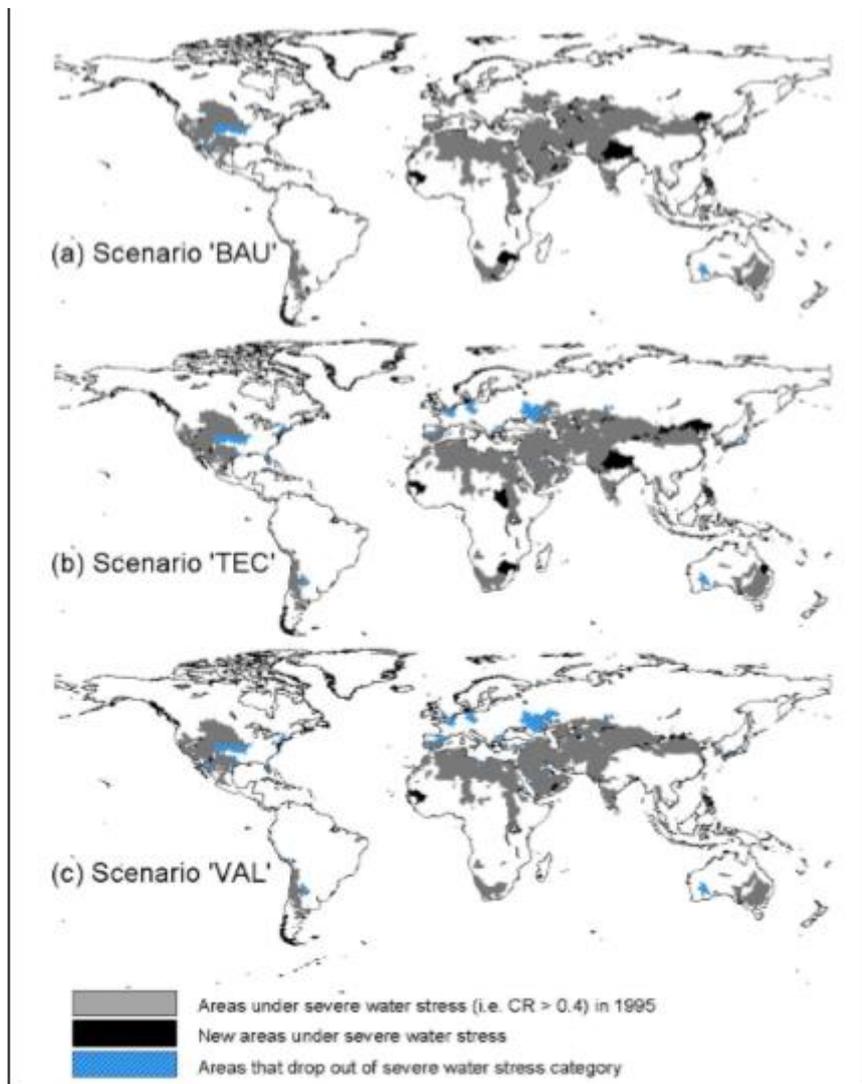


Ilustración 1. Comparación de diferentes técnicas para un escenario probable en 2025.

Fuente: Alcamo, J. Henrichs, T. Rosch, T. (2000): “World Water in 2025”

Al igual que sucede con el oxígeno, el agua es esencial para que tanto los vegetales como los animales, el ser humano y todas las formas de vida conocidas puedan existir. El agua es un bien de primera

necesidad que debe contar con exigencias de calidad, control sanitario, universalidad y continuidad en el suministro ya que es única entre nuestros recursos naturales, ésta es renovable pero no reemplazable. El agua es indispensable en la industria química y es por ello que las empresas buscan métodos para obtenerla y poderla reutilizar.

El abastecimiento de agua potable cuenta con unas características peculiares que lo convierte en un sector especialmente interesante para su estudio. Es por ello, que con el agua aumentan problemas alrededor del mundo, en cuanto a cantidad y calidad. En los países en desarrollo carecen de una infraestructura acorde y es la principal causa de este problema. Mientras que la tecnología ha estado durante mucho tiempo disponible, se presentan obstáculos comunes como 'falta de inversión', la falta de voluntad política y la dificultad en el mantenimiento de servicios. Esto, genera tensiones entre los diferentes usuarios, y pueden aumentar tanto a nivel nacional e internacional.

Sea cual sea el uso de agua dulce (agricultura, industria, uso doméstico), se puede lograr un gran ahorro de agua y mejorar la gestión del agua disponible. Casi en todas partes se desperdicia agua, y aunque las personas creemos que el acceso al agua es algo obvio y natural; la modernización y constante urbanización a nivel mundial genera unos consumos de agua mayores.

Por lo tanto, en los últimos años se está promoviendo suplir el suministro de agua dulce con agua proveniente de diferentes tecnologías para satisfacer la demanda de agua creciente causada por el crecimiento de la población mundial, desarrollo de la agricultura, industrialización y el turismo.

Métodos para solucionar la problemática del agua

En los últimos años se han desarrollado nuevas tecnologías para poder suministrar agua que cumpla con las exigencias de calidad establecidas en cada país, entre ellas se encuentran:

Filtros y destilación

Los métodos más antiguos de tratamiento y obtención de agua son los filtros y la destilación. En el caso de la destilación es probablemente es quizás el método más viejo utilizado para la purificación de agua. Primero se calienta agua a ebullición, el vapor de agua continua luego a un condensador donde el agua de enfriamiento reduce la temperatura para que el vapor sea recogido y almacenado; pero carece de oxígeno y minerales, razón por la cual se utiliza sobre todo en procesos industriales. La mayoría de contaminantes se quedan en el vaso de la fase líquida; sin embargo, en algunas ocasiones hay un remanente en el agua destilada. Este remanente son sustancias orgánicas como herbicidas y pesticidas, con puntos de ebullición inferiores a 100 °C, los cuales no se pueden eliminar. Otra desventaja de la destilación es el costo, ya que requiere grandes cantidades de energía. (Minnesota Stormwater Manual, 2016)

En el caso de los filtros se han desarrollado desde el siglo XX y su clasificación de los procesos de filtración y los equipos son diversos y en general, las categorías de clasificación no se excluyen unas de otras.

La variedad de dispositivos de filtración o filtros es tan extensa como las variedades de materiales porosos disponibles como medios filtrantes y las condiciones particulares de cada aplicación: desde sencillos dispositivos, como los filtros domésticos de café o los embudos de filtración para separaciones de laboratorio.

Entre los principales se encuentra el filtro de carbón activado granular de materias primas tales como cáscaras de nuez, madera, carbón y petróleo el cual se utiliza comúnmente para la eliminación de constituyentes orgánicos y desinfectantes residuales en suministros de agua. Esto no sólo mejora el sabor y reduce al mínimo los riesgos para la salud; protege a otras unidades de tratamiento de aguas tales como membranas de ósmosis inversa y resinas de intercambio iónico de posibles daños debido a la oxidación o suciedad orgánica. El carbón activado es una técnica de tratamiento de agua favorecido debido a su naturaleza multifuncional y el hecho de que no aporta nada perjudicial para el agua tratada. (Minnesota Stormwater Manual, 2016)

Otro tipo de filtro son los de cartucho los cuales funcionan de forma más eficaz en aplicaciones con niveles de contaminación de menos de 100 ppm. En el caso de los filtros de arena está especialmente calificada para atrapar las partículas en el rango de 20-100 micras. (Lenntech, 2017)

Adsorción-captura y desorción de vapor de agua

Es el proceso por el cual átomos o moléculas de una sustancia que se encuentra en determinada fase, son retenidos en la superficie de otra sustancia. Según López (2014), el sólido que concentra en su superficie una especie de la fase gaseosa se denomina “adsorbente” y la especie que se adhiere sobre la superficie es el “adsorbato”. Los tipos de adsorción pueden ser física y química; en el primer caso la molécula adsorbida no está fija en un lugar específico de la superficie, sino más bien está libre de trasladarse dentro de la interfase. (Turbet y Talanquer, 1997). Esta adsorción, en general, es un fenómeno reversible y predomina a temperaturas bajas, mediante uniones relativamente débiles.

En el segundo caso, la adsorción química hace que el proceso sea más selectivo, es decir, que dependa marcadamente de la naturaleza de las sustancias involucradas. (Turbet y Talanquer, 1997). Este tipo de adsorción es mucho más lenta que la adsorción física y comúnmente es irreversible.

Luego de adherir o capturar el vapor del agua se procede a obtenerla líquida mediante la termo-desorción el cual es un tratamiento que facilita la separación del agua adherida por medio de temperatura y condensarla para obtenerla de forma líquida.

En los últimos años se han desarrollado nuevas tecnologías para la captura de agua atmosférica, entre algunas de ellas se encuentran: Aqua Sciences, la cual construyeron camiones que capturan agua atmosférica con tecnología militar basados en turbinas y condensadores de alta capacidad. (Aqua Sciences, 2012). Otra tecnología de captura es por medio de mallas; realizado por la Fundación Global Nature en Tenerife, España. Este sistema aprovecha las nieblas y rocíos que hay presente en la atmósfera. (Fundación Global Nature, 2006). Y finalmente otra de las tecnologías es mediante materiales naturales con capacidad hidrofílica, como es el caso de la corteza de *Aloe vera* ya que “*para humedades relativas entre 70%-80 % la capacidad de adsorción de vapor de agua del Aloe vera por unidad de masa base seca se encuentra entre 12%-15 % y se observa que la termo-desorción de agua para la corteza de Aloe vera no es un proceso que requiera activación térmica, es decir, la desorción ocurre apenas se incrementa la temperatura del material, lo cual es relevante para el gasto energético necesario para la recuperación del agua capturada*”. (Pérez y Rojas, 2015)

Electroquímica

En el caso de la electroquímica es “una disciplina científico-tecnológica que tiene como objeto de estudio el diseño, caracterización y operación de los aparatos y procesos en los que se produce interconversión entre energía química y eléctrica”, (Condorchem, 2014). Dentro de las posibilidades que ofrece la Electroquímica en el tratamiento de aguas residuales, es la eliminación de metales pesados, en la desalinización de aguas y en el tratamiento de vertidos con un alto contenido en materia orgánica difícilmente tratable por métodos biológicos (elevados valores de DQO, presencia de fenoles, colorantes, etc.). El tratamiento electroquímico es especialmente interesante cuando es utilizada como pretratamiento en el vertido de sustancias altamente tóxicas. Los reactores constan de una cuba, electrodos, tabique y circuito eléctrico: la reacción se produce en la interfase metal-electrolito, y el diafragma o la membrana permiten la migración iónica, pero evitan el contacto y contaminación de los productos; el conductor electrolítico se cierra mediante conductores metálicos externos. Los materiales de los electrodos y construcción del equipo son muy variados dependiendo de la aplicación, y una instalación industrial puede constar de baterías con gran número de reactores en serie o en paralelo. (Universidad de Alicante, 2017)

Entre las opciones de tratamiento electroquímicos se presenta la electrooxidación, la cual consiste en la generación "in situ" de cloro e hipoclorito. Estos son generados en el ánodo y consumidos en la oxidación de la materia orgánica y tóxica durante el tratamiento, lo que elimina problemas derivados de transporte y almacenamiento cuando se realiza un tratamiento de oxidación química convencional con estos compuestos. Los reactivos utilizados pueden ser agua de mar, ácido clorhídrico o incluso los mismos cloruros que contienen las aguas a tratar. La producción de cloro o hipoclorito está controlada en todo momento por la corriente que circula por la célula. (Universidad de Alicante, 2017)

Otra de las opciones es la electrocoagulación, la cual es una técnica electroquímica relacionada con la coagulación química muy interesante para el tratamiento de una gran variedad de aguas residuales (contenido en metales pesados, DQO y DBO, aceites y grasas, tensoactivos; siendo especialmente interesante en la decoloración de aguas), con un equipo compacto que opera en continuo, mediante un reactor de especial diseño donde se hallan las placas o electrodos metálicos para producir la electrocoagulación. El proceso implica la aplicación de una corriente eléctrica a un ánodo de sacrificio, normalmente aluminio, dentro de un tanque de proceso se forman hidróxidos complejos, estos tienen capacidad de adsorción produciendo agregados (flóculos) con los contaminantes. (Universidad de Alicante, 2017)

La destrucción electroquímica es una metodología que presenta, en principio, un mayor coste económico que los tratamientos tradicionales vistos anteriormente.

Oxidación Avanzada

Los procesos de oxidación avanzada primero fueron propuestos para el tratamiento de agua potable en la década de los 80, que se definen como los procesos de oxidación que implican la generación de radicales hidroxilo ($\text{OH}\cdot$), oxidante muy potente y no selectivo, para la destrucción de contaminantes refractarios y peligrosos presentes en aguas subterráneas, superficiales e industriales para efecto de purificación del agua (Glaze, Kang, Chapin; 2005). A diferencia de los oxidantes comunes como cloro y ozono que tienen una doble función de descontaminación y desinfección, la oxidación avanzada se aplica principalmente para la destrucción de contaminantes orgánicos o inorgánicos en el agua y aguas residuales; aunque son rara vez empleados para la desinfección porque estos radicales tienen vida media muy corta. Pero, cuando se aplica el proceso de oxidación avanzada en tratamiento de aguas

residuales, estos radicales actúan como un poderoso agente oxidante, se espera que lo suficiente como para destruir contaminantes de las aguas residuales y transformar los productos tóxicos, proporcionando así una solución definitiva para el tratamiento de aguas residuales. (Deng y Zhao, 2015)

Está disponible una amplia gama de procesos de oxidación avanzada como:

- Procesos de oxidación química usando peróxido de hidrógeno, ozono, peróxido y ozono combinados, hipoclorito, reagente Fenton, entre otros.
- Elevación de la oxidación ultra violeta tanto como UV/ozono, UV/Peróxido de hidrógeno, y UV/aire. (Lenntech, 2017)

Membranas

Finalmente uno de los métodos con más aplicaciones industriales actualmente son las membranas. La tecnología de membrana es un término genérico para una serie de procesos de separación diferente que se ha convertido en una tecnología de separación digna. Las membranas son una *“barrera permeable y selectiva, limitando el paso de especies químicas disueltas”*, (Ramírez, Solís y Veléz; 2015). Las membranas en la actualidad son más competitivas para técnicas convencionales como la obtención de agua de proceso de las aguas subterráneas, aguas superficiales o aguas residuales. Este proceso de separación se basa en la presencia de membranas semi-permeables, las cuales permiten separar materiales de distinto peso molecular, lo que hace que su desarrollo haya sido muy importante a través de la historia, reduciendo costos energéticos y preservando los recursos no renovables; entre otros factores.

En este proceso la membrana actúa como un filtro muy específico que dejará que el agua fluya, mientras atrapa sólidos suspendidos y los componentes de dichos fluidos atraviesan de manera selectiva sin experimentar alteraciones químicas ni físicas, la separación ocurre porque la membrana controla la cantidad de movimiento de varias moléculas entre las fases. La fuerza principal de la tecnología de membrana es el hecho de que trabaja sin la adición de productos químicos, con un uso relativamente bajo de energía (Ramírez et al, 2015)

Existen varios métodos para permitir que las sustancias penetren más fácil una membrana; entre ellas están la alta presión, el mantenimiento de un gradiente de concentración a ambos lados de la membrana y la introducción de un potencial eléctrico.

El proceso tiene tres etapas: Alimento (fluido a tratar), Rechazo (sólidos y componentes no deseados) y Permeado (producto deseado).

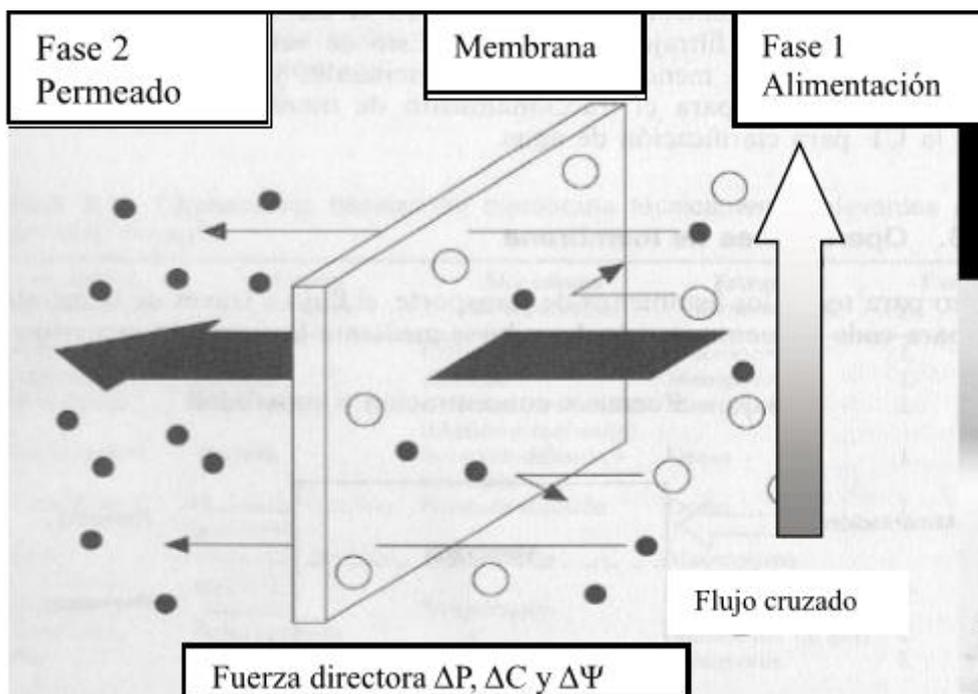


Ilustración 2. Proceso de filtración por membrana.

Fuente: Revista Facultad de Ingeniería Universidad de Antioquia (2006).

Mientras que las membranas pueden dividirse según tres tipos: Material (poliméricas o cerámicas), estructura (simétricas o asimétricas) y configuración (planas, tubular, espiral, capilar o fibra hueca).

El desarrollo de las membranas, debido a su gran capacidad para seleccionar los solutos disueltos según el peso molecular en una corriente líquida, ha optimizado diversos procesos, tales como la desalinización del agua de mar, industria de alimentos, industria papelera, tratamiento de aguas residuales, la obtención de compuestos activos en la industria farmacéutica, entre otros. A continuación, se presenta una tabla de la clasificación de los diferentes procesos de membrana existentes (Ramírez et al, 2015)

Tabla 1. Características de los diferentes procesos de membranas

Proceso	Tamaño de partícula retenida	Tipo de fuerza	Primera aplicación	País	Año
Microfiltración	0.1-10 μm (micropartículas)	0.5-2 bares	Uso en laboratorio (filtro de bacterias)	Alemania	1920
Ultrafiltración	1-100 nm (macromoléculas)	1-10 bares	Uso de laboratorio	Alemania	1930
Nanofiltración	0.5-5 nm (Moléculas)	10-70 bares			

Osmosis Inversa	< 1 nm (Moléculas)	10-100 bares	Desalinización de agua de mar	USA	1960
Diálisis	< 1 nm (Moléculas)	Concentración	Riñón artificial	Holanda	1950
Electrodiálisis	< 1 nm (Moléculas)	Potencial eléctrico	Desalinización	USA	1955
Separación de gases	< 1 nm (Moléculas)	1-100 bares	Concentración de soluciones acuosas	USA	1981
Pervaporación	< 1 nm (Moléculas)	Concentración	Deshidratación de solventes orgánicos	Alemania-Holanda	1982

Fuente: *Tecnología de membranas: desarrollo histórico, Tecnología de membranas: desenvolvimiento histórico.*

En los últimos años han aumentado los trabajos de investigación que se realizan en la materia, siendo de gran interés para las industrias, lo que ha generado un sólido y creciente mercado. Según jefe de desarrollo global para el agua en la empresa química BASF: “estudios reportados proyectan una demanda con un incremento anual en las ventas de membranas de un 8,6% a nivel mundial” (BASF, 2012). Pero mientras que la química de la membrana ha estado alrededor por varios años, sigue siendo una fuente de intensa investigación y desarrollo, lo que contribuye significativamente a soluciones de tratamiento de agua innovador, como transformar agua salada en agua dulce apta para el consumo humano.

Permitiendo así que junto a las nuevas tecnologías incrementa su rendimiento y permita resolver los problemas de abastecimiento de agua, mediante la desalinización y el tratamiento de aguas subterráneas o residuales. Según un informe reciente la industria de la separación por membranas, con la desalinización de agua, alcanzará los 54,2 billones de dólares en 2020. (Ramírez et al, 2015)

Hay dos factores que determinan la efectividad de un proceso de filtración por membrana; selectividad y productividad. La selectividad es la retención o factor de separación. La productividad se expresa como un parámetro llamado flujo (flux) (expresado por la unidad L/m²·h). Selectividad y productividad dependen de la membrana.

Cuando la filtración de membrana se utiliza para la remoción de partículas más grandes, la ultrafiltración y microfiltración se aplican; debido al carácter abierto de las membranas su productividad es alta, mientras que las diferencias de presión son bajas.

Cuando es necesaria la remoción de sales del agua, la nanofiltración y ósmosis inversa se aplican. La presión que se requiere para llevar a cabo la nanofiltración y ósmosis inversa es mucho mayor que la presión necesaria para la micro y ultrafiltración, mientras que la productividad es mucho menor.

Filtración por tecnología de membrana tiene varias ventajas sobre las técnicas existentes de purificación de agua:

- Es un proceso que puede ocurrir mientras que las temperaturas son bajas. Reduciendo gastos energéticos cuando son comparados con las tecnologías antes mencionadas. Por esta razón

estas aplicaciones son ampliamente utilizadas para la producción de alimentos y tratamiento de aguas industriales.

- El proceso puede ser fácilmente ampliado ya que medioambientalmente es una tecnología limpia
- Los diseños pueden ser flexibles dependiendo las necesidades requeridas, lo cual favorece su operación y combinación con otros tratamientos simultáneamente.

La tecnología de membrana tiene también desventajas sobre las técnicas existentes de purificación de agua:

- Constante limpieza de las membranas por su ensuciamiento, el cual conlleva a un aumento de la energía por la necesidad de aumentar la presión de operación del sistema para lograr obtener los mismos valores de flujo de permeado. (Ramírez, 2015)

Ultrafiltración

La Ultrafiltración es un proceso que se emplea para separar el soluto del solvente (moléculas de gran tamaño) aprovechándose de los diferentes tamaños físicos de las moléculas individuales. Este método, al igual que en la microfiltración las moléculas son retenidas por la membrana debido a la diferencia de tamaño entre los poros de la membrana y las sustancias a retener (tamiz); para ello se aplica una presión hidrostática como fuerza impulsora para el transporte de la solución a través de una membrana que muestra permeabilidad para diferentes componentes y la separación se logra sobre todo por tamaño físico de exclusión.

Las membranas utilizadas se presentan por un corte de peso molecular (MWCO). Un intervalo de la gama de MWCOs por UF se considera generalmente para ser 1- 1.000 Kilo-Daltons (KDa) y el poro que va desde 0,1 μm hasta 0,001 μm . (Afonso y Bórquez, 2002; Dumon y Barnier; 1992; Orozco, Albarrán, Esteban y García, 2008).

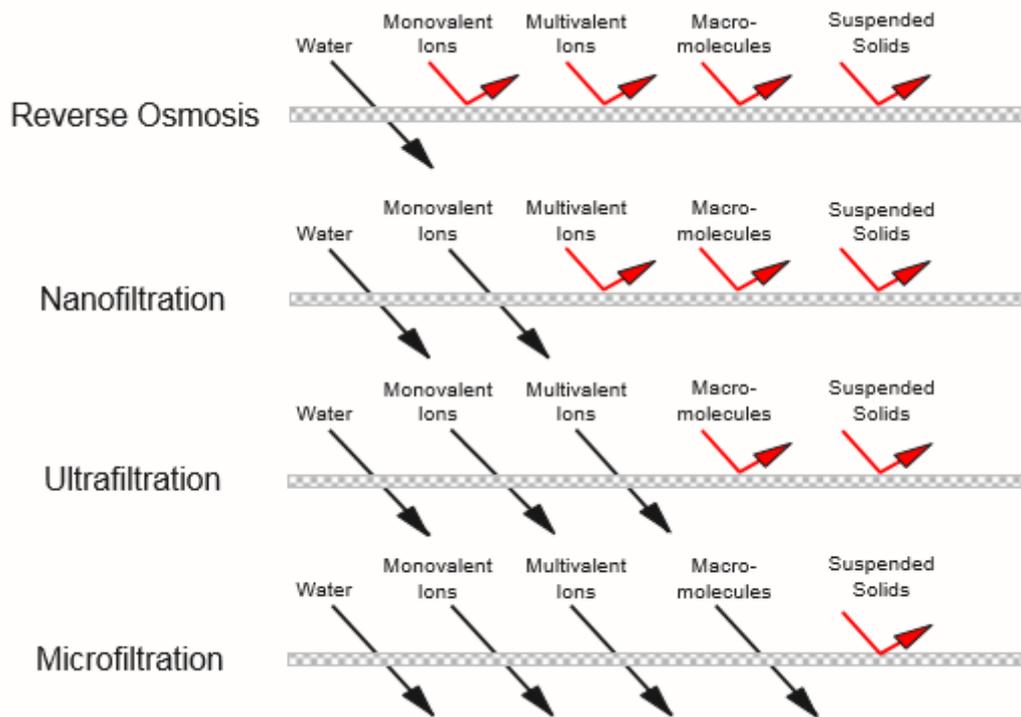


Ilustración 3. Exclusión de tamaño de partícula en operaciones con membranas.

Fuente: Koch Membrane (2017).

La UF es utilizada para separar contaminantes microbiológicos, coloides, entre otros; en donde el resultado es una solución de alimentación que se convierte en un filtrado más puro. Es por ello que las principales aplicaciones incluyen producción de aclaración, leche y suero de zumo de frutas, filtración de pintura automotriz, separación aceite/agua, purificación de productos farmacéuticos, producción de agua potable y reutilización de aguas residuales terciarias. (Muñoz, 2010)

Polarización por concentración

La separación de soluto y solvente que se lleva a cabo en la superficie de la membrana con un flujo turbulento para la membrana donde el solvente pasa a través de la misma hace que el soluto y otras especies de la corriente de alimentación sean retenidos y aumente la concentración en esa zona, un efecto que se conoce como polarización por concentración. De tal modo, se forma un perfil de concentración; es decir, una película llamada capa límite que actúa como barrera al paso del flujo de permeado.

Debido a este efecto la membrana se ve afectada, generando una disminución del flujo de permeado y provocando una posible precipitación de sales (ensuciamiento inorgánico) y adherencia microbiana en la superficie de la misma. Esto, ocasiona que el tiempo de vida de la membrana disminuya. Por lo tanto, a nivel industrial operan en un modo cíclico, donde la operación de limpieza se alterna con el normal funcionamiento y así poder eliminar en un gran porcentaje las disminuciones de flujo por la polarización. Otra forma de controlarlo es mediante ajuste de las variables de operación como velocidad, pulsación, ultrasonido o un campo eléctrico. (Bowen y Jenner, 1995)

Ensuciamiento de la membrana

El ensuciamiento es producto de la acumulación de material en gran parte insoluble en la superficie o dentro de la membrana, conduciendo a la pérdida irreversible de la permeabilidad de la misma. Por tal motivo, se reduce la tasa de producción (flux) debido a una reducción en la presión transmembranal (TMP) ocasionada por una diferencia de presión osmótica entre el permeado y la solución de alimentación inmediatamente adyacente a la superficie de la membrana. Esto, aumenta la complejidad de las operaciones de filtración de la membrana ya que el sistema tiene que detenerse con frecuencia para restablecer el flujo o por el contrario aumentar progresivamente la presión lo que genera un gasto energético mayor; resultando en un costo elevado que hace menos viable económicamente a la UF. (Meng, Tang, Huang, Wang, Chen y Zhang, 2015)

Muchos trabajos previos han intentado analizar los fenómenos de ensuciamiento que generan una reducción del flux, la cual se puede dividir en dos partes: primero, la polarización por concentración antes descrita, es consecuencia de la selectividad de la membrana. En segundo lugar, la suciedad o acumulación de material se ha demostrado que ocurre debido a los siguientes factores:

- Adsorción: Esto ocurre cuando existen interacciones específicas entre la membrana y el soluto o partículas. Una mono capa de partículas y solutos puede conducir a una resistencia hidráulica adicional. Si el grado de adsorción depende de la concentración, la polarización por concentración empeora la cantidad de adsorción.
- Obstrucción de poros: Puede ocurrir a escala superficial o a escala interna. Este tipo de ensuciamiento es el primero que sufre la membrana y por ello ocurre el descenso brusco en el flux de permeado que ofrece la membrana. Esto, lleva a una reducción de flux debido a la clausura o cierre parcial de los poros.
- Deposición de sólidos: un depósito de partículas puede crecer capa por capa en la superficie de la membrana, llevando a una importante resistencia hidráulica adicional. Esto se refiere a menudo como una resistencia de la torta.
- Formación del gel: para ciertas macromoléculas, el nivel de polarización de concentración puede conducir a la formación de gel en las inmediaciones de la superficie de la membrana, por ejemplo, una solución de proteínas concentradas.

La suciedad puede reducirse por la selección apropiada del material de la membrana o por el tratamiento previo de membrana con enzimas, surfactantes y polímeros. Además de estos métodos, ensuciamiento puede limitarse mediante el ajuste de los parámetros de funcionamiento del sistema o una buena limpieza de la membrana en la cual se restablezcan valores de flux cercanos a los iniciales. (Field, 1995)

Formación de capa gel

El modelo de capa de gel explica la acumulación de partículas en la superficie de la membrana que alcanza un valor máximo de concentración la cual genera una capa de gel que tiene independencia del flujo. Cuando se incrementa la presión sobre este límite, ocurre una compactación de la capa de gel ya que las partículas comenzaran a incrementar el espesor de esta capa hasta lograr un estado estacionario y, por tanto, el flujo no aumenta. Este flujo llega a un punto llamado flujo crítico, por debajo del cual no existe caída del flujo con el tiempo y el este depende linealmente de la presión

transmembranal y de propiedades como concentración, difusividad y viscosidad. Cuando se alcanza el flujo crítico, el flujo aumenta más lentamente y se va acercando a un valor constante, llamado flujo límite, bajo el que es aconsejable operar.

Según Field (1995), el flujo crítico en la ultrafiltración es debido a la densidad de flujo crítica la cual depende de las propiedades hidrodinámicas del sistema; esto es porque la capa de gel dinámico se supone que tienen una concentración de gel fija (C), pero es libre de variar en espesor o porosidad.

Al observar el flujo de una membrana en ultrafiltración se observa la existencia de una meseta de flujo que no se puede explicar desde el principio básico del modelo de película de polarización de concentración. Michaels (1968) y Blatt (1970) remitieron una hipótesis que *“a medida que la concentración en la membrana aumenta debido a la polarización, se produce una presión temporal que aumento en flujo y el soluto alcanza su límite de solubilidad y precipita en la superficie de la membrana para formar sólido o geles aumentando el grosor de la capa”*. Esto ocasiona que en los primeros minutos (30 minutos) ocurra un descenso brusco del flujo de permeado entre un 25-50 % hasta lograr formar esta capa gel; para luego obtener un descenso gradual del flujo dentro de 15 a 30% hasta lograr un estado estacionario en el resto del tiempo de operación .

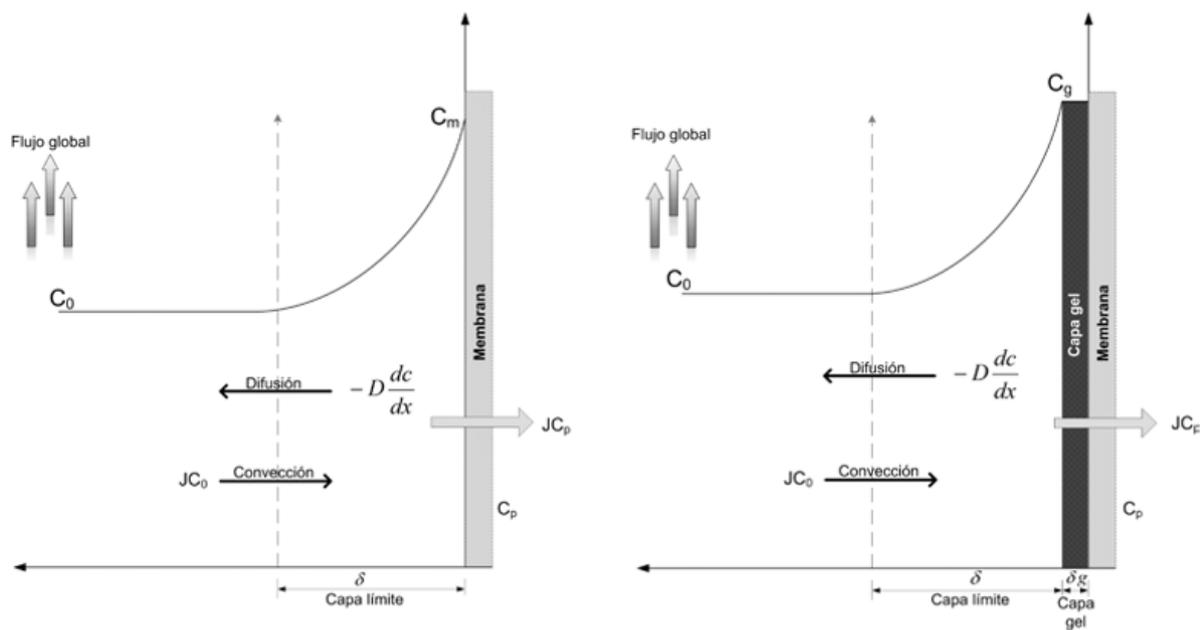


Ilustración 4. Fenómeno de polarización sin y con la presencia de la capa gel.

Fuente: Guerrero, H (2010). Tratamiento mediante tecnología de membranas

Los enfoques de prevención y reducción de la suciedad dependen del tipo de ensuciamiento a tratar, en el caso de la capa gel el enjuague con agua periódicamente es el más eficaz debido al arrastre directo en la cual se elimina en su totalidad y se recupera un gran porcentaje del flux de la membrana. En el caso del ensuciamiento por adsorción se recomienda limpieza intermitente regular (por ejemplo, lavado químico con sustancias alcalinas o acidas, surfactantes, enzimas), esto puede reducir la necesidad de procedimientos de mayor limpieza en el lugar (CIP), siendo los métodos químicos de limpieza de membranas más utilizados a nivel industrial por su mayor eficacia respecto a los métodos de limpieza físicos. Finalmente, para el ensuciamiento de los poros se utiliza la inversión del flujo (backflush), que consiste en aplicar presión en el lado del permeado, de manera que éste vuelva a

atravesar la membrana eliminando una gran cantidad de coloides, aunque no todo tipo de membranas se puede aplicar esta técnica. De esta manera, se logra un mantenimiento adecuado y constante de la membrana y del proceso; aunque para evitar hacer estas técnicas de formas tan periódicas las mejores opciones son las prevenciones utilizando promotores de turbulencia o sustancias en el alimento para una limpieza constante de la membrana. (Field, 1995)

Agua de papelerera

El agua procesada en industrias de papel no puede reciclarse, porque algunos de sus componentes se enriquecen, causando problemas ya sea directos o indirectos. Por lo tanto, se necesitan técnicas de purificación. El proceso de producción consta, básicamente, de las siguientes etapas: resintegración, refinado, dilución, depuración de pasta, mesa de fabricación, prensas, sequería, rebobinado y expedición.

Estas etapas se llevan a cabo en dos grandes procesos: preparación de la pasta y fabricación de papel. Normalmente están separadas.

La celulosa (materia prima para industria del papel) y la industria del papel, producen diferentes tipos de aguas residuales. Las aguas residuales industriales procederán básicamente de la deshidratación de la pasta de celulosa durante el proceso de fabricación, y en menor medida de la deshidratación de lodos de depuración. Los residuos peligrosos se almacenarán a cubierto en contenedores adecuados. (Lenntech, 2017)

La composición de los contaminantes en aguas residuales de las industrias del papel, depende del tipo de materia prima que se utiliza. El color depende de los diferentes tipos de madera o de otras materias primas que se utilizan para la producción. Este paso tiene el inconveniente de mayor carga bioquímica, debido a la utilización de productos químicos como el cloro o el dióxido de cloro (que son restringidos, debido al proceso).

Las aguas residuales industriales así tratadas se pueden verter si cumplen con las autorización ambientales de la zona donde esté ubicada la industria. A continuación, se presenta la autorización ambiental integrada de España para la industria de papel.

Tabla 2. Parámetros permitidos para los vertidos de aguas residuales de papeleras.

Parámetros físico-químicos	VLE autorizados
pH	5.5-9.5
Sólidos en suspensión (mg/l)	60
Material sedimentable (mg/l)	0.5
Sólidos gruesos	Ausentes
D.B.O.5 (mg/l)	25
DQO (mg/l)	125
Temperatura (° C)	<25°
Color	Incoloro
Boro (mg/l)	2
Cloruros (mg/l)	250
Sulfatos (mg/l)	250
Fosforo total (mg/l)	8
Amoniaco (mg/l)	7
Nitrógeno Nítrico (mg/l)	11
Aceites y grasas (mg/l)	10

Fuente: *Directiva 96/61/CE del Consejo con relativa a la prevención y al control integrados de la contaminación, España (1996)*

Para producir pulpa para papel fino y de impresión, se utilizan dos procedimientos químicos.

El proceso de Kraft es un proceso alcalino, utilizando por NaOH o Na₂S, que es muy eficaz en diferentes tipos de maderas especialmente la madera que contiene contaminaciones. El problema es que el agua de proceso de este tipo de proceso contiene SO₂ y el pH está entre 8 y 9. En el caso de la DBO (Demanda Bioquímica de Oxígeno) y DQO (Demanda Química de Oxígeno) depende del tipo de madera. Por otro lado, el proceso de sulfito es un procedimiento basado en ácidos; en el cual el efecto no es lo mismo comparado con el proceso alcalino. El procedimiento es más sensible, contra la contaminación.

Sea la decisión tomada el papel se produce de pulpa de "nueva" o reciclada y durante el proceso de producción de papel se utilizan químicos como CaCO₃, talco, ácido acético, EDTA y/o TiO₂ a la pulpa y al proceso productivo, para dar el color de papel más blanco; puede provocar el proceso de precipitación para ser ineficaz para la separación y recuperación de iones metálicos de las aguas residuales, incluso cuando están presentes en altas concentraciones. Lo que lleva a una urgente eliminación de todos estos compuestos de las aguas residuales. (Directiva 96/61/CE del Consejo, 1996)

Las aguas residuales de reciclaje de papel contienen también partículas que tienen que ser filtrada, como restos de plásticos, piezas de metal (clips de papel, etc.) y otros residuos que han de ser eliminados.

Es por ello que, el objetivo del presente estudio es utilizar el método de la ultrafiltración (UF) como un proceso de tratamiento para eliminación de contaminantes del agua residual en las industrias de papel y modelar una ecuación que exprese todas las variables que influyen en el proceso.

Potencial Zeta

El potencial zeta es una medida de la magnitud de la repulsión o atracción electrostática entre las partículas. Estas partículas coloidales dispersadas en una solución se cargan eléctricamente debido a sus características iónicas y atributos dipolares. La medición del potencial zeta es una de las formas de acortar las pruebas de estabilidad en el tratamiento del agua, debido a que es un parámetro para la carga de la superficie de la célula bacteriana aportando información detallada de las causas de la dispersión, agregación o floculación y así poder optimizar la dosificación de los aditivos químicos logrando reducir los costos. (Lenntech, 2017)

Cada partícula dispersada en una solución está rodeado por iones opuesto cargados llamados capa fija. Fuera de la capa fija, hay diferentes composiciones de iones de polaridad opuesta, formando un área de forma de nube. La mayoría de los contaminantes del agua desmineralizada, incluyendo mayoría de coloides, partículas y bacterias presentan un potencial zeta negativo.

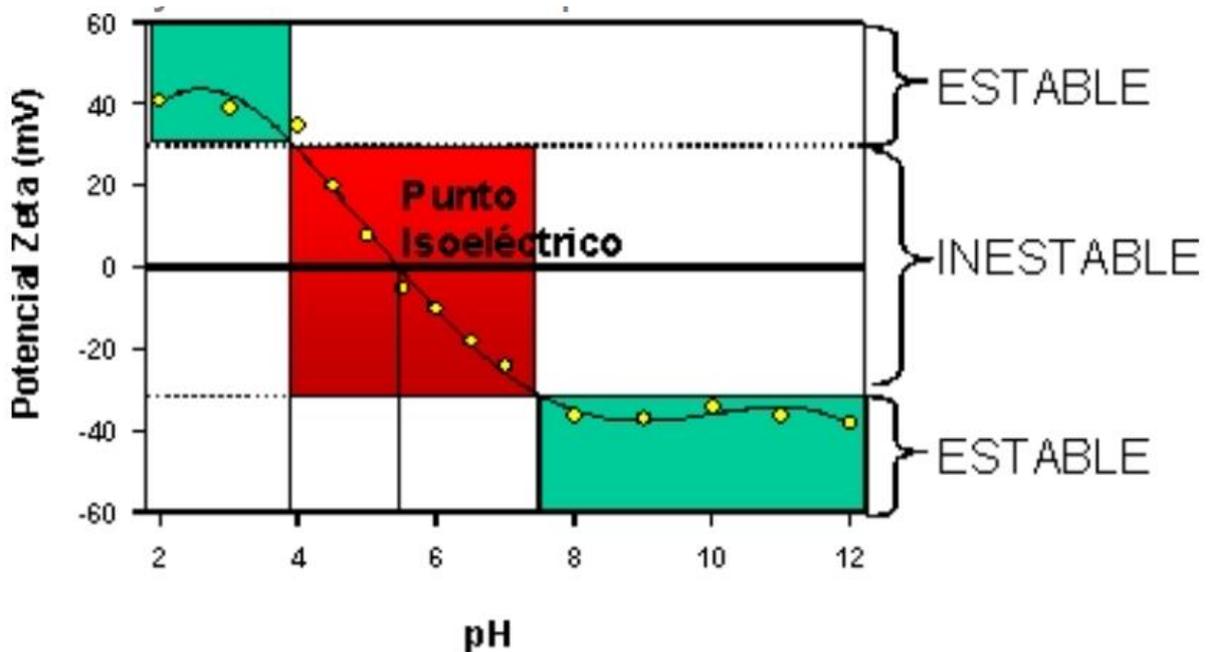


Ilustración 5. Rangos de estabilidad del potencial ZETA para una muestra.

Fuente: lesmat, 2017. Potencial ZETA.

Para determinar el potencial zeta simplemente se aplica un campo eléctrico controlado con electrodos sumergidos a la solución; logrando que las partículas sean atraídas al electrodo de la polaridad opuesta, acompañada por la capa fija y la parte de la capa doble difusa. El potencial en el límite entre esta unidad, es decir, en el plano de corte antes mencionados entre la partícula con su atmósfera de iones y el medio ambiente, se conoce como el potencial zeta (Ng y Peng, 2017).

La medición del potencial zeta tiene importantes aplicaciones en una amplia gama de industrias; por ejemplo: cerámica, productos farmacéuticos, medicina, procesamiento de minerales, electrónica y tratamiento del agua. Es por ello, que muchas industrias buscan elementos con potenciales zetas positivos ya que proporcionan una ventaja importante de eliminar elementos cargados negativamente como contaminantes antes mencionados.

Tamaño de partícula

El tamaño de partícula es la característica geométrica más importante de las muestras que explica muchas propiedades físicas de los materiales tratados; con solo analizar partículas que van desde nanómetros hasta milímetros. Hay una gran variedad de sistemas reales que contienen partículas dentro de este rango de tamaño; como polvos, suspensiones, emulsiones y aerosoles (Dukhin, Parlia, Klank y Lesti, 2010)

Estos sistemas generalmente tienen una dispersión muy grande, lo que significa que las partículas en una muestra particular varían en tamaño, es por ello que la medición de las distribuciones de tamaño de partícula y la comprensión de la forma es un valioso indicador de calidad y rendimiento ya que muestra en que afectan a los productos y procesos pueden ser elementos vitales para el éxito de muchas empresas manufactureras.

Por lo tanto, para caracterizar adecuadamente estos sistemas, no es suficiente simplemente determinar un tamaño de partícula. En su lugar debemos determinar distribución de tamaño de

partícula del sistema. La medición de distribuciones de tamaño de partícula se lleva a cabo mediante difracción de rayo láser, que por lo general, en una amplia gama de industrias con frecuencia constituye un parámetro crítico en la fabricación de muchos productos. (Dispersion Technology Inc, 2013)

En los diferentes software que miden la distribución de partícula tendremos, la variable independiente (abscisas) que describe la propiedad física elegida para caracterizar el tamaño, mientras que la variable dependiente (ordenada) caracteriza el tipo y medida de la cantidad, número, área, volumen o peso. Para las partículas irregulares, el concepto de un "diámetro equivalente" permite caracterizar las partículas irregulares.

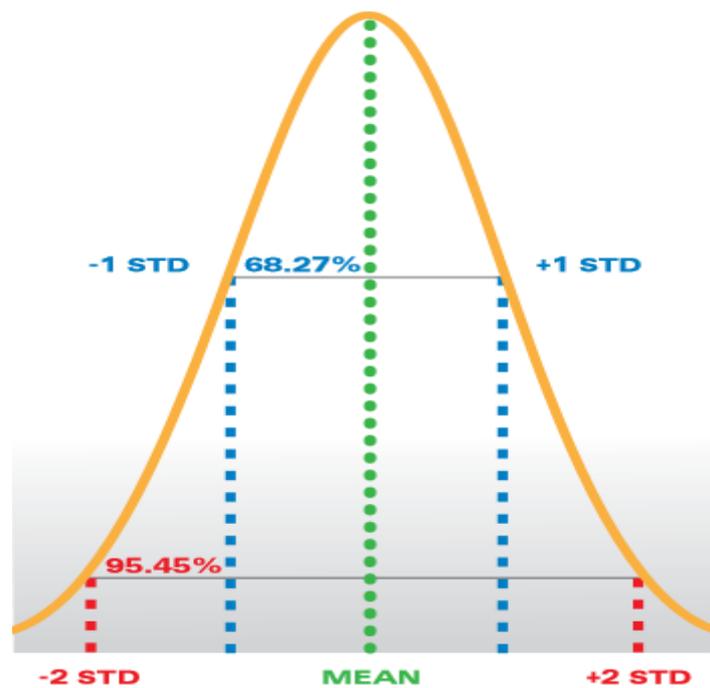


Ilustración 6. Curva característica de distribución de partícula.

Fuente: Horiba Scientific, 2016

La cantidad relativa de diferentes partículas, medido en ciertos intervalos de tamaño, forma una distribución de densidad supuesto, que representa el primer derivado de la distribución acumulada. Generalmente, se normaliza la distribución acumulada. Esta distribución determina la cantidad de partículas (en número, longitud, área, peso o volumen) que son más pequeños que el diámetro equivalente. (Horiba Scientific, 2016)

Para tamaños de partículas más pequeños y mayor carga de superficie (potencial zeta) suelen mejorar la suspensión y estabilidad de la emulsión. Por estas y muchas otras razones es importante medir y controlar la distribución de tamaño de partícula de muchos productos.

Modelar en los procesos de ultrafiltración

Durante las últimas décadas se han investigado sobre la modelización de procesos de membranas; es por ello que se hace necesario tener conocimientos fundamentales del proceso e identificar todo lo que afecta en el proceso de ultrafiltración, como interaccionan los distintos parámetros operativos y

como afectan al ensuciamiento y el flux de la membrana. Para que un determinado proceso “pueda ser diseñado y modelado de manera eficiente estas investigaciones han desarrollado diferentes modelos y lenguajes matemáticos con el fin de predecir la evolución de la densidad de flujo de permeado con el tiempo. Siendo herramientas de gran importancia para diseñar procesos de membrana, prediciendo el ensuciamiento de las mismas y seleccionando las condiciones de operación óptimas para prevenir la disminución de la efectividad del proceso relacionada con distintos factores que afecten el mismo” (Alventosa, E. 2015).

El objetivo de los modelos matemáticos es encontrar una descripción satisfactoria de un evento combinando los niveles diferentes niveles de los parámetros que afectan en la densidad de flujo de permeado. Es por ello, que son una poderosa herramienta ya que logran una mejor comprensión, predicción y optimización de las condiciones de operación experimental. Con ellos, se obtienen optimizar manipulando las variables experimentales decididas que influyen en el proceso; así como por las industrias en sus controles de procesos, simulaciones, etc.

En esta oportunidad fue utilizado el software matemático Statgraphic, una herramienta con un modelo robusto para la optimización de complicados procesos; por ello es potencialmente confiable y atractiva para para determinar la relación de los factores en los experimentos realizados en periodos cortos. Además, se realizan experimentos de largo periodo para simular procesos industriales que puedan ayudar más al software y a obtener ecuaciones que reflejen de forma más clara los resultados de proceso. Del mismo modo medidas fisicoquímicas como: sólidos suspendidos totales (SST), demanda química oxígeno (DQO), pH, temperatura y turbidez en distintos momentos del experimento del presente trabajo para cumplir con las expectativas.

El lenguaje matemático puede considerarse como una alternativa viable a las técnicas convencionales. Según la literatura, las características clave de este lenguaje son las siguientes: “(I) requieren solamente valores escalares; (ii) son capaces de manejar funciones objetivo no lineales y robustas; (iii) realizan búsquedas globales y por lo tanto tienen más probabilidades de llegar cerca de la función óptima; (IV) no imponen condiciones previas, como suavidad, diferenciabilidad y continuidad, en la forma de la función objetivo” (Badrnezhad, R. y Mirza, B. 2014).

Cabe señalar que una característica importante de estas herramientas matemáticas, es que requiere conocimientos sencillos sobre lo que pasa durante el proceso de la UF como la naturaleza intrínseca de las membranas, el efecto del medio ambiente, el comportamiento de las partículas, la capa de gel y la polarización por concentración. Ya que el modelo se centra exclusivamente sobre la base de los datos experimentales obtenidos, ayudando a los diseñadores para discernir sobre la selección en los parámetros de entrada de proceso, maximizando o minimizando sobre la función objetivo especificado.

Este lenguaje matemático utiliza las siguientes relaciones para el cálculo de las ecuaciones de optimización del proceso:

$$\text{➤ Suma de cuadrados: } SSa = \sum_{i=1}^{ka} \left(\frac{Ai^2}{N_{Ai}} \right) - \frac{T^2}{N}$$

Donde ka: número de niveles del factor A, Na: observaciones del factor A en el nivel i, T: suma de observaciones.

$$\text{➤ Total de los cuadrados: } SSt = \sum_{i=1}^{ka} (Yi^2) - \frac{T^2}{N}$$

Donde Y_i : observaciones de i

- Error: $SSE = SST - (SSa + SSb + \dots)$
- F-radio: $Fa = \frac{MSa}{MSe}$

Donde MS se calcula dividiendo la suma de los cuadrados entre los grados de libertad. Mse: varianza del error.

- % contribución de parámetros: $P(\%) = \frac{SSa - (DOFa \times MSe)}{SSt} \times 100$

Donde DOF: grados de libertad,

- Radio S/N: $\frac{S}{N} = -10 \log\left(\frac{1}{N} \sum_{i=1}^n Y_i^2\right)$

Donde n : iteraciones, Y_i : flux.

En el presente trabajo se busca desarrollar mediante el software matemático ecuaciones para predecir con precisión la disminución de flux de permeado bajo los efectos de los diferentes parámetros de funcionamiento (temperatura, PTM y velocidad tangencial) en aguas residuales de industrias papeleras a escala de laboratorio.

CAPITULO 3

3.1 Revisión Bibliográfica

Para la realización de este trabajo se ha realizado una revisión bibliográfica sobre los temas: problemas del agua en el mundo, métodos de solución, filtros y destilación, adsorción y desorción de agua, electroquímica, oxidación avanzada, membranas, ultrafiltración, polarización por concentración, ensuciamiento y limpieza de membranas, formación de capa gel, aguas residuales de papelera, coloides, efecto de parámetros de operación, potencial zeta, tamaño de partículas y modelos matemáticos.

Para ello se utilizan las herramientas de Google Académico, Science Direct y trabajos previos en la hemeroteca de la UPV.

3.2 Equipamiento necesario

3.2.1 Membrana de Ultrafiltración utilizada

Las membranas de UF utilizadas en el presente trabajo fueron de Synder Filtration™ (Vacaville, CA-USA). Son membranas de hoja plana de polyethersulfona (PES) con un corte de peso molecular de 10 kDa (MWCO). La siguiente tabla, muestra las características y condiciones de funcionamiento de las membranas que se utilizan.

Tabla 3. Parámetros de las membranas utilizadas.

Parámetros	Valores
Tipo de membrana	Polisulfona
Max. Presión aplicada [Bar]	8.3
Max. Temperatura operativa [°C]	50
Máximo rango de ph a 25°C	1.8 - 11.0
Peróxido permitido en el alimento	< 3 ppm

Fuente: Synder filtration, 2016

3.2.2 Agua residual a tratar

El agua residual utilizada en este trabajo proviene de una papelera de la zona de Alcoy, la cual suministro a la Universidad Politécnica para su análisis. A continuación, se muestran algunas características físico-químicas de esta agua.

Tabla 4. Características fisicoquímicas del agua de la industria papelera.

Muestra	T (°C)	pH	Turbidez (NTU)	Conduct. (25°C) mS/cm	Nitrógeno T (mg/L)	Fosfato (mg/L)	SST(g/L)	SS (mg/L)
1	26,6	8,49	9,805	4,14 a 27,1			0,032	0
2	26,6	8,47	9,571	4,1 a 27,1			0,046	0
3	26,6	8,53	9,883	4,07 a 27,2			0,028	0
4	21,7	8,19	9,680	3,81 a 24,1	< 0,5	< 0,05	0,038	0

Fuente: *Elaboración propia.*

3.2.3 Planta piloto de ultrafiltración

Los experimentos fueron realizados en la planta piloto de UF de la Universidad Politécnica de Valencia en el Campus de Alcoy.

1. El agua de la industria papelera se dispone en unos recipientes para protegerla de cualquier contaminante que dañe sus características al paso de los días.
2. Se hace un pre-tratamiento mediante unos filtros de 25 y 5 micras (Cintropur-ver anexos)
3. Esta planta tiene un tanque de alimentación con un volumen de 10 litros, el cual tiene conectada directamente el flujo de rechazo y así poder mezclar la solución en todo momento para evitar cambios de concentraciones.
4. El módulo de membrana que se utiliza es de la empresa Rhone-Poulenc UFP 2, el cual tiene la opción de colocar dos membranas en el que el rechazo de una de ellas será el alimento de la otra membrana. El área efectiva de la membrana es de 0,0129 m², el cual resulta de una longitud del módulo de 172 mm y una anchura de 75 mm. El tamaño molecular de la membrana es de 10KDa.
5. Todo el líquido que pase por el sistema está controlado por el sistema de control de temperatura de la empresa VWR con sistema digital, intercambiador de calor, resistencia eléctrica, con una capacidad de 6 litros y unas temperaturas que oscilan los -20 °C y los 150 °C.

Seguido del tanque de alimentación, se dispone de un filtro de la empresa Parker de 125 micrómetros (ver anexos), el cual es de poliéster, trabaja a máximo 7 bares de presión y tiene un flujo máximo de 120 L/min; que protegerá la bomba de la planta piloto. Antes de llegar a la bomba el sistema tiene una válvula de seguridad para proteger el sistema de cualquier sobrepresión.

6. Una bomba de acero inoxidable con un triple desplazamiento positivo [tres varillas de émbolo], con un flujo máximo de 0,82 m³/h, una presión máxima de 141 bares y 1725 RPM. (Catpumps-2017-ver anexo).
7. Se coloca un primer manómetro de la empresa Wika Instruments (ver anexos) para controlar todas las presiones requeridas en este trabajo. Al salir del módulo se coloca el segundo manómetro para observar la presión de salida del sistema.
8. Un sensor de temperatura en la tubería antes del módulo de membrana y un segundo sensor de temperatura a la salida del módulo.
9. Finalmente, el agua retorna al tanque de alimentación pasando por el caudalímetro de 20 litros por minuto de la empresa Key Instruments-serie 2530(Ver anexos) el cual controla los flujos de alimento requeridos.
10. El permeado de ambas membranas se recoge en dos recipientes los cuales están ubicados en balanzas de precisión electrónicas.
11. A parte se tienen dos tanques con las sustancias (agua destilada y solución de NaOH) para el tratamiento de limpieza de la membrana.

A continuación, se muestra un diagrama de la planta de ultrafiltración utilizada.

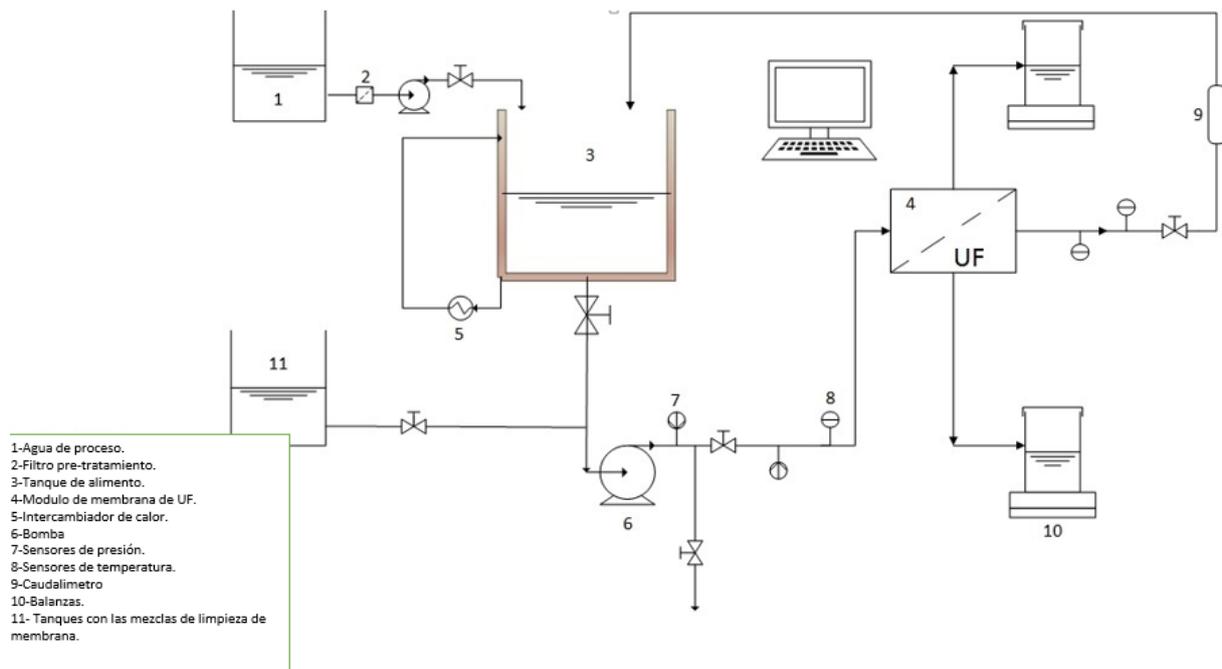


Figura 1. Diagrama de la planta de ultrafiltración utilizada.

Fuente: Elaboración propia.

3.3 Técnicas aplicadas de medición

3.3.1 Demanda química de oxígeno (DQO), Nitrógeno y Fosforo total.

Las concentraciones del agua residual de la industria papelera y los diferentes permeados se miden por medio del test en cubetas de intervalo 25 a 150 mg/L que proporciona la empresa Merck. Para ello, se utiliza el espectrofotómetro Spectroquant NOVA 60 (Ver anexos) y el Termoreactor TR300 (Ver anexos) de 120-148 °C de la empresa Merck.

3.3.2 Turbidez

Para las mediciones de la turbidez tanto del agua residual (alimento), como de cada uno de los permeados obtenidos por cada membrana se usa el turbidímetro Dinko D-112 (Ver anexos), el cual tiene rangos de medida N-10, N-100 y N-1000.

3.3.3 Conductividad y pH del agua residual

La conductividad del agua residual se mide al ser recibidas en la Universidad y a lo largo del estudio empleando el conductímetro portátil con sonda de temperatura de la empresa Crison (España). En el caso del pH se realiza del mismo modo con ayuda del pH-metro con su correspondiente sonda de temperatura de la empresa Crison (Ver anexos).

3.3.4 Temperatura, peso y presiones

Las medidas de estos parámetros como el volumen y las presiones del sistema se controlan como se explica en el apartado 3.2.3 con los manómetros y el caudalímetro; pero para tener un reporte en tiempos largos y observar cualquier cambio significativo del sistema, las medidas se realizan mediante el uso de una Tarjeta DAQ (obtención de temperatura, peso y presiones de forma electrónica) el cual envía la información al Software LabVIEW® en la computadora. De este modo, con la ayuda de este

software se obtienen medidas en el tiempo deseado y observar mejor las variaciones del sistema cometiendo los menores errores posibles.

3.3.5 Rechazo de la membrana

Para el rechazo de la membrana se utiliza la ecuación siguiente:

$$R = 1 - \frac{C_p}{C_a}$$

C_p =Concentración permeado, C_a = Concentración alimento

Ambas concentraciones pertenece al agua residual y determinadas utilizando la técnica de la turbidez y DQO antes descrita en el apartado 3.3.2.

3.3.6 Flujo de permeado del sistema

Las medidas se realizan mediante el uso de una Tarjeta DAQ (obtención de peso de las balanza analíticas) el cual envía la información al Software LabVIEW® en la computadora. De este modo con la ayuda de este software se obtienen medidas en el tiempo deseado y así observar mejor las variaciones del sistema cometiendo los menores errores posibles.

Para obtener el flujo de permeado se deben considerar las siguientes observaciones. Primero, con los resultados obtenidos por el software de la temperatura en cada operación se obtiene la densidad (Kg/m^3) mediante la ecuación $-0.064X^2 + 0.0416X + 999.92$ con una regresión de 0.9999 (Universidad Politécnica de Cataluña).

El valor de los pesos de la balanza analítica (gr) para cada membrana reportado por el software se realiza una resta entre los valores obtenidos en cada uno de los tiempos de medición.

El área de las membranas del módulo utilizado es de 0.0129 m^2 . El tiempo de medición del software es cada 30 segundos. Finalmente, el cálculo para el flujo de permeado del sistema es el siguiente:

$$\text{Volumen (m}^3\text{)} = \frac{\text{Masa}}{\text{Densidad}} = \frac{\text{Kg}}{\frac{\text{Kg}}{\text{m}^3}}$$

$$\text{Flux} \left(\frac{\text{m}^3}{\text{m}^2 \times \text{h}} \right) = \frac{\text{volumen}}{\text{Area} * \text{tiempo}}$$

3.3.7 Sólidos en suspensión

Dejar que la muestra de alimento llegue a la temperatura ambiente del laboratorio. Mezclar bien la muestra por medio de agitación y llenar el cono Imhoff hasta la marca de 1L sin verter por las paredes. Dejar sedimentar por 45 minutos y remover suavemente las paredes del cono. Dejar sedimentar 15 minutos más. Reportar el resultado obtenido en ml/L y si ocurre el caso de resultados inferiores a 0.1ml/L reportar como <0.1 ml/L.

3.3.8 Sólidos totales

Se lavan tres filtros de $.45\mu\text{m}$ filtros de la empresa Whatman con 20-30 mL de agua de-ionizada para remover cualquier sólido que haya quedado del proceso de fabricación. Se colocan los filtros en recipientes (vidrios de reloj), secándolos por 30 minutos en un horno de $104 \text{ }^\circ\text{C}$. El recipiente y el filtro

se ponen en un desecador, y se pesan. Se repite este paso varias veces para obtener el peso promedio del filtro y el recipiente.

Obtención de SST

1. Filtrar una muestra de 100. mL usando el filtro preparado en el paso previo.
2. Poner cada filtro en su propio recipiente de aluminio secar cada uno en un horno por una hora a 104 °C. Enfriar el filtro y el recipiente en un desecador y pesar.

Repetir este paso hasta obtener el peso promedio de SST.

Cálculo de TSS

$$SST \left(\frac{mg}{L} \right) = \frac{(\text{peso promedio despues de filtrar})(g) - (\text{peso promedio antes de filtrar})(g)(1000 \frac{mg}{g})}{\text{Volumen de muestra de agua en L}}$$

3.3.9 Tamaño de partícula

Las medidas se realizan mediante el uso del equipo Zetasizer Nano Z (Malvern Instrument Ltd.) (Ver anexos) a una temperatura de 25 °C. De este modo con la ayuda de este software se obtienen medidas en el tiempo deseado y observar mejor las variaciones del sistema cometiendo los menores errores posibles. Se utiliza la cubeta DTS0012 de la empresa Malvern la cual luego de utilizar cada muestra se limpia mediante el uso de agua desionizada y alcohol para evitar contaminación entre las muestras y errores de los resultados. En este caso el software de forma predeterminada tiene un mínimo de 12 hasta un máximo de 100 repeticiones hasta obtener el valor preciso.

3.3.10 Potencial Zeta

Las medidas se realizan mediante el uso del equipo Zetasizer Nano Z (Malvern Instrument Ltd.) a una temperatura de 25 °C. De este modo con la ayuda de este software se obtienen medidas en el tiempo deseado y observar mejor las variaciones del sistema cometiendo los menores errores posibles. Se utiliza la cubeta DTS1070 de la empresa Malvern la cual luego de utilizar cada muestra se limpió mediante el uso de agua desionizada y alcohol para evitar contaminación entre las muestras y errores de los resultados. En este caso se le colocó al software unas 25 repeticiones para obtener el resultado definitivo.

3.4 Metodología experimental

En primer lugar, el agua de proceso proveniente de la industria papelera se pasa a través de un filtro de 25 micras (Cintropur) como medida de pre-tratamiento para eliminar cualquier partícula de grandes dimensiones que pudiese entrar en la bomba del sistema al iniciar el proceso de ultrafiltración.



Ilustración 7. Pre-tratamiento del agua industrial de papelería.

Fuente: Elaboración propia.

Para este trabajo se consideran los métodos analíticos de diseños factoriales para obtener una matriz experimental sobre el plan a seguir variando tres factores (flujo de alimento, presión y temperatura). Para ello, se utiliza la herramienta Statgraphics para conseguir los niveles óptimos de cada factor a tratar. La mencionada herramienta proporciona una matriz de experimentos totales de $27=3^3$. Es decir, un diseño de 9 experimentos por cada factor. En la siguiente tabla se muestra cada uno de los 27 experimentos obtenidos con la herramienta Statgraphics a realizar y sus respectivas variaciones.

Tabla 5. Resultados de los parámetros de operación mediante el método de diseño factorial.

Factores	Bajo (1)	Medio (2)	Alto (3)	Unidad es	Continuo
Niveles de Presión	1,0	2,0	3,0	(bar)	Sí
Flujos tangenciales	2,0	3,25	4,5	(L/min)	Sí
Velocidad tangenciales	0,463	0,752	1,041	(m/s)	Si
Temperaturas	15,0	22,5	30,0	(°C)	Sí

Fuente: Elaboración propia.

La primera parte del trabajo consiste en reproducir los 27 experimentos antes expuestos, midiendo el flux de permeado en la membrana con agua desionizada, logrando así la caracterización de la misma cuyo material es Polisulfona de un peso molecular de 10 KDa. El tiempo de medida para cada experimento es de 1 hora.

El procedimiento para el trabajo experimental fue el siguiente:

1. Se coloca el alimento en el tanque correspondiente.
2. Se abren las válvulas de paso del tanque a la bomba, de la bomba al módulo y finalmente de la salida del módulo al caudalímetro.
3. Se enciende el termostato y la bomba para lograr un primer paso del alimento por el sistema.
4. Con el caudalímetro y el regulador de frecuencia de la bomba se modifican el flujo de alimento y la presión del sistema deseado.
5. Con el software Labview iniciado se monitorea hasta que se hayan estabilizado los valores; especialmente el de la temperatura y cuando estén en el rango necesario se da inicio para poder monitorear y guardar los valores deseados en el tiempo requerido.
6. Al finalizar el tiempo requerido se detiene el monitoreo en Labview, se guardan los resultados y se procede a disminuir la presión de la bomba al mínimo deteniendo el sistema. Seguidamente, se inicia el proceso de limpieza de la membrana.
7. Se comienza desde el paso 2 para los siguientes experimentos hasta completar los 27 totales.

Para ello, se recurre a encender la planta de Ultrafiltración antes expuesta y todo el sistema; en el termostato se irá graduando la temperatura necesaria, se observa la presión requerida directamente de los manómetros de la planta y con el software Labview se tomarán muestras cada 30 segundos, el cual reporta los pesos de las balanzas electrónicas, temperatura del alimento y presiones de entrada y salida a la membrana de Ultrafiltración. Se toman medidas por un tiempo de 1 hora para cada experimento.



Ilustración 8. Planta de Ultrafiltración utilizada.

Fuente: Elaboración propia.

3.4.1 Experimento con agua de proceso

Para el ensayo con el agua de proceso industrial proveniente de una industria papelera se procede a seguir los pasos antes descritos en la metodología experimental utilizando el agua de papelera, en este caso para tiempos de operación de 4 horas. En cada experimento, se guardan pequeñas cantidades de permeado obtenido para análisis fisicoquímicos y se devuelve al tanque de alimento una cantidad similar de agua de proceso a la que se guarda del permeado antes descrito.

3.4.2 Limpieza de la membrana

Para el lavado de la membrana todo el proceso se realiza a un flujo de 4,5 L/min (1,041 m/s) y 3 bares de presión; previamente se prepara una solución de NaOH al 6%, aproximadamente unos 6 litros. Se comienza con un enjuague por aproximadamente 5 minutos con agua desionizada para arrastrar las capas formadas a lo largo del tiempo de operación del sistema. Seguidamente, se procede a introducir al sistema la solución de NaOH por un tiempo estimado de 30 minutos. Por último, se repite un enjuague con agua por el mismo tiempo antes descrito.

El NaOH utilizado es de la empresa Panreac (España), el cual viene en un formato de bolitas pequeñas (lentejas). A continuación, se presenta algunas características.

Tabla 6. Características del NaOH empleado en la limpieza de las membranas.

Propiedad	Valores
Pureza	98%
Sulfato	0,002 %
Potasio	0,2 %
Carbonato como Na ₂ CO ₃	1 %
Densidad a 20 °C	2,13 g/cm ³
Temp. de descomposición	220 °C
Punto de fusión	318 °C

Fuente: Elaboración propia.

El agua desionizada para la preparación de la solución de NaOH, el lavado y la caracterización de la membrana se produce dentro de las instalaciones de la Universidad, en el laboratorio de Ingeniería Química. Para ello, se utilizan dos filtros de resina de lecho mixto FT line-89(Ver anexos) y membranas de osmosis inversa de la empresa Blue Tide (Ver anexos).

El procedimiento para el lavado de la membrana fue el siguiente:

1. Con el sistema detenido se procede a vaciar toda el agua de alimento que esté fuera del tanque, es decir, en las tuberías próximas a la bomba y al módulo. Para ello se abre la válvula de purga de la planta de ultrafiltración.
2. Seguidamente, se retira la tubería del caudalímetro al tanque (agua retorno) y se introduce en el tanque a utilizar en cada ocasión (NaOH o agua desionizada) . Se cierra la válvula de paso del tanque de alimento a la bomba.
3. Se abre la llave de paso de la tubería externa donde ira conectado respectivamente el tanque de NaOH y agua desionizada.
4. En cada ocasión de lavado se vacía como en el paso 1 el agua o NaOH que este en el sistema abriendo la válvula de purga.

5. Al terminar el lavado se hace el procedimiento inverso, es decir, se cierra la válvula externa y se abre la válvula de paso del tanque de alimento, se vuelve a conectar la tubería que conecta el caudalímetro al tanque de alimento.

CAPITULO 4: Resultados

4.1 Caracterización de las membranas de Ultrafiltración.

Como se indicó en los procedimientos experimentales, se realizó una caracterización de las membranas de 10 KDa a diferentes parámetros utilizando agua destilada; obteniendo como resultados de permeabilidad y resistencia intrínseca promedio los que se muestran en la siguiente tabla.

Tabla 7. Permeabilidad y resistencia intrínseca de la membrana de Ultrafiltración utilizada.

Condición	Resistencia intrínseca promedio (m^{-1})
1,041 m/s	$4,17.10^{12}$
0,752 m/s	$5,50.10^{12}$
0,463 m/s	$1,315.10^{13}$

Fuente: Elaboración propia.

Estos valores de la resistencia y la permeabilidad de la membrana corresponden a un ajusten correcto del comportamiento de la densidad de flujo de permeado de agua destilada vs presión transmembranal aplicada; con un índice de correlación de 0,95.

En la siguiente figura se muestra, los resultados obtenidos para un experimento con los siguientes parámetros de operación: 1,041, 0,752 y 0,463 m/s a 22,5 °C

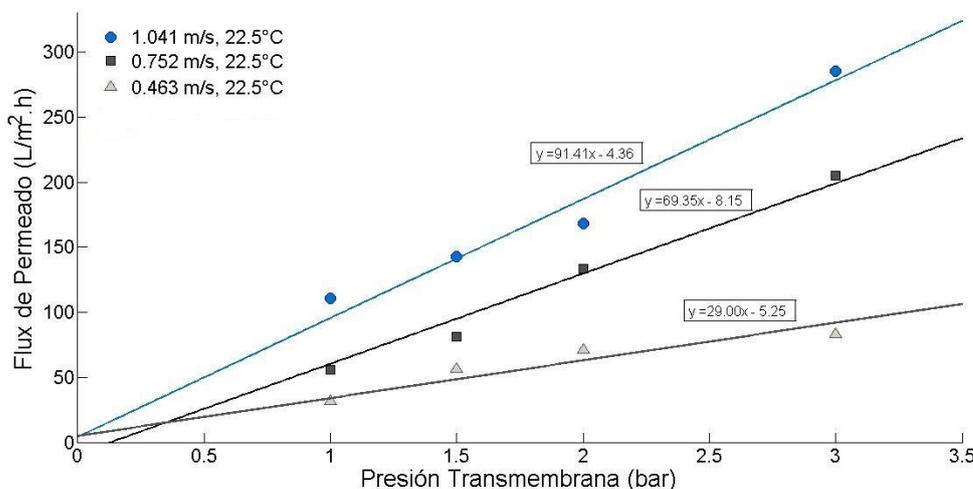


Figura 2. Densidad de flujo de agua destilada en función de la PTM.

Fuente: Elaboración propia.

Y se compara con una caracterización a la misma membrana para una figura de flux de permeado de agua destilada versus presión aplicada (1.0, 1.5, 2.0 y 3.0 bar) a 22 ° C y un nivel de flujo cruzado de 1,041 m/s. La resistencia intrínseca obtenida para este caso fue de $1,629 \cdot 10^{12} m^{-1}$, mismo orden de magnitud de la resistencia de la membrana a utilizar en el presente trabajo.

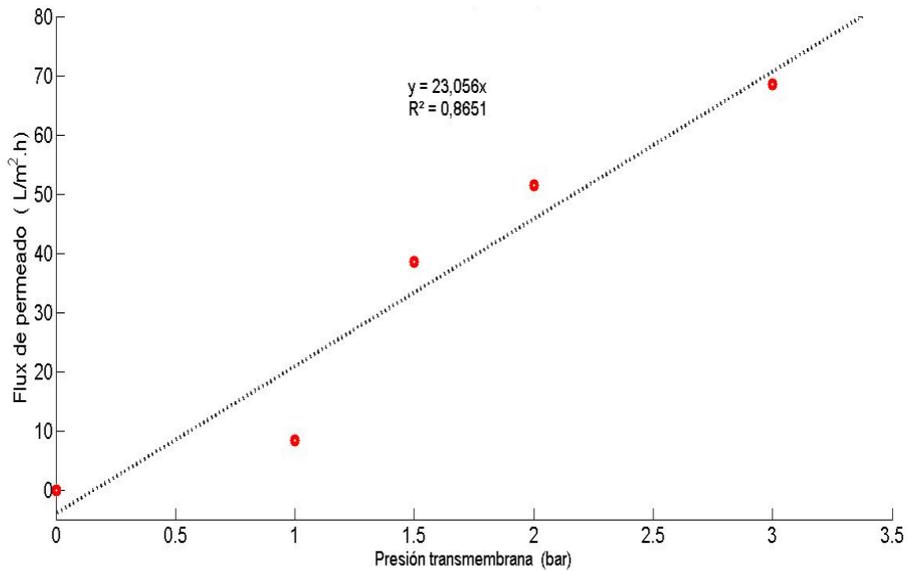


Figura 3. Densidad de flujo de agua destilada en función de la PTM.

Fuente: Mayko, R. 2016

4.2 Comportamiento de las membranas de UF ante el agua de industria papelerera.

A continuación, se presentan los resultados obtenidos en el comportamiento de las membranas en el proceso de ultrafiltración; analizando cómo afectan los parámetros de operación (presión transmembranal, temperatura y velocidad tangencial) sobre las curvas de densidad de flujos de permeado vs tiempo de operación.

Para ello, continuando con el método de diseño factorial utilizado en el procedimiento experimental; estos resultados se presentan por el método ortogonal descrito en la siguiente tabla, tomando los factores como 1(valor bajo), 2(valor medio) y 3 (valor alto) de la tabla 5 presentada en la metodología del presente trabajo.

Tabla 8. Combinaciones de análisis por el método ortogonal de diseño factorial.

Análisis	Efecto	Factores		
		PTM	Temperatura	Velocidad tangencial
1	Presión	1,2,3	1	2
2		1,2,3	2	3
3		1,2,3	3	1
4	Velocidad	1	1	1,2,3
5		3	2	1,2,3
6		2	3	1,2,3
7	Temperatura	1	1,2,3	1
8		2	1,2,3	2
9		3	1,2,3	3

Fuente: Elaboración propia.

4.2.1 Efecto de la presión transmembranal.

Para observar la influencia de la presión transmembranal sobre los resultados obtenidos de flujo de permeado en el presente trabajo con el agua de industria papelera, se reflejan en las siguientes Figuras (4,5 y 6). Las figuras se presentan en función a la temperatura utilizada en cada experimento y los efectos en la membrana utilizada.

En las siguientes figuras se muestra el comportamiento de las membranas con la densidad de flujo de permeado en función del tiempo de operación. Se observa que a mayor presión efectivamente como dice la teoría aumenta el flujo de permeado en la Ultrafiltración como ocurre en los tres casos, pero al observar la figura 5 comparándola con las otras dos hay una similitud en los valores a 1 y 2 bares; situación que no ocurre en los otros dos casos donde hay una diferencia en cada presión transmembranal aplicada. Esto podría deberse a un *“taponamiento parcial de los poros de forma inmediata inducido por el aumento de presión y elevado de velocidad tangencial (1,041 m/s)”* como explica Enrique R. en su Tesis *“Estudio y modelización del ensuciamiento de membranas en ultrafiltración de disoluciones de Polietilenglicol”* (2005).

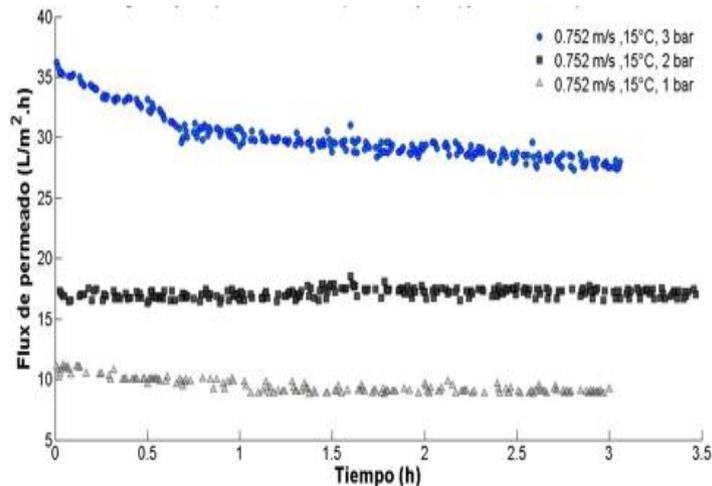


Figura 4. Efecto de la presión transmembranal a 0,752 m/s y 15 grados

Fuente: Elaboración propia.

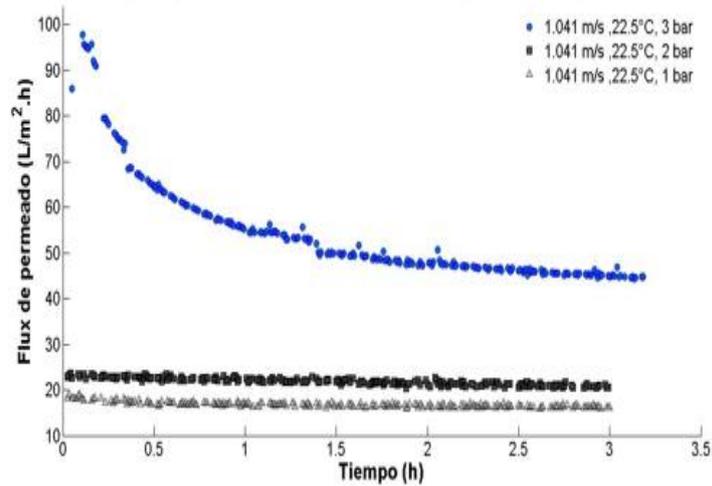


Figura 5. Efecto de la presión transmembranal a 1,041m/s y 22,5 grados.

Fuente: Elaboración propia.

Pero al observar las figuras 4 y 5 sucede la misma situación al aplicar una PTM de 2 bares en diferentes niveles de velocidad tangencial, donde se observa que prácticamente no existe una pendiente como si ocurre en los otros niveles de presión, y además en el caso a 0,752 m/s hay un ligero ascenso que no debería ocurrir, misma situación que ocurre en el trabajo “Ultrafiltración tangencial de efluentes secundarios” (Vera, L., González, E., Díaz, O., Bohorque, R., Sánchez, R. 2014). Es por ello, que se decide cambiar el protocolo de limpieza de la membrana para los experimentos a 15 y 30 grados centígrados y realizarlo al finalizar cada experimento para así poder observar si hay una pendiente característica de la ultrafiltración en los experimentos a 2 bares; del mismo modo se reduce el tiempo de operación de 4 a 3 horas para tener el tiempo necesario de limpieza correcta de las membranas.

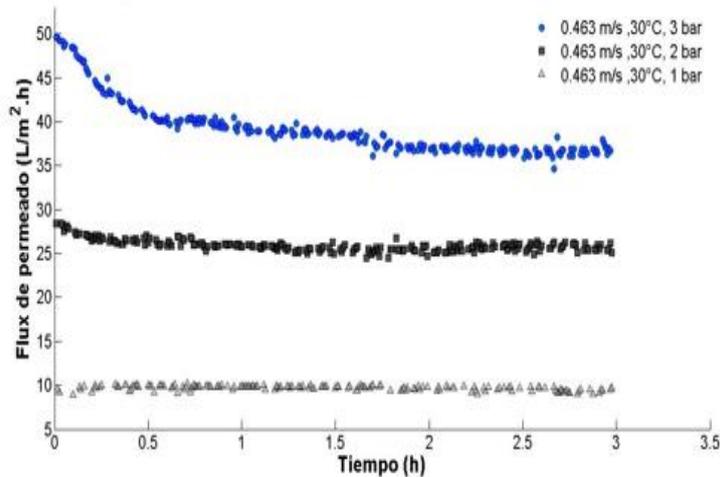


Figura 6. Efecto de la presión transmembranal a 0,463 m/s y 30 grados.

Fuente: Elaboración propia.

Con respecto a los resultados a 2 bares antes mencionados y la razón del cambio de tiempo de operación, se observa que en el caso para 30 grados la pendiente a 2 bares tiene un ligero descenso característico de las curvas de ultrafiltración; por lo que el efecto del cambio de lavado generó un

efecto positivo en los resultados. Lo cual no ocurre en todos los casos como se explica anteriormente, esto puede deberse a varias razones.

Puede estar ocurriendo una resistencia mayor en la capa gel que se forma en el proceso la cual retiene una mayor cantidad de moléculas del alimento desde los primeros instantes de poner en marcha la planta en velocidades tangenciales superiores, lo cual hace imposible para el sistema a una presión de 2 bares poder comprimir tanto la membrana y permitir el paso aumentando el flux de permeado; es por ello que se observa casi una línea recta. Otra de las razones puede ser que se “*esté trabajando en condiciones similares a la filtración de agua pura*” como explica Rodríguez en su tesis en la cual ocurren resultados similares para este nivel de presión mostrando estado quasi-estacionarios y pueda deberse a un efecto de la capa gel la cual retiene (absorbe) todas esas moléculas a la presión aplicada y no permitir el paso de las mismas. Situación que no ocurre en algunos casos a 1 bar y puede ocurrir que al ser una presión baja no haya el suficiente tiempo para que la membrana se ensucie y se noten mejor las pendientes del flux de permeado.

4.2.2 Efecto de la velocidad tangencial.

Para observar la influencia del flujo sobre los resultados obtenidos del flux de permeado en el presente trabajo con el agua de industria papelera, se reflejan en las siguientes figuras (7,8 y 9). Las figuras se presentan del mismo modo que los de la influencia de la presión, en función a la temperatura utilizada en cada experimento y se analizan los tres niveles de velocidad utilizados.

En la figura 7 se muestra el comportamiento de las membranas con la densidad de flujo de permeado en función del tiempo de operación. Se observa que en el caso 7 y 8 a mayor velocidad mayor flux de permeado, además de observarse una diferencia entre cada nivel de flujo experimental y pendientes correspondientes a experimentos de Ultrafiltración; como se observa en el primer caso a 1 bar de presión donde hay una mejor distribución de cada uno de los niveles de flujo.

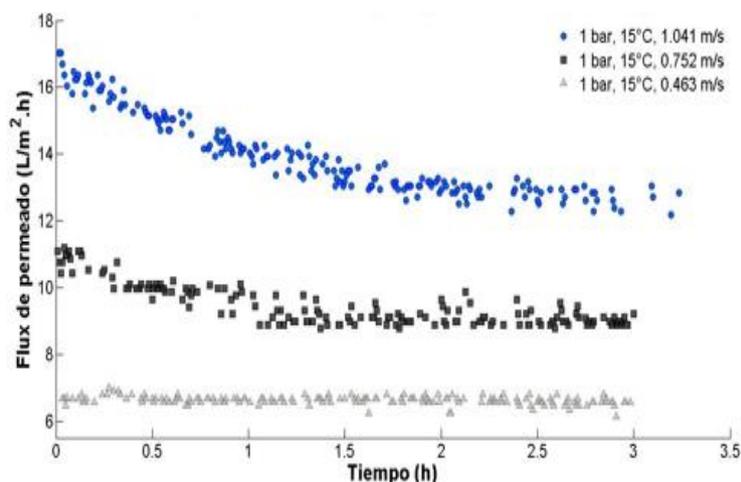


Figura 7. Efecto de la velocidad tangencial a 1 bar y 15 grados.

Fuente: Elaboración propia.

En la figura 8 se muestra el comportamiento a una temperatura de 22,5 grados, donde se aprecia un incremento de la densidad de flujo de permeado muy diferenciadas al aumentar la velocidad, mostrando una pendiente muy pronunciada con una velocidad de 1,041 m/s.

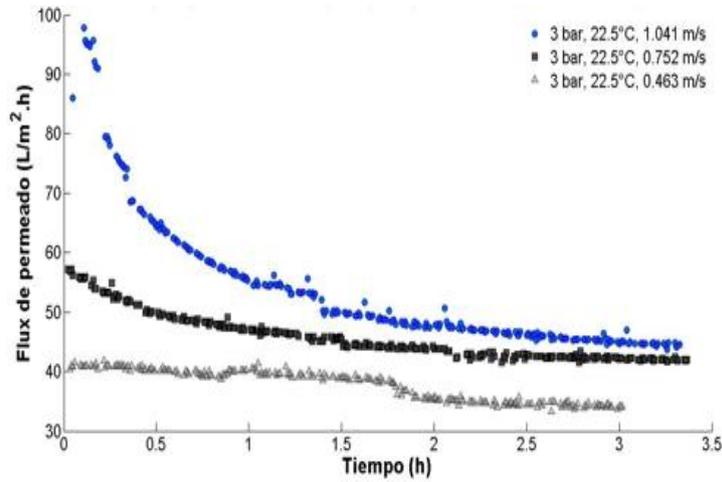


Figura 8. Efecto de la velocidad tangencial a 3 bares y 22,5 grados.

Fuente: Elaboración propia.

En la figura 9 se muestra el comportamiento a una temperatura de 30 grados y 2 bares, obteniéndose una pendiente en el caso de 0,463 m/s; los valores en los tres niveles de velocidades son tan similares; lo que demuestra que no existe un efecto importante de la velocidad sobre la densidad de flujo de permeado para esta presión y temperatura. Es por ello, que se observa que a mayor velocidad se obtiene el menor flux de permeado lo que no ocurre en los anteriores casos expuestos. Esto nos lleva a pensar que estos resultados a 2 bares de presión corresponden a valores que Howell y Song (1995) presentaron en sus trabajos de presiones transmembranales en los cuales “no se observa el ensuciamiento a lo largo del proceso; por lo cual podría decirse que predomina la resistencia por la polarización por concentración que es la responsable de la diferencia entre flujos de agua de papelera y agua pura”.

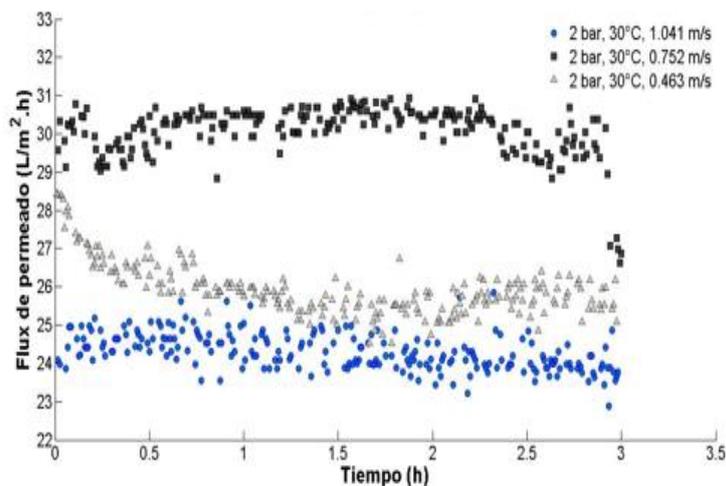


Figura 9. Efecto de la velocidad tangencial a 2 bares y 30 grados.

Fuente: Elaboración propia.

4.2.3 Efecto de la temperatura.

Para observar la influencia de la temperatura sobre los resultados obtenidos de flujo de permeado en el presente trabajo con el agua de industria papelera, se reflejan en las siguientes figuras (10,11 y 12). En la figura 10 se muestra el comportamiento de las membranas con la densidad de flujo de permeado en función del tiempo de operación. Se observa que con el aumento de la temperatura hay un ascenso en el flux de permeado del sistema, esto debido a la apertura de los poros con el aumento de la temperatura que explica la teoría de UF y que facilita el paso de las moléculas de mayor tamaño; además de evitar en cierta medida que se taponen los poros de forma más rápida y se forme la capa gel que evite el paso del soluto. Sin embargo, a 22,5 grados centígrados se consigue obtener una densidad de flujo de permeado superior que a 30 grados centígrados lo que no concuerda con la teoría. Esto puede deberse a que el primer experimento realizado de este trabajo fue a 22,5°C para los tres niveles de presión y velocidad; seguidamente se procedió con los correspondientes a 15°C y finalmente con los de 30°C. Por lo que, aunque se aplicó un lavado de membrana al terminar cada uno de los experimentos puede ocurrir que los poros de la membrana continuaran taponados en el momento de los experimentos a 30°C y se necesitaría otro procedimiento de lavado para poder recuperar en gran medida las características operativas de la membrana que ofreció en los primeros resultados a 30°C.

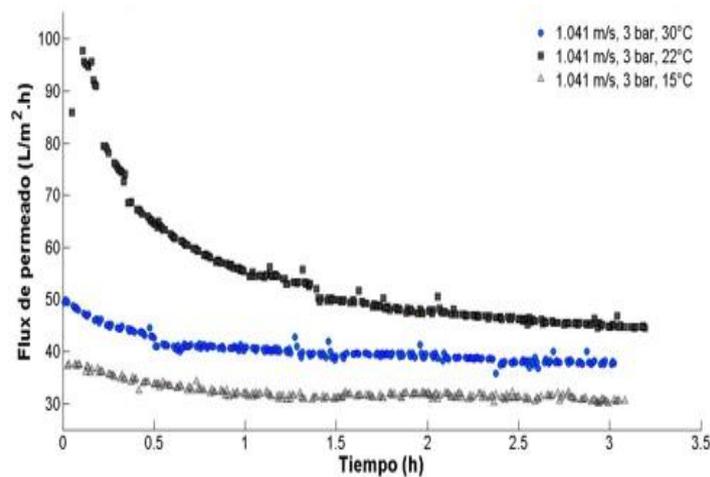


Figura 10. Efecto de la temperatura a 1,041 m/s y 3 bares.

Fuente: Elaboración propia.

En la figura 11 se muestra el comportamiento de las membranas con la densidad de flujo de permeado en función del tiempo de operación para el caso de 0,752 m/s de velocidad. Se observa a diferencia del caso anterior que a mayor temperatura aumenta el flux de permeado del sistema y se logra percibir una diferencia en cada nivel de temperatura, esto como se explicó anteriormente debido a la apertura de los poros con el aumento de la temperatura.

En el caso presentado a 2 bares de presión se observa una mejor pendiente a 22,5 °C, seguramente esto se debe a haber sido la temperatura inicial de los experimentos del presente trabajo. A 30 grados

hay una pequeña variación de la pendiente y además se obtiene el mayor flux de permeado aunque sean valores muy cercanos; pero se observa que el cambio de la metodología de lavado de membrana ayudo a eliminar todas las resistencias existentes previas y asi obtener los resultados que se observan en la siguiente figura.

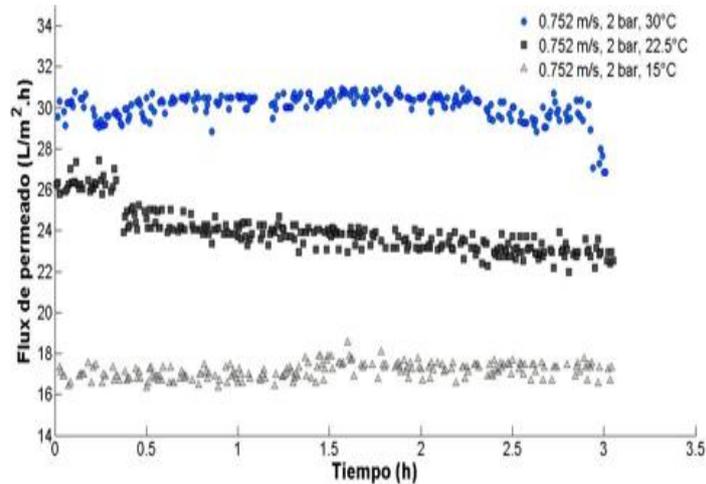


Figura 11. Efecto de la temperatura a 0,752 m/s y 2 bares.

Fuente: Elaboración propia.

En la figura 12 se muestra el comportamiento de las membranas con la densidad de flujo de permeado en función del tiempo de operación para el caso de 0,463 m/s de velocidad tangencial. Se observa nuevamente como en el primer caso, donde a 22,5 grados centígrados se consigue obtener una densidad de flujo de permeado superior que a 30 grados centígrados lo que no concuerda con la teoría. Esto ocasionado por el taponamiento de los poros después de varios experimentos y que seguramente a 1 bar de presión no está influyendo de manera significativa, sin generar la compactación necesaria para que los solutos pasaran la barrera ofrecida por la membrana y el ensuciamiento del proceso; resultando que no se observe que a mayor temperatura se obtiene mayor densidad de flujo de permeado. Además, los valores son muy similares para cada nivel de temperatura alejándose entre ellos por valores muy pequeños, lo que impide notar diferencias; esto puede deberse al ensuciamiento de la membrana por el agua de industria papelerá utilizada y que al aplicar una presión baja de 1 bar no logra superar el taponamiento de los poros previo que presenta la membrana por cada experimento; más los fenómenos de ensuciamiento que genera una resistencia por la polarización por concentración que ocurre en la frontera de la membrana.

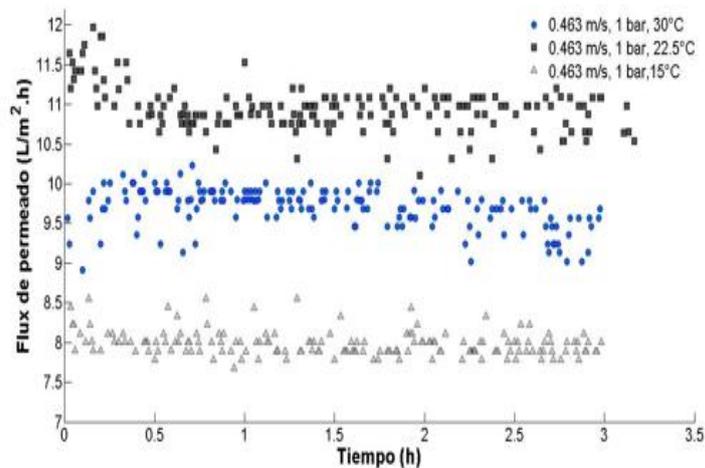


Figura 12. Efecto de la temperatura a 0,463 m/s y 1 bar.

Fuente: Elaboración propia.

4.2.4 Principal efecto en el flux de permeado por medio de modelizaciones.

Con la ayuda de los modelos matemáticos y especialmente con los softwares se puede modelar y estimar lo que sucede en un procedimiento experimental como en el presente trabajo. Con los resultados obtenidos para cada experimento en la siguiente figura se refleja un resumen final de la influencia de cada parámetro de forma individual como la influencia de dos parámetros sobre el flux de permeado de la membrana de ultrafiltración.

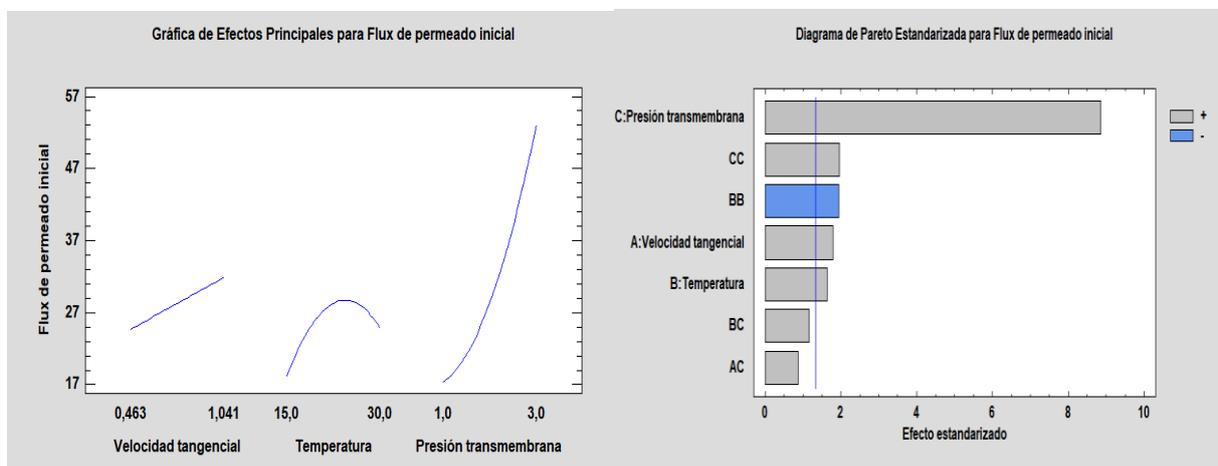


Figura 13. Parámetro con mayor influencia en el flux de permeado.

Fuente: Statgraphic software.

Tabla 9. Análisis de Varianza para Flux de permeado.

Fuente	Suma de Cuadrados	GI	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
X:Velocidad tangencial	235,278	1	235,278	3,22	0,0889
Y:Temperatura	195,082	1	195,082	2,67	0,1189

Z:Presión transmembrana	5741,83	1	5741,83	78,48	0,0000
XZ	54,611	1	54,611	0,75	0,3984
YY	276,006	1	276,006	3,77	0,0671
YZ	99,3181	1	99,3181	1,36	0,2584
ZZ	283,144	1	283,144	3,87	0,0639
Error total	1390,04	19	73,16		
Total (corr.)	8275,31	26			

Fuente: Statgraphic software.

Como se observa en la figura 13 el parámetro de mayor influencia en el flux de permeado de la ultrafiltración en aguas residuales de papelera, es la presión transmembranal. La tabla 9 proporciona la variabilidad de Flux de permeado para cada uno de los efectos; probando el significado estadístico de cada uno comparando su cuadrado medio contra un estimado del error experimental. En este caso, hay 5 efectos que tienen un valor-P menor que 0,2, indicando que son significativamente diferentes de cero con un nivel de confianza del 80,0% reportado por el Software Statgraphic. Además, se puede observar la caída de flux en el paso de 22,5 a 30 grados centígrados, lo que demuestra que efectivamente el hecho de haber comenzado por 22,5 grados el presente trabajo y el ensuciamiento de la membrana a lo largo de los experimentos generaron que al aumentar la temperatura no se observara un efecto significativo como demuestra la teoría de UF. Y aunque se hizo el cambio de metodología de limpieza de la membrana resultando en pequeños cambios no fueron suficientes para superar la barrera que ocasiono el descenso del flux a 30 °C. Finalmente el trabajar a 1 bar de presión, no genera efecto considerables como se observa en la figura 13 donde el aumenta no es tan lineal hasta comenzar el aumento de presión.

4.3 Tamaño de partícula del agua de proceso.

En este apartado se presentan los resultados del tamaño de partícula del agua de proceso y de los permeados obtenidos en el presente trabajo; agrupándose en función a la influencia de los parámetros de operación del sistema (flujo, presión y temperatura).

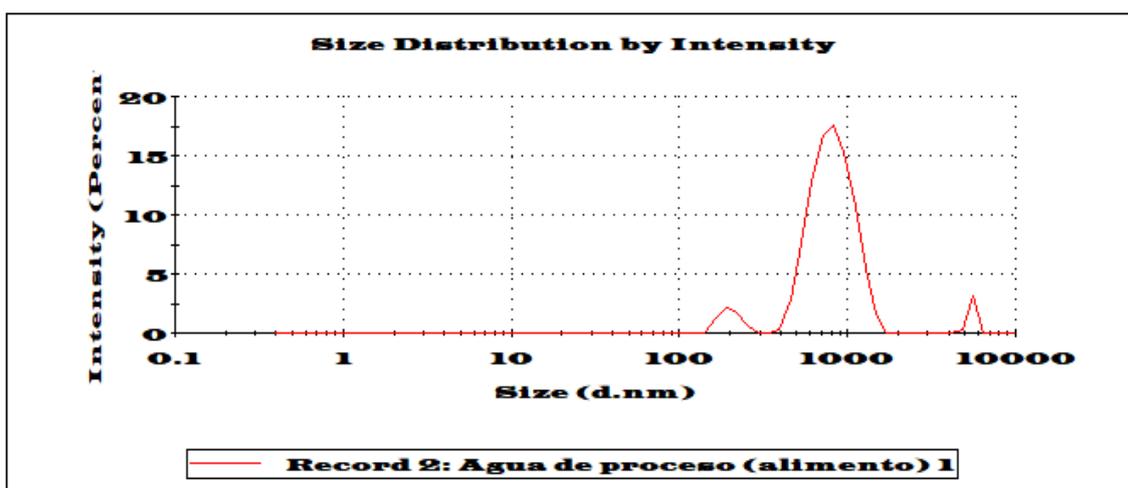


Figura 14. Tamaño de partícula de agua de proceso.

Fuente: Elaboración propia.

Observando la figura anterior hay tres zonas principales de tamaño de partículas en el agua de proceso utilizado, una primaria de un diámetro cercano a 200nm, seguido de la de más intensidad y de mayor presencia con un diámetro en un rango de 700-1000nm y finalmente un tamaño de partícula cercano a los 10000nm.

4.3.1 Influencia de la presión en el tamaño de partícula de los permeados

Para observar la influencia de la presión transmembranal sobre los resultados obtenidos de tamaño de partícula en el presente trabajo con el agua de industria papelerera, se reflejan en las siguientes Figuras (15,16 y 17). Las figuras se presentan en función a la temperatura utilizada en cada experimento y los efectos en la membrana utilizada.

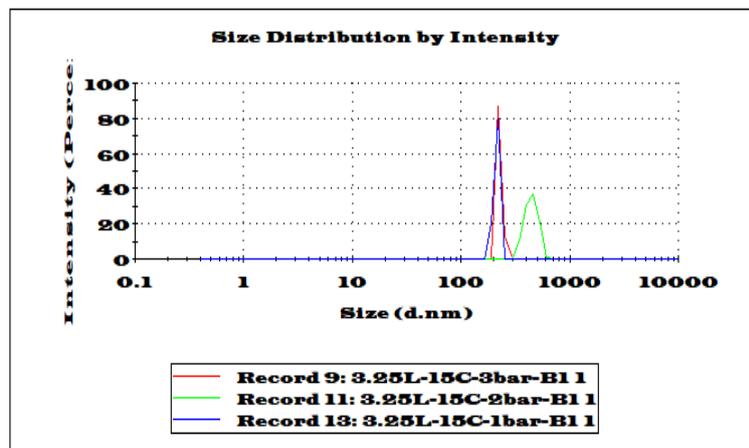


Figura 15. Efecto de la presión en el tamaño de partícula a 0,725 m/s y 15 grados.

Fuente: Elaboración propia.

Analizando la figura 15 se puede observar que la membrana rechaza en su totalidad las partículas con un diámetro superior a 700nm (los cuales estaban en mayor presencia). En el caso a 0,463 m/s se observa en la membrana que a 2 bares hay partícula de mayor tamaño, entre 200 y 300 nm pero al ir a los resultados sobre el efecto de la presión en el flux de permeado observamos un ligero ascenso del flux para este caso a mitad del proceso, lo que quizás sea la razón de porque hay un mayor tamaño de partícula en el permeado.

En otros casos a 15 grados centígrados, como a 1,041 m/s los resultados indican que a 1 bar se obtiene en el permeado partículas de menor tamaño, lo que tiene sentido al observar los resultados en anteriores apartados sobre la densidad de flujo ya que a 1 bar se analizó que no era una presión suficiente para favorecer el paso de más moléculas y simplemente eran rechazadas por las resistencias existentes.

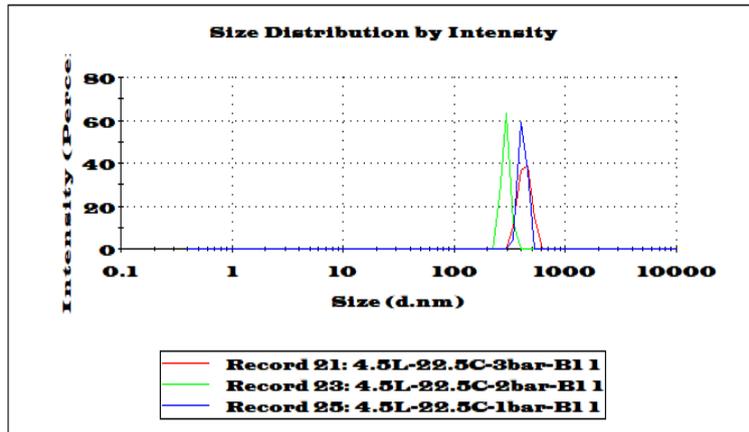


Figura 16. Efecto de la presión en el tamaño de partícula a 1,041 m/s y 22,5 grados.

Fuente: Elaboración propia.

Analizando la figura 16 y todos los casos a 22,5 grados centígrados se puede observar que la membrana rechaza en su totalidad las partículas con un diámetro superior a 700nm (los cuales estaban en mayor presencia), excepto en este caso a 1,041 m/s donde se observan valores cercanos a 500nm. Para esta excepción cabe recordar que fue a esta temperatura y especialmente a este nivel de velocidad que se comenzaron los experimentos del presente trabajo, es por ello que al tener la membrana limpia el paso de moléculas a través de la membrana es mayor al inicio hasta que se empiecen a taponar los poros de la misma.

Los resultados a 1 bar muestran en el permeado partículas de menor tamaño, lo que tiene sentido al observar los resultados en anteriores apartados sobre la densidad de flujo ya que a 1 bar se analizó que no era una presión suficiente para favorecer el paso de más moléculas y simplemente eran rechazadas por las resistencias existentes; además es posible que como el tiempo de ensuciamiento fue más lento a este nivel de presión, dio tiempo al paso de moléculas de mayor tamaño y así lograr un descenso en el flux de permeado(apartado anterior) sin observar una línea recta como ocurre en otros casos.

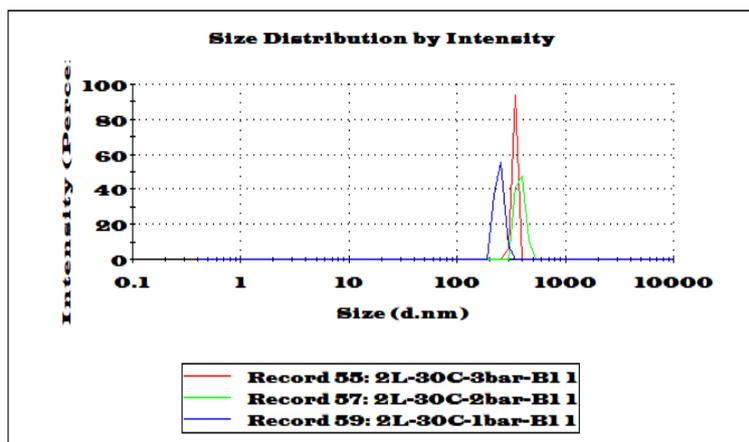


Figura 17. Efecto de la presión en el tamaño de partícula a 0,463 m/s y 30 grados.

Fuente: Elaboración propia.

Analizando la figura 17 y todos los casos a 30 grados centígrados se puede observar que la membrana rechaza menos que en los otros dos niveles de temperatura, por lo cual en la mayoría de casos como ocurre en las anteriores situaciones a mayor presión facilita el paso de más moléculas al permeado

En el caso a 0,463 m/s en la membrana los valores son muy similares; pero a 2 bares se observa mayor tamaño de partícula. Situación extraña ya que al analizar los resultados del efecto de la presión en el flux de permeado no se observa nada diferente. Esto puede deberse que en el proceso de limpieza realizado previamente a este experimento se retiró mucho más el ensuciamiento de la membrana y ocasiono un mayor paso de partículas de mayor tamaño con 2 bares de presión.

4.3.2 Influencia de la velocidad tangencial en el tamaño de partícula de los permeados

Para observar la influencia de la velocidad tangencial sobre los resultados obtenidos de tamaño de partícula en el presente trabajo con el agua de industria papelera, se reflejan en las siguientes Figuras (18,19 y 20). Las figuras se presentan en función a la temperatura utilizada en cada experimento y los efectos en la membrana utilizada.

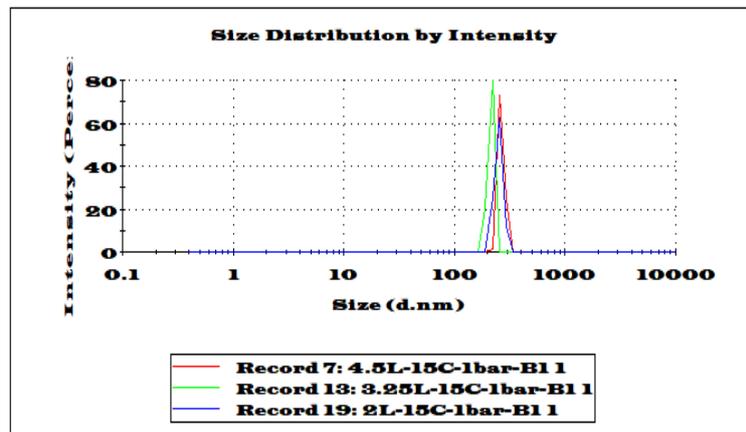


Figura 18. Efecto de la velocidad tangencial en el tamaño de partícula a 1 bar y 15 grados.

Fuente: Elaboración propia.

Analizando la figura 18 y todos los casos a 15 grados centígrados se puede observar que en el caso a 1 bar de presión los valores son muy similares lo que demuestra que en esta situación el flujo no tiene incidencia en el tamaño de partícula, ya que la presión ejercida es tan baja que no hay un cambio notable en los resultados obtenidos. Como también ocurre en los resultados de la densidad de flujo de permeado antes descrito.

En los casos a 3 y 2 bares de presión, a 0,752 m/s de velocidad tangencial se observa partículas de mayor tamaño en el permeado en ambas membranas. Al analizar los resultados de la densidad de flux de permeado en ambos casos se obtuvo como resultado que para este nivel de velocidad es el de menor producción de flux y con una forma de una recta (quasi-estacionario); es posible que durante el proceso previo de lavado se haya producido una limpieza de la membrana que retirara más la resistencia de la misma y por lo que originó este aumento en el tamaño de partícula.

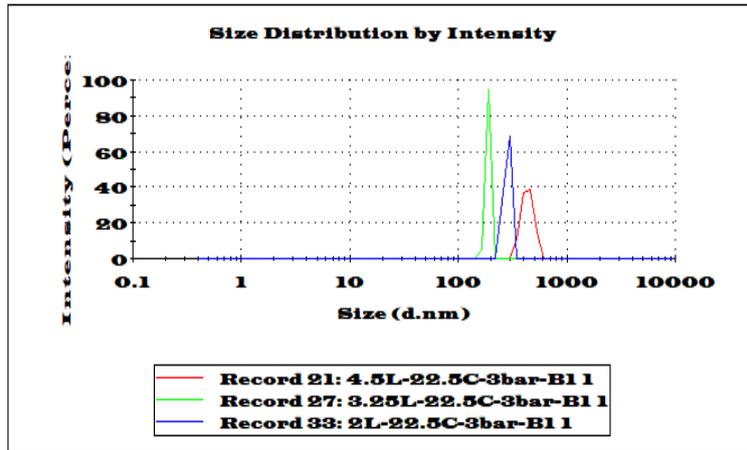


Figura 19. Efecto de la velocidad tangencial en el tamaño de partícula a 3 bares y 22,5 grados.

Fuente: Elaboración propia.

Analizando la figura 19 y todos los casos a 22,5 grados centígrados se puede observar que en el primer caso a 3 bares de presión a mayor velocidad (1,041 m/s) se producen partículas de mayor tamaño en el permeado en ambas membranas y una diferencia entre cada nivel de presión y velocidad. Esto, debido a que a 22,5 grados centígrados se iniciaron los experimentos del presente trabajo y es posible que la membrana recibió una concentración mayor del agua de proceso con partículas más grandes que traspasaron la barrera inicial de la membrana hasta que fueron taponándose sus poros. Por ello, a una alta presión y siendo el mayor nivel de flujo se puede esperar obtener estos resultados de tamaño de partículas.

En los otros casos a 2 y 1 bar de presión se observa tamaños mayores a niveles de velocidades superiores, esto puede deberse a que los resultados obtenidos de la influencia de la velocidad en la densidad de flux de permeado muestran resultados muy similares para los tres niveles de velocidad.

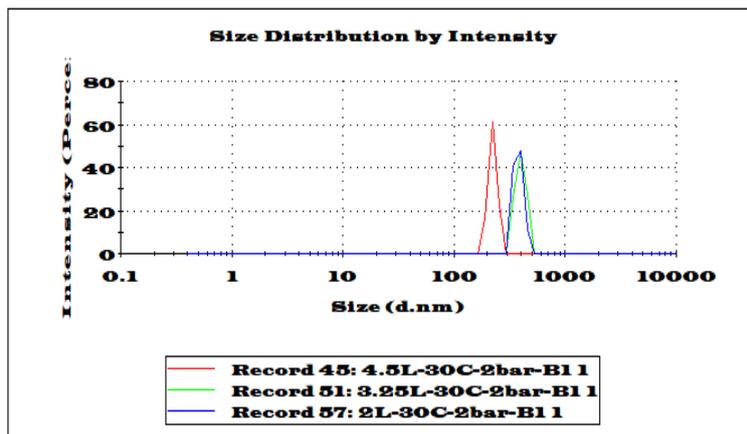


Figura 20. Efecto de la velocidad tangencial en el tamaño de partícula a 2 bares y 30 grados.

Fuente: Elaboración propia.

Analizando la figura 20 y todos los casos a 30 grados centígrados se puede observar que en el caso a 2 bares de presión se observa que a 1,041 m/s hay menor tamaño de partícula; esto puede deberse a que los resultados obtenidos del flux de permeado a 30°C para el efecto de la velocidad tangencial

demuestran que se obtuvo más flux a 0,752 m/s lo que se puede traducir en mayor paso de partículas al permeado.

En los demás casos a 3 y 1 bar de presión se producen partículas de mayor tamaño en el permeado a mayores velocidades, esto puede deberse al trabajar a una temperatura superior a los anteriores casos que facilita el paso de las partículas y generó una mayor cantidad en el permeado. A 1 bar de presión no había ocurrido esta situación en los otros niveles de temperatura.

4.3.3 Influencia de la temperatura en el tamaño de partícula de los permeados

Para observar la influencia de la temperatura sobre los resultados obtenidos de tamaño de partícula en el presente trabajo con el agua de industria papelera, se reflejan en las siguientes Figuras (21,22 y 23). Las figuras se presentan en función a la presión utilizada en cada experimento y los efectos en la membrana utilizada.

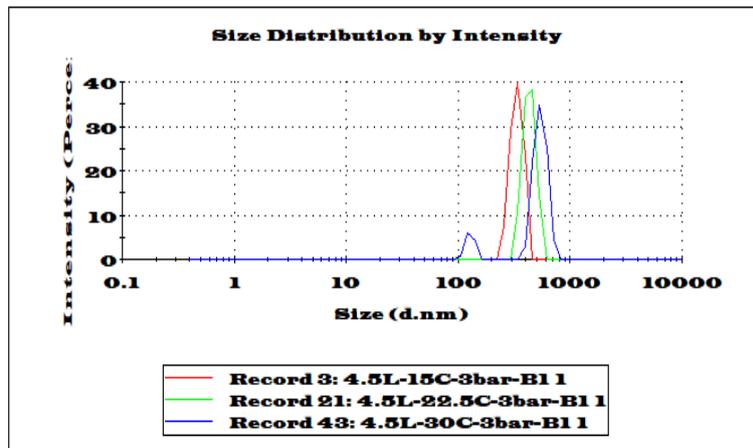


Figura 21. Efecto de la temperatura en el tamaño de partícula a 1,041 m/s y 3 bares.

Fuente: Elaboración propia.

Analizando la figura 21 y todos los casos a 1,041 m/s se puede observar que en el caso a 3 bares de presión, el efecto de mayor temperatura incide en un mayor paso de tamaño de partículas hacia el permeado. A 2 bares de presión hay resultados que no siguen una línea pero estos resultados pueden deberse al cambio de procedimiento de lavado por los problemas obtenidos a esta presión (cada 3 a cada 1 experimento), esto pudo ocasionar una disminución en la resistencia de la membrana al lograr el arrastre por medio del lavado y mayor paso de partículas a 15 grados que a 22,5 grados.

En el caso a 1 bar se repiten los resultados en anteriores efectos de parámetros que se obtienen resultados muy similares debido al poco efecto que genera la baja presión aplicada.

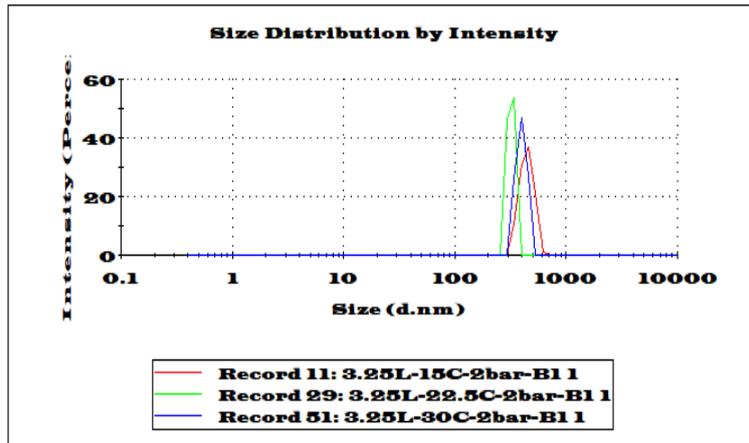


Figura 22. Efecto de la temperatura en el tamaño de partícula a 0,752 m/s y 2 bares.

Fuente: Elaboración propia.

Analizando la figura 22 y todos los casos a 0,752 m/s se puede observar que en la mayoría de los casos el efecto de mayor temperatura incide en un mayor paso de tamaño de partículas hacia el permeado. A 2 bares en la membrana el mayor tamaño de partícula sucede a 15 grados centígrados, esto debido nuevamente como se explicó en otros casos por el lavado que pudo facilitar el paso a esta temperatura; aunque los valores son muy similares en los tres casos.

Finalmente en el caso a 1 bar se repiten valores muy similares siendo ligeramente superior a 30°C por el efecto de la temperatura.

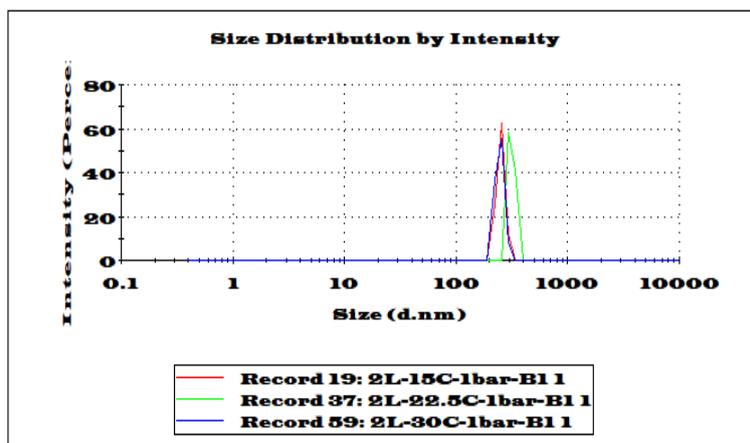


Figura 23. Efecto de la temperatura en el tamaño de partícula a 0,463 m/s y 1 bar.

Fuente: Elaboración propia.

Analizando la figura 23 y todos los casos a 0,463 m/s se puede observar que todos los casos el efecto de la temperatura no incide significativamente en un mayor paso de tamaño de partículas hacia el permeado; ya que se obtienen valores muy similares lo que puede explicarse como un efecto propio del nivel de velocidad aplicado tan bajo, el cual no genera un cambio significativo en el tamaño de partícula.

A 1 bar de presión se obtienen ligeramente mayores tamaños de partículas a 22,5°C en la membrana, esto puede deberse como se ha explicado en anteriores apartados, al hecho de haber sido el primer nivel de temperatura experimentado en el cual la membrana estaba totalmente limpia y el paso de partículas al permeado fue mayor hasta que empiece el proceso de taponamiento de los poros de la membrana.

4.3.4 Principal efecto en el tamaño de partícula por medio de modelizaciones.

Del mismo modo que en el caso del flux de permeado, se utilizaron los resultados obtenidos para cada experimento y en la siguiente figura se refleja un resumen final de la influencia de cada parámetro de forma individual como la influencia de dos parámetros sobre el tamaño de partícula de la membrana de ultrafiltración.

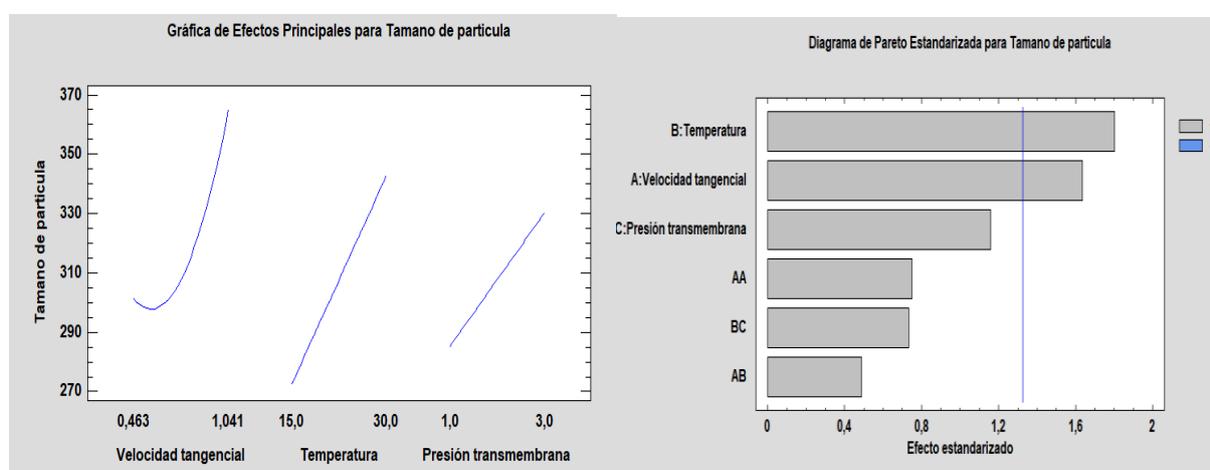


Figura 24. Parámetro con mayor influencia en el tamaño de partícula.

Fuente: Statgraphic software.

Tabla 10. Análisis de Varianza para tamaño de partícula

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
X:Velocidad tangencial	18374,4	1	18374,4	2,67	0,1178
Y:Temperatura	22309,8	1	22309,8	3,24	0,0868
Z:Presión transmembrana	9211,77	1	9211,77	1,34	0,2607
XX	3869,27	1	3869,27	0,56	0,4619
XY	1633,33	1	1633,33	0,24	0,6313
YZ	3678,5	1	3678,5	0,53	0,4730
Error total	137535,	20	6876,77		
Total (corr.)	196612,	26			

Fuente: Statgraphics Software.

Como se observa en la figura 24 aunque no hay tanta diferencia del efecto como ocurre en el flux de permeado, hay dos parámetros de mayor influencia en el tamaño de partícula de la ultrafiltración en aguas residuales de papelería, son la temperatura y la velocidad tangencial. La tabla 10 proporciona la variabilidad de tamaño de partícula para cada uno de los efectos; probando el significado estadístico

de cada uno y comparando su cuadrado medio contra un estimado del error experimental. En este caso, los 2 efectos que tienen un valor-P menor que 0,2, indican que son significativamente diferentes de cero con un nivel de confianza del 80,0% reportado por el Software Statgraphic. Coincidencia con los resultados antes descritos de la influencia de cada parámetro, ya que al unirse velocidades altas (turbulencia) y temperaturas altas (apertura de poros) siempre resultaba en paso de mayores tamaños de partículas; situación que no ocurrió de forma lineal con la PTM. Quizás por los problemas surgidos en el flux de permeado a 2 bares o la poca influencia que muestra 1 bar de presión.

En la curva de velocidad tangencial hay un pequeño descenso del tamaño de partícula en el valor más bajo (0,463 m/s) situación observada por ejemplo, en la figura 6 y 17 donde el cambio de presión origina un aumento del flux y de tamaño de partícula debido a la baja turbulencia a esta velocidad tangencial que facilita el paso de las partículas; como el lavado de la membrana que elimina la resistencia la cual no hubiese sido superada a este nivel de velocidad y hubiese generado peores resultados, especialmente en el flux de permeado.

4.4 Potencial ZETA del agua de proceso

En este apartado se presentan los resultados del potencial ZETA del agua de proceso y de los permeados obtenidos en el presente trabajo; agrupándose en función a la influencia de los parámetros de operación del sistema (flujo, presión y temperatura).

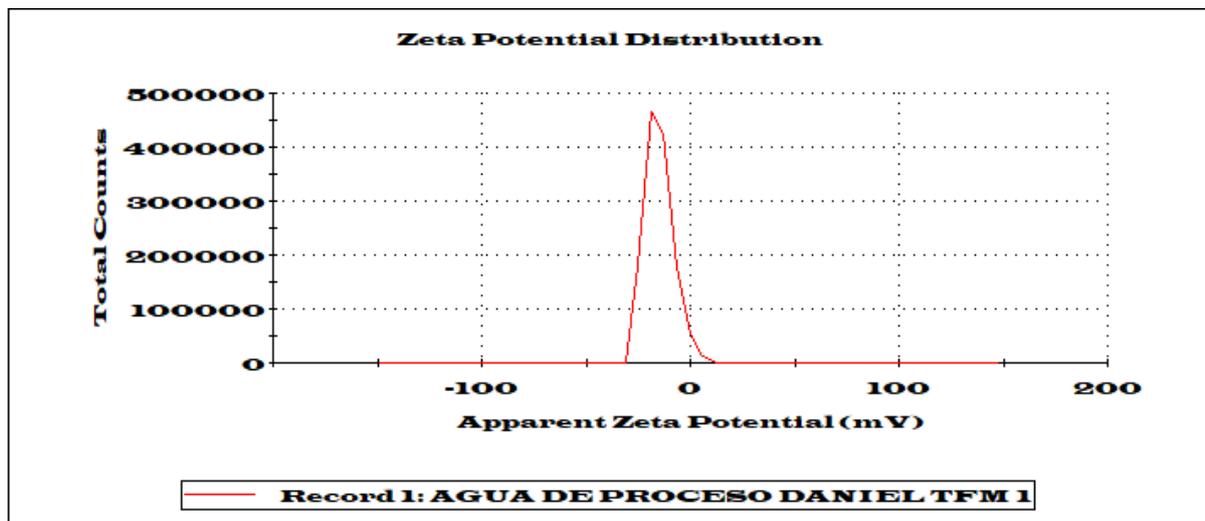


Figura 25. Distribución del potencial ZETA en el agua de proceso.

Fuente: Elaboración propia.

Observando la figura anterior el potencial zeta que presenta el agua de proceso es negativo reafirmando la teoría que afirman que *“estos valores muestran la presencia de contaminantes en el agua; con mayores interacciones entre las partículas. Y además, no presenta valores superiores a -30mV lo cual traería problemas a una futura floculación como pretratamiento”*. (Milic, J. Petrinic, I. Gorsek, A. y Simonic, M (2013)

4.3.1 Influencia de la presión en el potencial ZETA de los permeados

Para observar la influencia de la presión transmembranal sobre los resultados obtenidos de potencial ZETA en el presente trabajo con el agua de industria papelera, se reflejan en las siguientes Figuras (26,27 y 28). Las figuras se presentan en función a la temperatura utilizada en cada experimento y los efectos en la membrana utilizada.

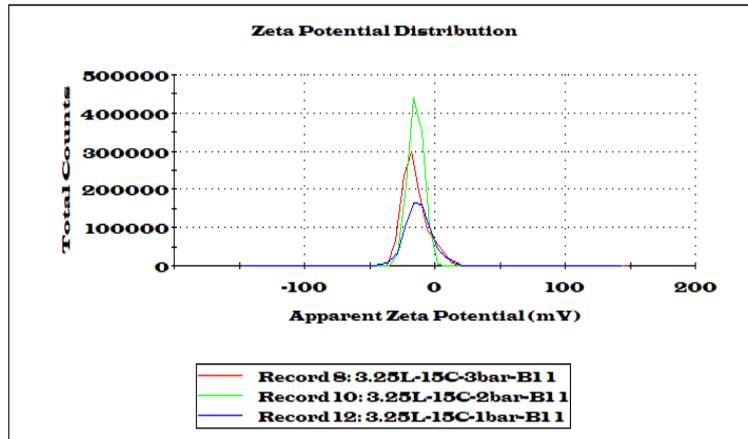


Figura 26.Efecto de la presión transmembranal en el potencial ZETA a 0,752 m/s y 15 grados.

Fuente: Elaboración propia.

Analizando la figura 26 y todos los casos a 15 grados centígrados se puede observar que a mayor presión aplicada en cada nivel de velocidad se obtienen potenciales zetas más negativos y un pico mayor de la curva. Esto, es debido a que mientras el valor de potencial zeta se acerque a valores 0 habrá menor flux de permeado por la facilidad de depositarse las partículas en estos rangos de potenciales zeta, como efectivamente se observa en las figuras de los anteriores apartados. El hecho de observar un pico mayor en la curva es debido a la caída brusca del flux de permeado; como efectivamente ocurre en los mismos casos explicados en el apartado 4.2.1.

Hay casos diferentes como en la figura 26 donde hay un mayor pico a 2 bares de presión y 0,752 m/s pero como se explicó antes el procedimiento de lavado de la membrana pudo favorecer el paso de más partículas hacia el permeado; además que se observa que a 2 bares hay mayor tamaño de partícula lo que puede analizarse como una incidencia más importante del tamaño de partícula que permitió pasar la membrana y afecto los resultados del potencial zeta.

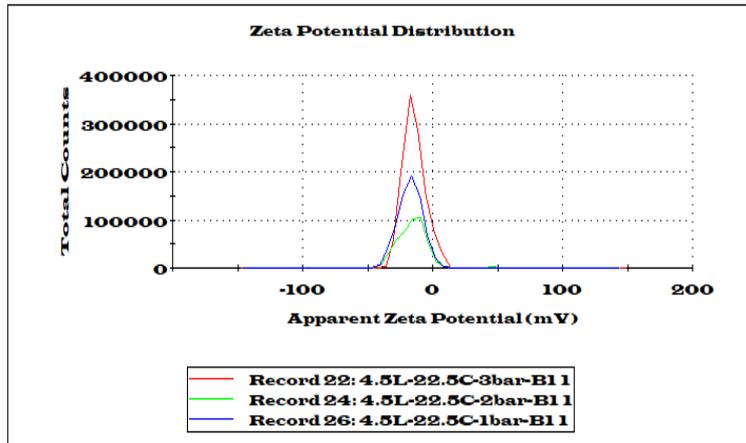


Figura 27. Efecto de la presión transmembranal en el potencial ZETA a 1,041 m/s y 22,5 grados.

Fuente: Elaboración propia.

Analizando la figura 27 y todos los casos a 22,5 grados centígrados se puede observar que a mayor presión aplicada en el caso a 1,041 m/s la distribución de la curva es mayor y con un pico más elevado; razón por la cual se obtienen caídas de flux más grandes. Aunque en este caso no ocurre como a 15 grados centígrados y a mayor presión aplicada no hay mayor potencial zeta; esto puede deberse a que ha sido el primer nivel de temperatura experimentado en el cual la membrana no presentaba ningún ensuciamiento y pudo alterar los valores que se presentan en la figura anterior.

Al observar las curvas de 0,763 y 0,463 m/s los valores son muy similares a cualquier nivel de presión del mismo modo que en sus valores de flux, quizás influenciado por el bajo nivel de presión en estos casos.

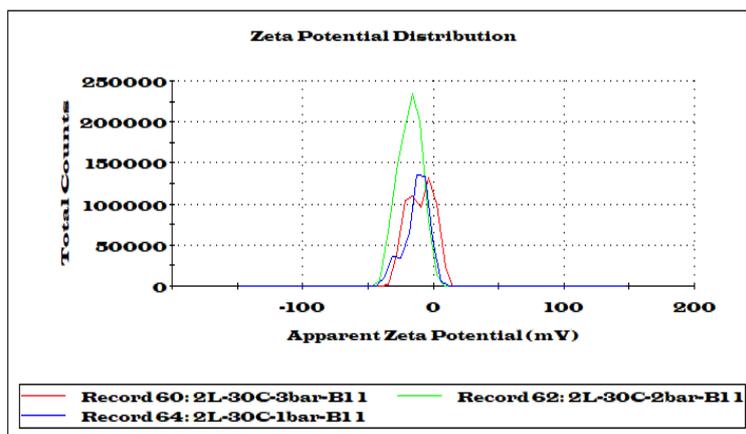


Figura 28. Efecto de la presión transmembranal en el potencial ZETA a 0,463 m/s y 30 grados.

Fuente: Elaboración propia.

Analizando la figura 28 y todos los casos a 30 grados centígrados se puede observar que a mayor presión aplicada en el primer caso a 1,041 m/s los valores de potencial ZETA son ligeramente menores; situación que no ocurre en los otros dos casos a 0,752 y 0,463 m/s donde los valores no siguen una misma línea según la presión aplicada y presentan valores similares.

En el caso a 0,463 m/s en la membrana el valor más bajo (ligeramente) de potencial ZETA es a 3 bares de presión, este valor próximo a 0 es indicativo de un ensuciamiento y deposición de partículas en la superficie de la membrana. Es posible que esto pueda deberse al ensuciamiento que ya presentaba la membrana al ser el último nivel de temperatura analizado, y aunque se modificó el procedimiento de limpieza no elimina el taponamiento de los poros impidiendo el paso de las partículas las cuales a mayor presión se depositan mucho más rápido que en los casos a 2 y 1 bar de presión. Es por ello, que al analizar las curvas de flux de permeado notamos que en los casos a 0,752 y 0,463 m/s obtienen valores similares de permeado al aplicar bajas de presiones. Quizás la influencia de la temperatura facilita el paso de más partículas al permeado y en el caso de la figura 26 no genera una turbulencia como a mayores niveles de velocidades lo que se obtienen valores similares de flux de permeado y potenciales ZETA.

4.3.2 Influencia de la velocidad tangencial en el potencial ZETA de los permeados

Para observar la influencia de la velocidad tangencial sobre los resultados obtenidos de potencial ZETA en el presente trabajo con el agua de industria papelera, se reflejan en las siguientes Figuras (29,30 y 31). Las figuras se presentan en función a la temperatura utilizada en cada experimento y los efectos en la membrana utilizada.

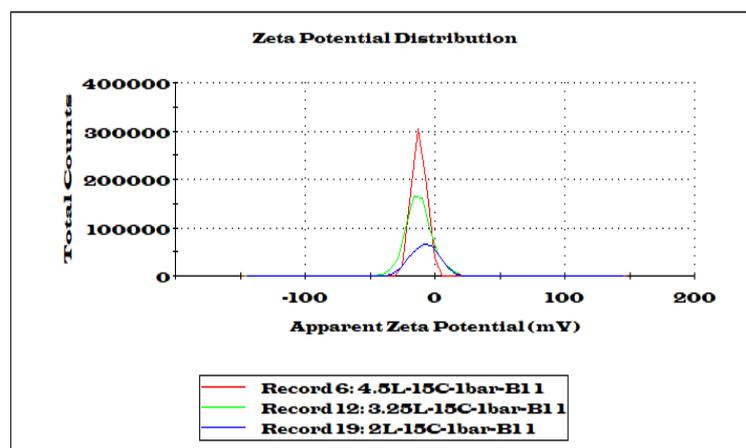


Figura 29. Efecto de la velocidad tangencial en el potencial ZETA a 1 bar y 15 grados.

Fuente: Elaboración propia.

Analizando la figura 29 y todos los casos a 15 grados centígrados se puede observar que a mayor velocidad tangencial aplicada la curva y el valor de potencial ZETA son mayores en la mayoría de los casos.

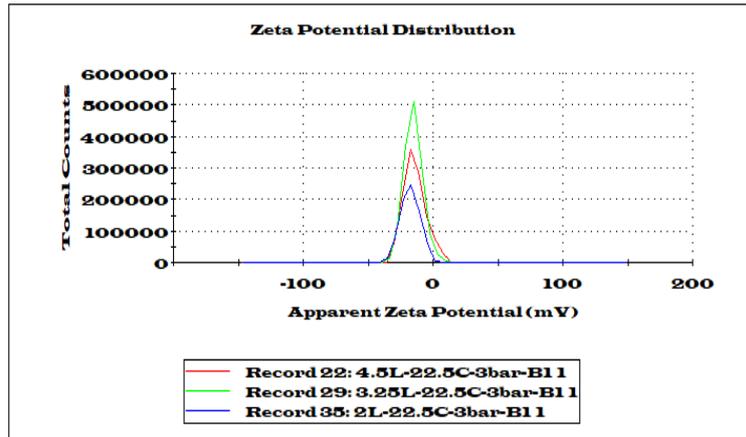


Figura 30. Efecto de la velocidad tangencial en el potencial ZETA a 3 bares y 22,5 grados.

Fuente: Elaboración propia.

Analizando la figura 30 y todos los casos a 22,5 grados centígrados se puede observar que a mayor flujo aplicado se obtienen menores potenciales ZETA; lo contrario a lo que sucede a 15 grados. Pero, es posible que al ser el primer nivel de temperatura aplicado al experimento el efecto de una membrana sin ensuciamiento y un mayor tamaño de partícula afecta directamente en un menor potencial ZETA a mayor presión.

En el caso de la figura anterior la curva a 0,752 m/s se obtiene el mayor potencial superando a los resultados a 1,041 m/s debido al procedimiento de limpieza realizado para observar si la pendiente de la curva dejaba de ser quasi-estacionaria. Hay algunos casos a 22,5 grados donde el mayor potencial en la membrana viene precedido de valores de tamaño de partícula inferiores. Finalmente en casos a 1 bar de presión la poca turbulencia en estos niveles de velocidad genera valores de flux similares y por tanto potenciales ZETA similares.

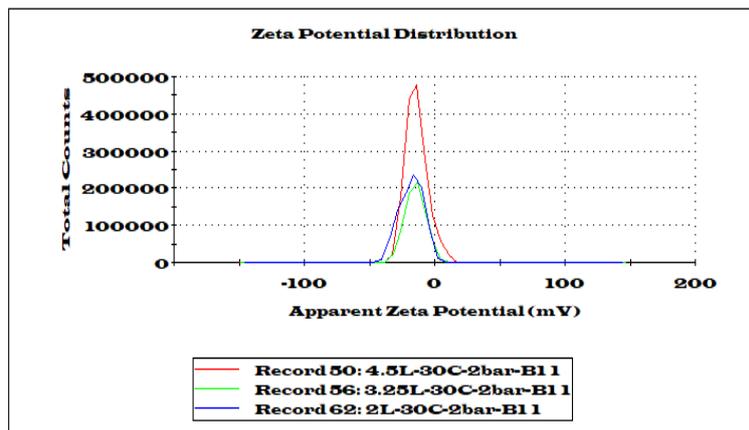


Figura 31. Efecto de la velocidad tangencial en el potencial ZETA a 2 bares y 30 grados.

Fuente: Elaboración propia.

Analizando la figura 31 y todos los casos a 30 grados centígrados se puede observar que a mayor velocidad aplicada se obtienen curvas con picos más altos (potencial ZETA más constante), sin embargo con relación al valor de potencial ZETA no sigue un efecto concreto. Ya que aunque en la figura anterior

el mayor potencial ZETA viene precedido de un tamaño de partícula inferior explicado en anteriores apartados, se obtuvo el menor flux de permeado lo que puede ser debido a un paso mayor de partículas en velocidades inferiores por la baja turbulencia en el sistema que facilito a las partículas atravesar las membranas.

4.3.3 Influencia de la temperatura en el potencial ZETA de los permeados

Para observar la influencia de la temperatura sobre los resultados obtenidos de potencial ZETA en el presente trabajo con el agua de industria papelera, se reflejan en las siguientes Figuras (32,33 y 34). Las figuras se presentan en función a la velocidad utilizada en cada experimento y los efectos en la membrana utilizada.

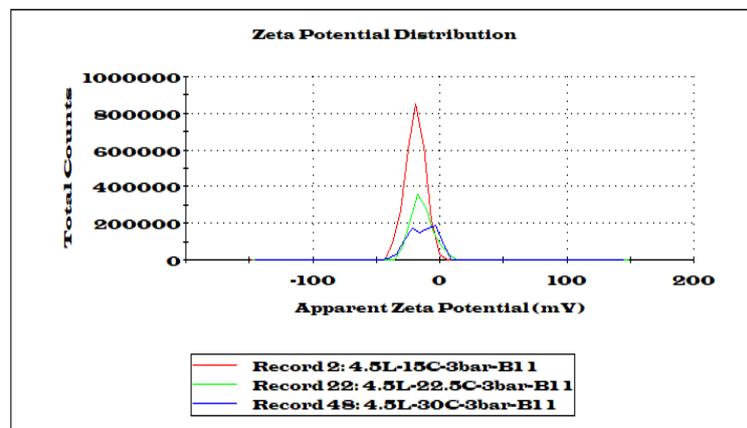


Figura 32. Efecto de la temperatura en el potencial ZETA a 1,041 m/s y 3 bares.

Fuente: Elaboración propia.

Analizando la figura 32 y todos los casos a 1,041 m/s se puede observar que a menor temperatura aplicada la curva tiene un mayor pico; sin embargo, el valor de potencial ZETA presenta diferentes valores según los parámetros aplicados.

En el primer caso a 3 bares de presión a menor temperatura se obtienen potenciales ZETA mayores lo cual podría esperarse al haber un ensuciamiento menor de la membrana a este nivel de temperatura. En el caso de la membrana 2 se obtiene un menor valor de potencial a 22,5 grados centígrados pero pueda deberse a varias razones; como que fue el primer nivel de temperatura aplicada y el ensuciamiento de la membrana era cero. Además, es el mayor flux de permeado obtenido al observar el efecto de la temperatura y finalmente el tamaño de partícula es mayor en este mismo caso lo que genera una menor interacción entre las mismas y por lo tanto un resultado de potencial ZETA bajo.

En otros casos como a 2 bares de presión se observa que a mayores temperaturas los resultados de potencial ZETA son mayores y era de esperarse este resultado ya que en este caso a mayor temperatura se obtuvo menores tamaños de partículas; también puede deberse a un mayor de flujo obtenido 30°C por medio del cambio de procedimiento de lavado ya que hubo muchos problemas a 2 bares de presión como se explicó anteriormente.

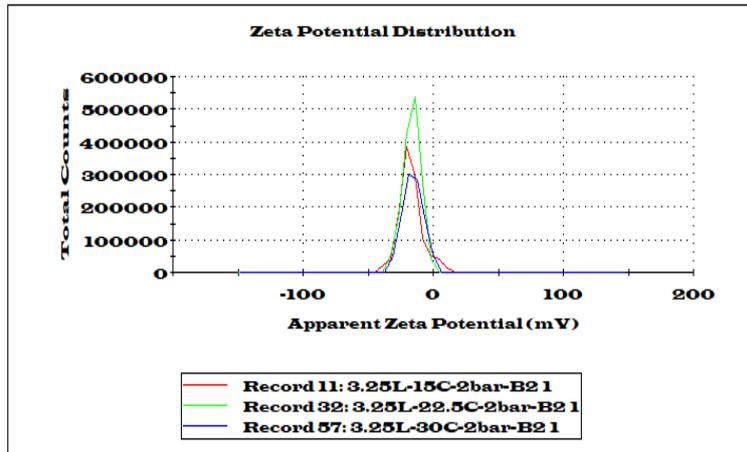


Figura 33. Efecto de la temperatura en el potencial ZETA a 0,752 m/s y 2 bares.

Fuente: Elaboración propia.

Analizando la figura 33 y todos los casos a 0,752 m/s se puede observar que a menor temperatura aplicada el potencial ZETA es mayor, además a 22,5 grados centígrados se obtienen las curvas más altas para la mayoría de los casos.

Al observarse los tres casos tanto para el flux de permeado como el tamaño de partícula, se obtienen resultados muy similares a 1 y 2 bares de operación dificultando explicar cuál es la razón de un menor potencial ZETA a 22,5 grados centígrados y 2 bares. Sin embargo, el hecho de ser el primer nivel de temperatura experimentado favoreció el paso de partículas más grandes en el caso de 2 bares de operación y un ensuciamiento más rápido, pudo facilitar que las partículas que superaran la barrera de la membrana puedan interactuar mucho más y obtener curvas mayores.

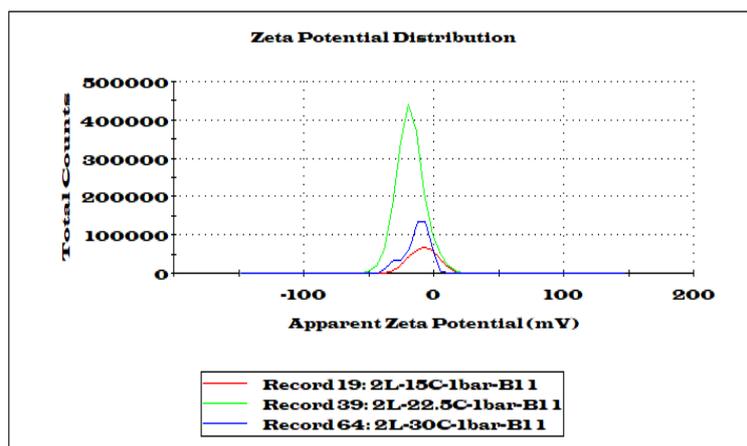


Figura 34. Efecto de la temperatura en el potencial ZETA a 0,463 m/s y 1 bar.

Fuente: Elaboración propia.

Analizando la figura 34 y todos los casos a 0,463 m/s se puede observar que a 22,5 grados centígrados se obtienen las curvas de mayor tamaño y los mayores potenciales ZETA en la mayoría de los casos. Esta situación puede deberse al ser un bajo flujo de operación y tomándose en cuenta que el primer

nivel de temperatura operativa fue a 22,5 grados centígrados, es posible que en las siguientes temperaturas el ensuciamiento no permitió el paso de partículas hacia el permeado generando una capa gel por la deposición de las moléculas en la superficie de la membrana.

Hay algunos casos especiales como a 2 bares de presión en la membrana 2 que el menor potencial ZETA es a 15 grados centígrados, pero al observar el tamaño de partícula de los permeados fue el de mayor tamaño y por lo tanto era de esperarse este resultado.

4.5 Índice de rechazo de las membranas

A continuación, se presentan los resultados del índice de rechazo de las membranas utilizadas en el módulo de ultrafiltración en función a la temperatura aplicada.

Tabla 11. Índice de rechazo de la membrana de ultrafiltración a diferentes parámetros de operación.

Experimento	DQO	Rechazo %	Turbidez	Rechazo %
0,463 m/s _15C_1bar	75	48,630	0,001	99,815
0,463 m/s _15C_2bar	77	47,260	0,001	99,815
0,463 m/s _15C_3bar	79	45,890	0,002	99,630
0,752 m/s _15C_1bar	75	48,630	0,003	99,445
0,752 m/s _15C_2bar	73	50	0,003	99,445
0,752 m/s _15C_3bar	76	47,945	0,005	99,076
1,041 m/s _15C_1bar	83	43,151	0,001	99,815
1,041 m/s _15C_2bar	72	50,685	0,004	99,261
1,041 m/s _15C_3bar	70	52,055	0,004	99,261
0,463 m/s _22.5C_1bar	87	40,411	0,006	98,891
0,463 m/s _22.5C_2bar	71	51,369	0,029	94,640
0,463 m/s _22.5C_3bar	104	28,767	0,033	93,900
0,752 m/s _22.5C_1bar	80	45,205	0,037	93,161
0,752 m/s _22.5C_2bar	74	49,315	0,020	96,303
0,752 m/s _22.5C_3bar	74	49,315	0,026	95,194
1,041 m/s _22.5C_1bar	74	49,315	0,031	94,270
1,041 m/s _22.5C_2bar	74	49,315	0,044	91,867
1,041 m/s _22.5C_3bar	95	34,931	0,048	91,128
0,463 m/s _30C_1bar	57	60,958	0,008	98,521
0,463 m/s _30C_2bar	60	58,904	0,007	98,706
0,463 m/s _30C_3bar	62	57,534	0,006	98,891
0,752 m/s _30C_1bar	63	56,849	0,002	99,630
0,752 m/s _30C_2bar	57	60,958	0,003	99,445
0,752 m/s _30C_3bar	80	45,205	0,004	99,261
1,041 m/s _30C_1bar	85	41,780	0,007	98,706
1,041 m/s _30C_2bar	77	47,260	0,004	99,261
1,041 m/s _30C_3bar	79	45,890	0,002	99,630

Fuente: Elaboración propia.

Analizando la tabla 11 el efecto de la temperatura toma mayor incidencia en los resultados del índice de rechazo; cabe recordar que los resultados a 22,5°C son menores en índice de rechazo debido a haber sido el primer nivel de temperatura aplicado al presente trabajo; es por ello, que se observa menores valores a 1,041 m/s y 3 bares y luego empieza a ascender esos valores. Esto ocasionado, como se ha ido analizando en anteriores resultados, por el ensuciamiento de la membrana por el taponamiento de los poros, a la capa gel y a la polarización por concentración que va ocurriendo a lo largo del tiempo de proceso de la ultrafiltración. Pero, eso no evita determinar que entre 15 y 30 grados centígrados hay un cambio considerable en los valores proporcionado por la temperatura debido a la facilidad del paso de las moléculas al permeado a mayores temperaturas como se analizó en el apartado del efecto de los parámetros en el tamaño de partículas.

Si analizamos en función a la presión observamos que a mayor presión hay un menor índice de rechazo ocasionado por la compactación de la membrana que facilita el paso de las partículas de mayor tamaño hacia el permeado, valores que se perciben de mejor forma a 22,5°C al no presentar un grado de ensuciamiento. A 15 grados aunque los valores son muy similares si se observa esa ligera diferencia a mayor presión en los tres niveles de flujo. Finalmente, a 30 grados hay ligeras diferencia a lo antes analizado, esto quizás pueda ocurrir por la limpieza de la membrana a cada experimento realizado que pudo favorecer más a un caso que a otro. O, es posible que al estar en la temperatura más alta se ve más favorecido el menor flujo y la menor presión aplicada para que la mayor cantidad de partículas atraviesen los poros de la membrana y a mayores flujo y presiones se genera una turbulencia y un ensuciamiento que está funcionando como una barrera más al paso de estas partículas hacia el permeado.

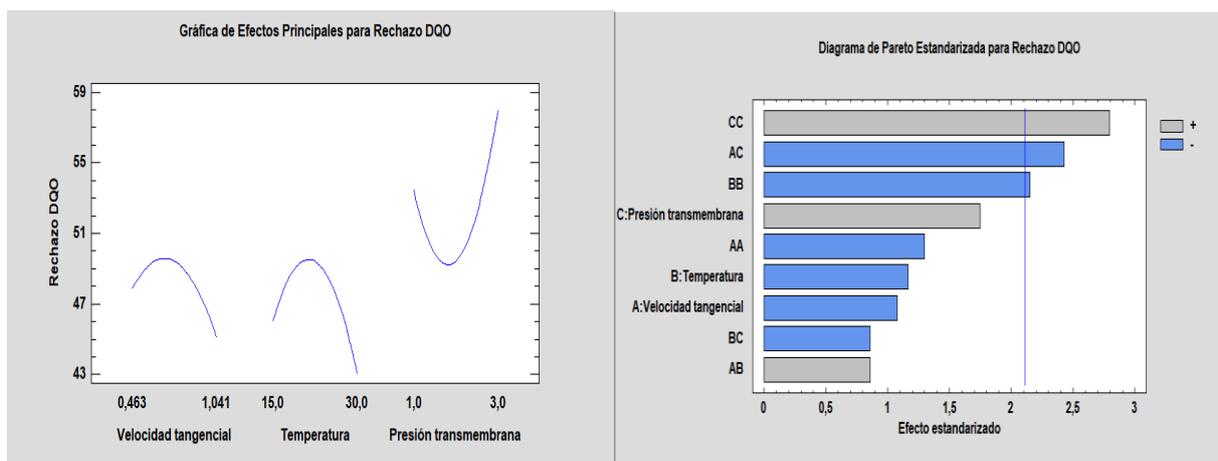


Figura 35. Parámetro con mayor influencia en el rechazo DQO.

Fuente: Statgraphic software

Tabla 12. Análisis de Varianza para rechazo de DQO.

Fuente	Suma de Cuadrados	GI	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
A:Velocidad tangencial	35,68	1	35,68	1,16	0,2959
B:Temperatura	41,7005	1	41,7005	1,36	0,2598
C:Presión transmembrana	93,8262	1	93,8262	3,06	0,0984
AA	51,5089	1	51,5089	1,68	0,2124
AB	22,5183	1	22,5183	0,73	0,4035
AC	180,772	1	180,772	5,89	0,0266

BB	142,338	1	142,338	4,64	0,0459
BC	22,5183	1	22,5183	0,73	0,4035
CC	239,396	1	239,396	7,80	0,0125
Error total	521,604	17	30,6826		
Total (corr.)	1351,86	26			

Fuente: Statgraphic software.

Lo antes explicado lleva a que no se logre obtener un parámetro con mayor influencia en este rechazo de DQO, como se observa en la figura 35 donde ninguno de los tres parámetros tiene mayor influencia, sino sus interacciones. Esto debido a lo antes explicado de no haber comenzado los experimentos por las temperaturas más bajas y así notar progresivamente la influencia de cada parámetro. La tabla 12 proporciona la variabilidad de rechazo de DQO para cada uno de los efectos; probando el significado estadístico de cada uno y comparando su cuadrado medio contra un estimado del error experimental.

En este caso, los resultados de valor-P son elevados en comparación a lo observado anteriormente en el flux de permeado y tamaño de partícula, indicando que no hay correlación entre los diferentes parámetros. Coincidiendo con los resultados antes explicados en la tabla 11 y la figura 35.

4.6 Funcionamiento de la membrana para tiempos de operación largos.

Con los resultados obtenidos en los 27 experimentos y los parámetros utilizados, se procede a utilizar el software para modelar una ecuación que represente todas las interacciones posibles y muestre de una forma eficaz los valores máximos que se obtendrán al aplicar los niveles de parámetros deseados. La utilización del software Statgraphic se realizó con el fin de ver si los factores son estadísticamente significativos o no; estos resultados que arrojó el software resumen la regresión de los coeficientes basados en la ecuación del flux de permeado del presente trabajo es:

Flux de permeado

$$= -31,9112 - (2,25326 * X) + (5,0977 * Y) - (23,7995 * Z) \\ + (7,38162 * X * Z) - (0,120576 * Y^2) + (0,383586 * Y * Z) + (6,86955 * Z^2)$$

Dónde: X= Velocidad tangencial, Y=Temperatura y Z= Presión transmembranal.

Con la ecuación antes descrita podemos decir que se pueden obtener valores máximos de flux con los parámetros deseados, es por ello que para una presión, temperatura y velocidad tangencial establecida (3 bares, 22,5 grados y 1,041 m/s) se comparan en la siguiente grafica con los resultados obtenidos experimentalmente.

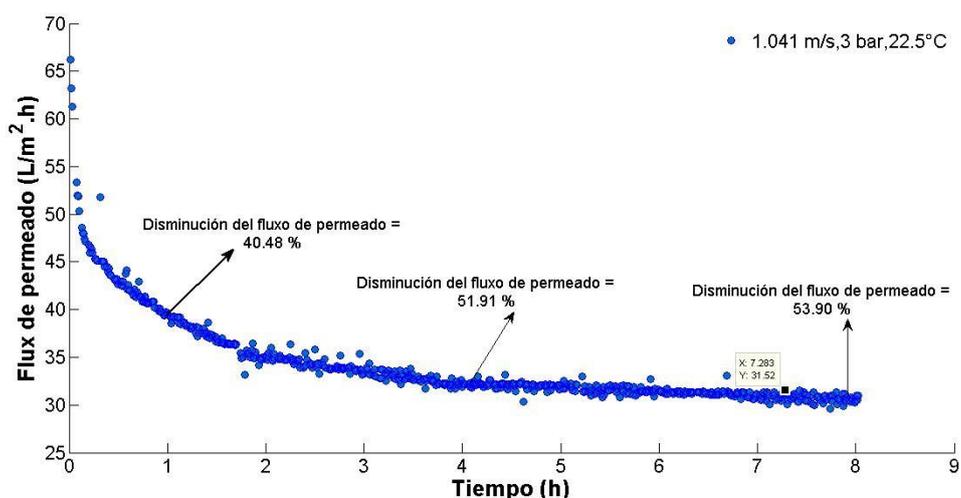


Figura 36. Flux de permeado experimental para 8 horas de proceso.

Fuente: Elaboración propia.

En la figura anterior se observa como efectivamente el utilizar estas ecuaciones nos dan una mejor visión de lo que puede ocurrir experimentalmente. El valor de flux de permeado máximo a las condiciones antes descritas es de 58,77 L/m²h; observando la figura 36 el valor más alto de flux está cercano a los 65 L/m²h. Variando en un 10 % del valor esperado al obtenido; esto debido a la precisión en los parámetros de operación y a los diferentes fenómenos de ensuciamiento presentes en la membrana.

Por otra parte, el porcentaje de disminución de flujo en el tiempo de operación tuvo tres sectores bien diferenciados como se ilustra en la figura 36. El flux de permeado final durante el tiempo de 8 h de operación fue de 30,424 L/m²h. Esta disminución de flujo se relaciona con la suciedad de la membrana, que incluye los efectos combinados de la adsorción y la acumulación de partículas coloidales en la superficie y las paredes de los poros de la membrana.

Como puede verse en la figura 36, el porcentaje de disminución de flujo después de 1 h de filtración fue de más del 40%, que es el resultado del bloqueo de poro, polarización por concentración y formación de la capa gel (Field). En las siguientes 3 h de operación el flujo disminuye gradualmente hasta el punto que el sistema alcanza un estado estacionario y de ahí hasta el final del proceso sólo disminuyó un 2% del flujo.

Del mismo modo que para el flux de permeado, se procedió a aplicar el modelo al rechazo de DQO de la membrana; obteniendo la siguiente ecuación.

$$\begin{aligned} \text{Rechazo DQO} = & -3,05203 + (60,5299 * X) + (3,58359 * Y) - (8,77429 * Z) - (35,0808 * X^2) \\ & + (0,632001 * X * Y) - (13,43 * X * Z) - (0,0865889 * Y^2) - (0,182648 * Y * Z) \\ & + (6,31659 * Z^2) \end{aligned}$$

Dónde: X= Velocidad tangencial, Y=Temperatura y Z= Presión transmembranal.

Aplicando la ecuación antes descrita para el mismo experimento a 8 horas se obtuvo por medio de esta ecuación un rechazo máximo del 49,80 % de DQO; al revisar los valores de DQO experimentales a 8 horas de operación se obtuvo un resultado de 74 mg/L lo que representa 49,32 % de rechazo de DQO

demostrando la efectividad de la utilización de estos modelos matemáticos por medio de los software que hay hoy en día los cuales dan una visión muy cercana de lo que puede suceder al aplicar los parámetros de operación deseados.

Finalmente, en el caso del tamaño de partícula se aplica el mismo modelo, obteniendo la siguiente ecuación.

$$\begin{aligned} \text{Tamaño} = & 441,81 - (467,843 * X) - (4,02249 * Y) - (29,9028 * Z) + (304,049 * X^2) \\ & + (5,38255 * X * Y) + (2,3344 * Y * Z) \end{aligned}$$

Dónde: X= Velocidad tangencial, Y=Temperatura y Z= Presión transmembranal.

Aplicando la ecuación antes descrita para el mismo experimento a 8 horas se obtuvo por medio de esta ecuación un tamaño de partícula máximo de 387,708 nm; al revisar los valores de tamaño de partícula experimentales a 8 horas de operación se obtuvo un resultado de 350,138 nm lo que representa 9,70 % de diferencia entre el resultado esperado y el obtenido experimentalmente; demostrando la efectividad de la utilización de estos modelos matemáticos por medio de los software en cualquier de los valores de respuestas deseados en un proceso de ultrafiltración.

4.7 Optimización de parámetros de operación

En la aplicación del modelo se aprecian los parámetros que intervienen en el mismo, es decir, la estimación adecuada de estos parámetros forma parte de todos los modelos y es muy importante para el análisis de los resultados que se ajusten al fenómeno que se modela.

4.7.1 Superficie de respuesta de los parámetros de ultrafiltración.

La mayoría de los modelos utilizados en ultrafiltración que se proponen se toman en cuenta, el tamaño de partícula, la presión y la temperatura, lo que genera mayor influencia en los resultados. Una vez que los factores importantes que afectan a un proceso han sido identificados, usualmente se necesitan experimentos adicionales para desarrollar la localización de las condiciones óptimas de los factores. Puesto que para obtener el óptimo implica a menudo un mínimo o máximo, los diseños para optimización implican por lo menos tres niveles por cada factor para poder estimar la curvatura. Esta curvatura es el diseño de superficie de respuesta el cual ayudan a entender mejor y optimizar la respuesta, refinando los modelos después de haber determinado los factores importantes utilizando diseños factoriales. A continuación, se presentan las superficies de respuesta para los niveles más altos de los parámetros que han influenciado el experimento del presente trabajo.

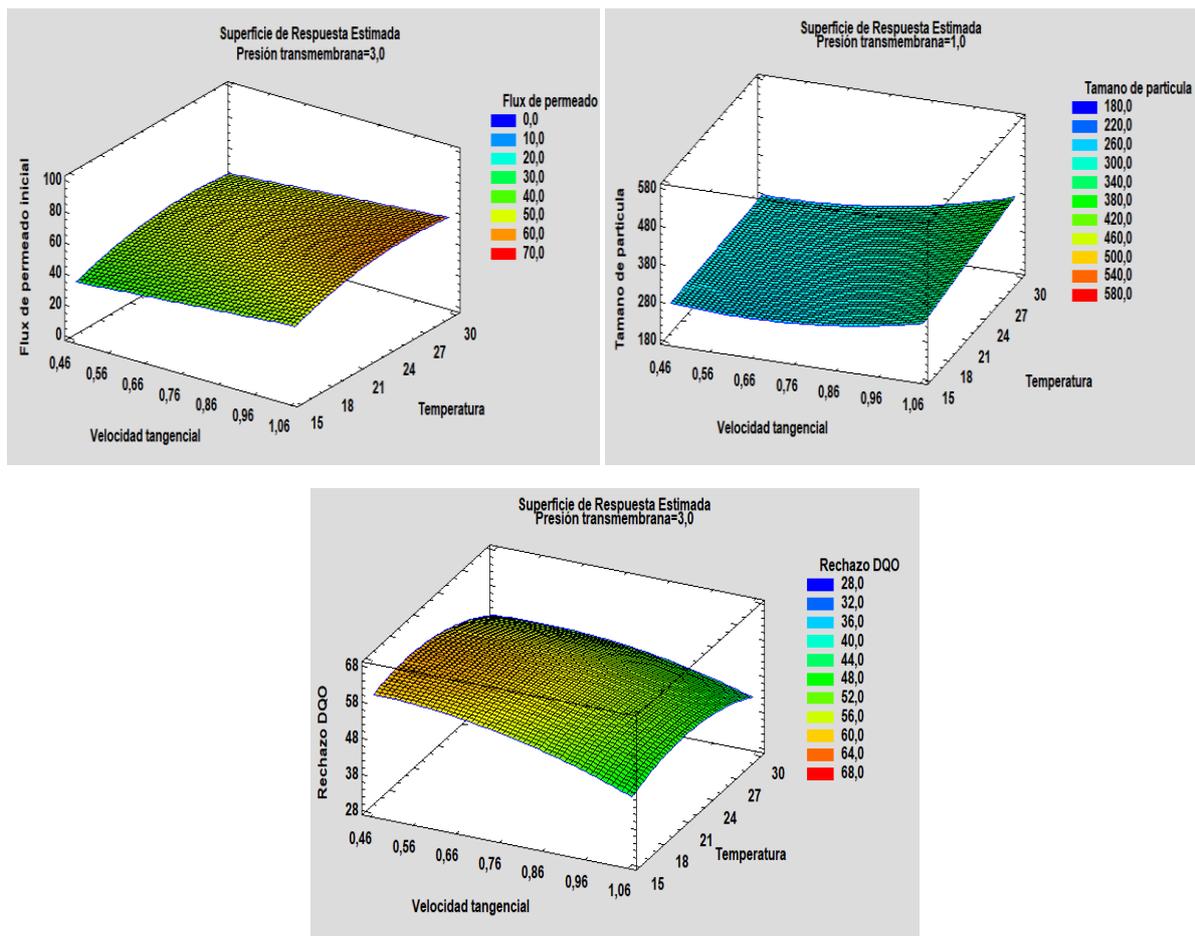


Figura 37. Superficie de respuesta en función de la presión.

Fuente: Statgraphic Software.

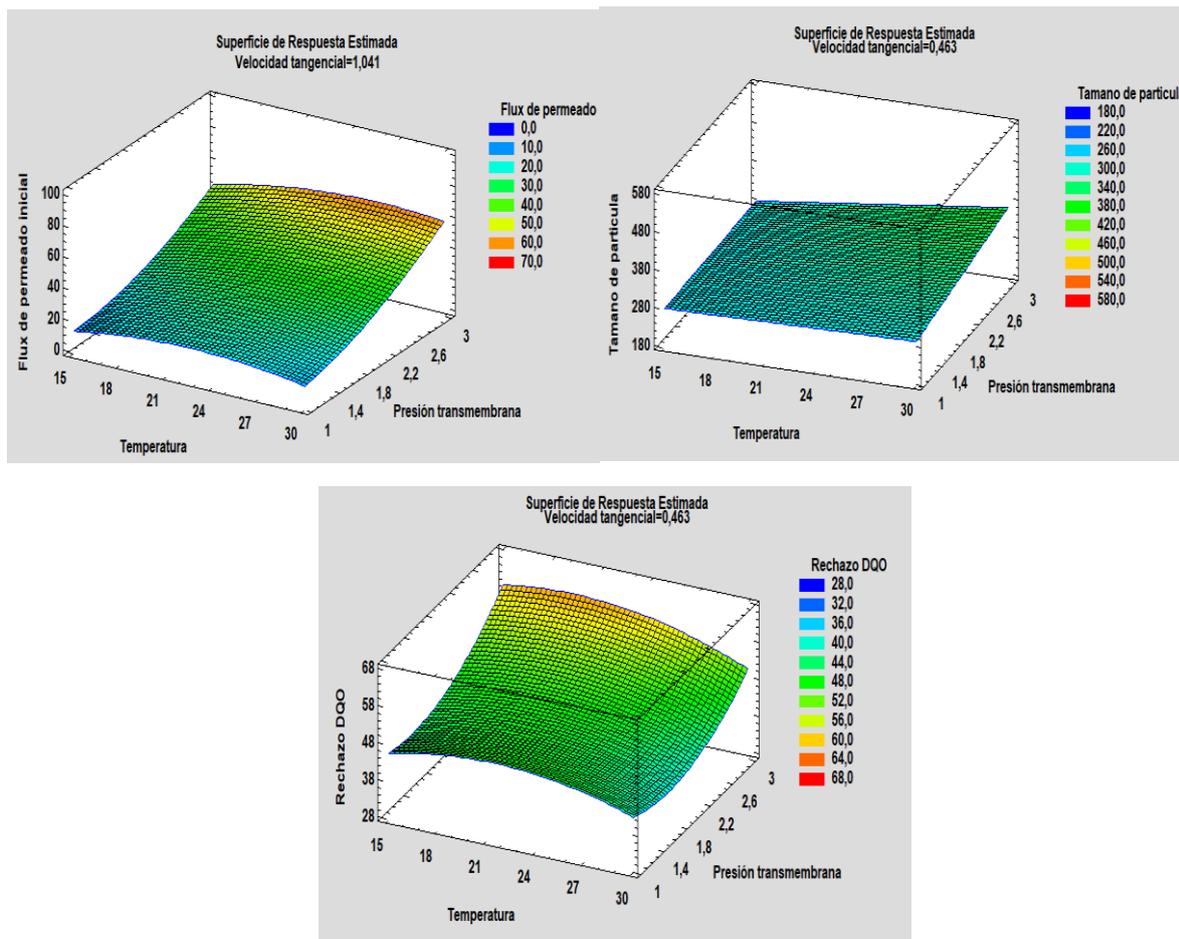


Figura 38. Superficie de respuesta en función a la velocidad.

Fuente: Statgraphic Software.

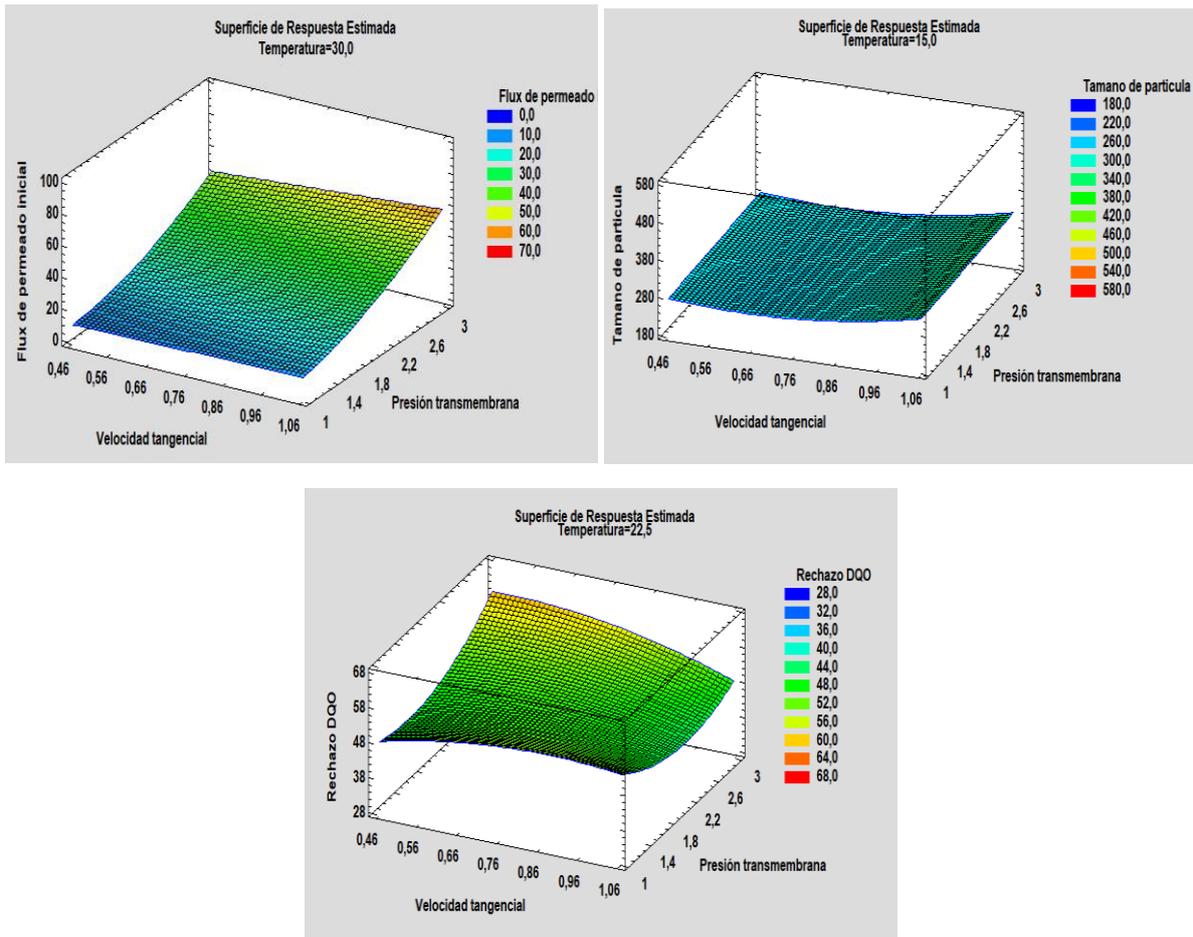


Figura 39. Superficie de respuesta de los parámetros a 30 grados centígrados.

Fuente: Statgraphic software.

Como se observa en las figuras anteriores los datos experimentales del flujo de permeado fueron graficados en función a la influencia e interacciones entre los parámetros; dando unas respuestas más favorables en ciertos niveles de parámetros para las respuestas deseadas en el proceso. Además, se puede observar en la figura 36 que en el caso de flujo de permeado la PTM es el factor más efectivo. En el caso de la presión transmembranal la zona de altos valores de flux es más amplia abarcando temperaturas entre 21-30 °C y velocidades entre 0,76-1,06 m/s; esto debido a lo explicado anteriormente en los gráficos de efecto de los parámetros donde la influencia de la presión es muy notorio. Con respecto al tamaño de partícula y el rechazo de DQO observamos que los mejores resultados están en las zonas de bajas velocidades pero a diferentes presiones (1 bar tamaño de partícula-3 bares DQO).

En la figura 38 también se puede observar que aplicando el valor máximo de velocidad (1,04 m/s) se abarca una zona de valores óptimos entre 24-28 °C y 2,8-3 bares de presión. Esto, se debe a que estas curvas representan la evolución del flujo de permeado en donde algunas se puede observar que este aumenta mucho más en una cierta región y en otros que disminuye más lentamente hasta que alcanza un flujo de permeado quasi-estacionario. Del mismo modo, para las otras dos respuestas como se explica antes las zonas de mejores valores es a bajas velocidades y abarcan rangos de temperaturas entre 15-21°C en ambos casos.

Después de estudiar cada parámetro con respecto al flujo, se puede concluir que estos tienen un efecto positivo sobre el permeado. Si esto lo comparamos con la Ley de Darcy, podemos decir que la diferencia de presión entre los dos lados de la membrana provoca aumento de flujo como puede verse en la figura 37.

Finalmente, como la temperatura no fue tan influyente en las diferentes respuestas del presente trabajo; se observa en la figura 39 diferentes rangos en cada caso. Es por ello, que a mayor temperatura y presión se obtiene más flux, a menor temperatura y velocidad se obtienen menores tamaños de partículas y el rechazo de DQO ocurre en mayor medida en rangos de temperaturas medias y bajas velocidades.

Estas superficies de respuestas entre parámetros dan una mejor visión para entender cómo se relacionan entre sí y que tiene mejor efecto en los resultados que deseamos obtener; es por ello, que si aplicamos una optimización a los resultados en el presente trabajo para obtener los valores óptimos de flux de permeado, rechazo DQO y tamaño de partícula; los parámetros resultantes estarán en las zonas que se observan en las figuras anteriores para cada caso. A continuación, se muestra una tabla con los valores óptimos de las respuestas deseadas en el presente trabajo y los resultados de los parámetros a utilizar en cada caso.

Tabla 13. Parámetros de operación para la obtención de valores óptimos de respuesta en los experimentos.

Parámetro	Flux permeado optimo	Tamaño de partícula optimo	Rechazo DQO optimo
	60,1744 L/m ² .h	263,375 nm	61,3 %
Velocidad tangencial (m/s)	1,041	0,636797	0,476559
Temperatura (°C)	25,9493	15	19,3108
Presión (bar)	3	1	3

Fuente: Elaboración propia.

Se demuestra con el uso del software Statgraphic que los valores obtenidos de los parámetros a utilizar para las respuestas más óptimas, concuerdan con los observados en los gráficos de superficie de respuesta con relación al flux de permeado y a las gráficas de tamaño de partícula en los apartados anteriores.

4.7.2 Optimización de los parámetros experimentales de ultrafiltración.

Aplicar estas optimizaciones por separado puede ser eficaces dependiendo lo que necesite cada industria como resultado final o aplicación a utilizar. Puede requerir mayor flux sin fijarse en el DQO, puede necesitarse menos DQO para cumplir con las normativas del país o simplemente una acumulación de pequeñas optimizaciones de cada resultado. Por lo tanto, en la siguiente tabla se presenta una optimización total de todos los parámetros y así obtener resultados que indiquen mejoras en cada valor (maximización del flux, minimización del tamaño de partícula y maximización del rechazo).

Tabla 14. Valores de respuesta y Óptimo predicho por modelos matemáticos.

Respuesta	Predicción	Inferior 95,0% Límite	Superior 95,0% Límite
Flux de permeado (L/m ² .h)	46,7838	38,7859	54,7817
Tamaño de partícula (nm)	301,123	229,688	372,558
Rechazo DQO (%)	60,3004	54,5416	66,0592

Fuente: Statgraphic software.

Tabla 15. Óptimo de los parámetros experimentales.

Parámetros	Optimo
Velocidad tangencial (m/s)	0,631818
Temperatura (°C)	19,3114
Presión transmembrana (bar)	3,0

Fuente: Elaboración propia.

Al observar la tabla 14, la predicción del software matemático Statgraphic se obtiene un valor de flux de permeado que aunque no es el mayor obtenido experimentalmente (membrana totalmente limpia), es un valor que está en el rango de los valores más altos con un rango de confianza de un 95%; además de un resultado muy bueno de rechazo de DQO el cual generalmente se ubica en valores de 50% e inferiores. Logrando así, valores optimizados que cumplen en un 64,71 % de lo deseable, que aunque no es el 100% corresponde a un valor bastante alto para todos los factores en una aplicación de ultrafiltración. Todo esto se logra con parámetros de velocidad bajos y de temperaturas cercanas a los ambientales lo que favorece a un gasto bajo de energía; solo el gasto para aplicar una presión de 3 bares.

4.7.3 Extrapolación de los parámetros de ultrafiltración.

Otra de las características de los modelos y software matemático como el Statgraphic es la posibilidad de extrapolar estos valores obtenidos a situaciones que puedan suceder a nivel experimental, o predecir situaciones a nivel industrial.

Es por ello que en la siguiente tabla se muestran dos situaciones de extrapolación estudiadas y los valores de los parámetros de operaciones aplicadas.

Tabla 16. Extrapolación de valores experimentales.

Respuestas	Deseabilidad	Flux de permeado (L/m².h)	Tamaño de partícula (nm)	Rechazo DQO (%)
	77,35 %	64,194	279,627	70,783
Parámetro óptimos	Velocidad tangencial (m/s)	Temperatura (°C)	Presión (bar)	
	0,7620	14,7156	3,7321	

Fuente: Elaboración propia.

La extrapolación mostrada en la tabla 16 mejora el porcentaje de deseo operativo en un 13 %, obteniendo más flux de permeado, más rechazo de DQO y menos tamaño de partícula. Pero, esto a una presión transmembranal mayor (de 3 a 3,73 bares) ocasionando más gasto de energía; sin embargo, tiene como favorable una temperatura mucho más baja y una velocidad similar que operativamente no presenta dificultades.

Tabla 17. Extrapolación de valores industriales.

Respuestas	Deseabilidad	Flux de permeado (L/m².h)	Tamaño de partícula (nm)	Rechazo DQO (%)
	71,63 %	84,097	350,054	76,094
Parámetro óptimos	Velocidad tangencial (m/s)	Temperatura (°C)	Presión (bar)	
	0,75	22,5	3,88	

Fuente: Reyhani, A. (2013)

En la tabla 17 se muestra una extrapolación de valores industriales estudiados para el tratamiento mediante la ultrafiltración. Utilizando parámetros como temperatura (20-50 °C), presión transmembranal (2-5 bares) y velocidad tangencial (0,75-1,75 m/s).

Utilizando la misma característica de extrapolación explicada en la tabla 16 y comparada con los resultados óptimos del trabajo *“Optimization of operating conditions in ultrafiltration process for produced water treatment via the full factorial design”*, se obtienen valores similares en deseabilidad experimental (72 %) y 3,9 bares de presión. La diferencia radica en la membrana utilizada en el trabajo antes descrito y el presente trabajo lo que provoca resultados diferentes al extrapolar en el rechazo DQO (76%-48,5%) originado por temperaturas diferentes optimizadas; 22,5 grados en el presente trabajo y 50 grados en el trabajo de referencia. Todo dependerá de las respuestas deseadas en flux y rechazo para decidir si la optimización recomendada por este software matemático son las finalmente aplicadas a nivel industrial.

CONCLUSIONES

Los resultados obtenidos sobre el desarrollo de una metodología de operación óptima para un proceso por membranas de ultrafiltración en aguas de proceso de una industria papelera, nos permite concluir lo siguiente:

- En cuanto a la selección de la membrana de hoja plana de polyethersulfona de corte molecular de 10 kDa; los resultados señalan que las capacidades de filtración de la membrana es de una alta capacidad de obtención de flux ($L/m^2 \cdot h$) y con rangos de rechazo de DQO (>50%) y turbidez (95-99,8%) dentro de los rangos que ofrecen las tecnologías de membranas en la actualidad.
- Respecto a los análisis fisicoquímicos realizados al agua de proceso como a los permeados reflejaron las siguientes conclusiones.
 1. El rechazo de DQO en los rangos de 50% es coherente con las membranas hoy en día por la presencia de materia coloidal que no puede ser eliminada en su totalidad por la membrana del corte molecular utilizado en este trabajo.
 2. El aumento de rechazo medido a través de la turbidez con el paso de los experimentos es causado por la resistencia de la membrana y los diferentes fenómenos de ensuciamiento de estas.
 3. El tamaño de partícula que se obtienen en los permeados (<500nm) son menores a los presentes (en gran mayoría) en el agua de proceso utilizada (700-1000nm). Demostrando la eficacia del corte molecular de la membrana utilizada. El paso de los tamaños de partícula más grandes se observaron en el primer experimento realizado (22°C y 3 bares); logrando que se taponen los poros en mayor porcentaje a lo largo de la membrana y evitando el paso de las partículas en los siguientes experimentos del presente trabajo.
 4. Los valores de potenciales ZETA son inferiores a 0, demostrando la presencia de contaminantes en el agua; con mayores interacciones entre las partículas. Del mismo modo, en su mayoría los valores cercanos a 0 presentaron menor flux de permeado por la facilidad de depositarse las partículas en estos rangos de potenciales. Situaciones que ocurrieron en mayor proporción en los experimentos antes del cambio de metodología de limpieza y en los experimentos a 15°C.
- El ajuste de parámetros de operación por medio de los diseños factoriales mostraron un amplio rango de temperaturas, presiones y velocidades aptas en los procesos de ultrafiltración, que demostraron ser muy útiles para la regeneración de las aguas de procesos de una industria papelera sin la destrucción, deformación o pérdida total de las características de la membrana utilizada.
- Con relación a los efectos de los parámetros de operación sobre el flux de permeado obtenido; la presión transmembranal es la que presenta una mayor influencia con gran diferencia; además en la superficie de respuestas se demuestra que la aplicación de la mayor velocidad tangencial en rangos altos de presión logran las mayores densidades de flujo de permeado. El efecto de la temperatura no tuvo gran influencia en los resultados debido a la aplicación de 22,5 grados centígrados como primer nivel de temperatura en los experimentos; se infiere que si se comenzara por 15 grados se notaría mucho más la influencia de la temperatura y se obtendría más flux de permeado, el cual se vio opacado por los diferentes fenómenos de

ensuciamientos que no fueron eliminados en su totalidad en el proceso de limpieza de la membrana. Finalmente, la aplicación de 1 bar de presión no permite observar la influencia de los parámetros de operación y los cambios en el flux de permeado son muy bajos debido a la dificultad de poder compactar la membrana y superar las distintas barreras presentadas en el proceso.

- Con la ayuda del software matemático Statgraphic el punto óptimo de la planta de ultrafiltración utilizada en el presente trabajo fue a 0,6318 m/s de velocidad tangencial, 19,31°C de temperatura y 3 bares de presión; logrando un 64,71% de deseabilidad en la optimización de los resultados. Estos valores fueron logrados con un 95% de confianza, y son relevantes para el gasto energético necesario para la recuperación del agua de industria papelera utilizada en el presente trabajo.
- Utilizando la ayuda de la extrapolación a ejemplos industriales se optimizó la planta de ultrafiltración utilizada en un índice de deseabilidad del 77%; si se utiliza una velocidad tangencial de 0,7620 m/s, una temperatura de 14,72°C y una presión de 3,73 bares. Comparando con trabajos previos a nivel industrial se obtuvieron mismos valores en el índice de deseabilidad y presiones a aplicar. Aunque los valores de DQO y flux fueran distintos viene por el uso de distintas membranas, pero se demuestra la ventaja de utilizar estos software matemáticos para visualizar los rangos de parámetros a utilizar y aplicaciones industriales.
- El modelo utilizado predice de forma bastante precisa los mayores valores de las respuestas en el proceso de ultrafiltración, constituyendo una herramienta eficaz para representar diferentes situaciones operacionales en la ultrafiltración.
- Se propone para un futuro evaluar las mismas condiciones operacionales comenzando por 15 grados centígrados para observar los cambios en las influencias de cada parámetro. Además, se propone agregar al modelo que contemple los efectos de los diferentes fenómenos de ensuciamiento; esto para observar si en periodos de operaciones largos se logra mostrar las diferentes pérdidas de flux de permeado en el tiempo. Finalmente, se propone agregar otro método de limpieza de membrana para eliminar en mayor porcentaje el taponamiento de los poros y así lograr acercarse a niveles de flux de permeado que tienen las membranas al inicio de los experimentos.

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- Afonso, M. D. y Borquez, R. (2002). "Review of the treatment of seafood processing wastewaters and recovery of proteins therein by membrane separation processes - prospects of the ultrafiltration of wastewaters from the fish meal industry". *Desalination*, vol 142, p. 29-45.
- Alcamo, J. Henrichs, T. Rosch, T. (2000): "Global modeling and scenario analysis for the World Commission on Water for the 21st Century". Sitio Web: http://wedocs.unep.org/bitstream/handle/20.500.11822/19071/World_water_in_2025_global_modeling_scenarios.pdf?sequence=1
- Alventosa, E. (2015). "Ultrafiltración de efluentes de la industria textil. Estudio de los parámetros de operación y mecanismos de ensuciamiento" en Universidad Politecnica de Valencia. Sitio web: <https://riunet.upv.es/bitstream/handle/10251/48537/Alventosa%20-%20Ultrafiltraci%3b3n%20de%20efluentes%20de%20la%20industria%20textil.%20Estudio%20de%20los%20par%3a1metros%20de%20ope...pdf?sequence=1&isAllowed=y>
- Aqua Sciences Inc. (2012). "Aqua Sciences: Making Water from Air Virtually Anywhere, Saving Lives". Sitio web: http://www.aquasciences.com/tech_eng.shtml
- Badrnezhad, R. y Mirza, B. (2014). "Modeling and optimization of cross-flow ultrafiltration using hybrid neural network-genetic algorithm approach" en *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, vol. 20, p. 528-543. Sitio web: http://ac.els-cdn.com/S1226086X13002177/1-s2.0-S1226086X13002177-main.pdf?_tid=9d4d5230-8cf4-11e7-a81a-00000aab0f02&acdnat=1504036970_e656853f30f9598073249e1ff1f4700b
- BASF. (2012). Demanda de membranas. BASF Sitio web: <https://www.basf.com/mx/es.html>
- Blatt, W. F., David, A., Michaels, A.S., and Nelson, L. (1970): "Solute polarization and cake formation in membrane ultrafiltration, causes, consequences, and control techniques". *Membrane science and technology*, J.e. Flinn, ed Plenum, New York.
- Blanco, A. Ordoñez, R. Hermosilla, D. 2009: *100% Reutilización de agua para fabricar 100 % papel recuperado*. Sitio web: http://eprints.ucm.es/11887/1/Infoenviro2009Aguas_definitivo.pdf
- BlueTide membranes. http://www.bluefilters.com/en/industrial_water_filters/ro_systems/157
- Bowen, R y Jenner, F. (1995). "Theoretical descriptions of membrane filtration of colloids and fine particles: an assessment and review" en *Advances in Colloid and Interface Science*, vol. 56, p. 141-200. Sitio web: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0001868694002322>
- C. Liu, X. Wu. (1998). "Optimization of operation parameters in ultrafiltration process" en *Journal of Biotechnology*, vol. 66, p. 195-202.
- Catpumps-Bombas laboratorio. Sitio web: <http://www.catpumps.com/fliers/3CP1241.pdf>
- Cintropur filters. Sitio web: <http://cintropur.com/downloads/downloads-WATER.php>
- Condorchem. (2014). "La electrocoagulación, un tratamiento económico y eficaz para las aguas residuales". Sitio web: <http://blog.condorchem.com/electrocoagulacion-aguas-residuales/>
- Crison instruments-Conductimetro y pHmetro. Sitio web: <http://www.crisoninstruments.com/es/laboratorio>

- De León, M. (Marzo, 2007). "Agua que malgastas hoy", de Burica Press Sitio web: <https://burica.wordpress.com/2007/03/22/25-es-dulce-y-975-es-agua-salada-en-el-mundo/>
- Deng, Y; Zhao, R. (2015). "Advanced Oxidation Processes (AOPs) in Wastewater Treatment". Springer, vol. 1, p. 167–176. Sitio Web: <https://link.springer.com/content/pdf/10.1007/s40726-015-0015-z.pdf>
- Directiva 96/61/CE del Consejo. (1996). Industria papelera. RESUMEN GENERAL. Sitio web: <http://www.prtr-es.es/data/images/Resumen%20Ejecutivo%20BREF%20Pasta%20y%20Papel-C01ECC9B7FD0DB66.pdf>
- Dispersion Technology Inc. (2013). "Particle size and particle size distribution, short tutorial". Sitio web: cva.itesm.mx
- Dukhin, A.S., Parlia, S., Klank, D., Lesti, M. (2010). "Particle sizing and zeta potential of silica Koestrosol" en Particle systems characterization, vol. 27, p. 165-171, <http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/ppsc.201100038/abstract>
- DUMON, S. & BARNIER, H. (1992). "Ultrafiltration of protein solutions on ZrO2 membranes. The influence of surface chemistry and solution chemistry on adsorption" en Journal of Membrane Science, vol. 74, p. 289-302. Sitio web: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/037673889280068U>
- Field, R. (1995). "Fundamentals of Fouling" en Membrane for water treatment, vol 4. Sitio web: https://application.wiley-vch.de/books/sample/3527314830_c01.pdf
- Fundación Global Nature. (Enero, 2006). "Proyecto Interreg III-B de Captación de aguas atmosféricas en Canarias y Madeira". Sitio web: http://www.fundacionglobalnature.org/proyectos/nuevas_tecnologias/interreg_canarias.htm
- Glaze, H. Kang, J y Chapin, D. (1987). "The chemistry of water treatment processes involving ozone, hydrogen peroxide and ultraviolet radiation" en The journal of the international ozone association, vol. 9, p. 335-352. Sitio web: <http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/01919518708552148>
- Guerrero, H (2010): "Gestión medioambiental de salmueras de desalado de bacalao. Tratamiento mediante tecnología de membranas" en Universidad Politecnica de Valencia. Sitio web: <https://riunet.upv.es/bitstream/handle/10251/8546/tesisUPV3366.pdf>
- Horiba Scientific. (2016). "Why is particle size important?". Sitio web: https://www.horiba.com/fileadmin/uploads/Scientific/eMag/PSA/Guidebook/pdf/PSA_Guidebook.pdf
- Howell, J.A (1995): "Sub-critical flux operation of microfiltration" en Journal of membrane science, vol. 107, p. 165-171. Sitio web: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/037673889500114R>
- Iesmat, 2017: "Potencial ZETA". <http://www.iesmat.com/tecnologias-potencialz.htm>
- Key Instruments. Sitio web: <https://www.brooksinstrument.com/en/products/variable-area-flow-meters/plastic-tube/2500-series>
- Koch Membrane (2017): "An overview of membrane technology and theory". Sitio web: <http://www.kochmembrane.com/PDFs/Application-Bulletins/KMS-Membrane-Theory.aspx>
- Lenntech. (2017). Cartridge filters. Sitio web: <http://www.lenntech.com/systems/sediment/cartridge/cartridge.htm>
- Lenntech. (2017). Oxidación avanzada. Sitio web: <http://www.lenntech.es/oxidacion-avanzada.htm>

- Lenntech. (2017). Pulp and paper industry water treatment. Sitio web: <http://www.lenntech.com/pulp-and-paper-industry-water-treatment.htm>
- Lenntech. (2017). Zeta potential. Sitio web: <http://www.lenntech.es/biblioteca/zeta-potential.htm>
- López, R. (2004). Capítulo 3: “Adsorción en sólidos mesoporosos” en Caracterización de medios porosos y procesos percolativos y de transporte”, p. 19-25.
- Malvern instruments-Zetasizer. <https://www.malvern.com/en/products/product-range/zetasizer-range/zetasizer-nano-range/zetasizer-nano-zs/index.html>
- Meng, X; Tang, W; Huang, X; Wang, L; Chen, H y Zhang, N. (2015). “Mechanism analysis of membrane fouling behavior by humic acid using atomic force microscopy: Effect of solution pH and hydrophilicity of PVDF ultrafiltration membrane interface” en Journal of membrane science, vol. 487, p 180-188. Sitio web: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0376738815002124>
- Michaels, A.S. (1968): “New separation technique for the CPI” en Chemical engineering program, vol. 64, p. 31-43
- Milic, J. Petrinic, I. Gorsek, A. y Simonic, M (2013): “Ultrafiltration of oil in water emulsion by using ceramic membrane: Taguchi experimental design approach” en Open chemistry, vol. 12. Sitio web: <https://www.degruyter.com/view/j/chem.2014.12.issue-2/s11532-013-0373-6/s11532-013-0373-6.xml>
- Minnesota Stormwater Manual. (2016). “Types of filtration” en Minnesota Pollution Control Agency. Sitio web: https://stormwater.pca.state.mn.us/index.php/Types_of_filtration
- Muñoz, H. (2010). “Gestión medioambiental de salmueras de desalado de bacalao. Tratamiento mediante tecnología de membranas” en Universidad Politécnica de Valencia. Sitio web: <https://riunet.upv.es/bitstream/handle/10251/8546/tesisUPV3366.pdf>
- Ng, W y Peng, Y. (2017). “Zeta potential of bacterial cells: Effect of wash buffers” en PeerJPrePrint. Sitio web: <https://peerj.com/preprints/110.pdf>
- Orozco, C., Albarrán, G., Esteban, R. y García, S. (2008). “Ultrafiltración de Caldos de Fermentación” en Información Tecnológica, vol. 19, p. 37-44. Sitio web: http://www.scielo.cl/scielo.php?pid=S0718-07642008000100006&script=sci_arttext
- Ramírez, J, Solís, C y Vélez, C. (2015). “Tecnología de membranas: desarrollo histórico”. Universidad Católica de Pereira. Sitio web: <http://biblioteca.ucp.edu.co/ojs/index.php/entrecei/article/view/2801/2789>
- Revista Facultad de Ingeniería Universidad de Antioquia (2006). Sitio web: <http://www.redalyc.org/pdf/430/43003805.pdf>
- Synder filtration membrane 10KDa. Sitio web: <http://synderfiltration.com/2014/wp-content/uploads/2014/07/ST-PES-10kDa.pdf>
- Song, L. (1995): “Theory of concentration polarization in cross-flow filtration” en Journal of the chemical society, Faraday transactions, vol. 91(19), p. 3389-3398. Sitio web: <http://pubs.rsc.org/-/content/articlelanding/1995/ft/ft9959103389/unauth#!divAbstract>
- Turbert, I., y Talanquer, V. (Octubre, 1997). “Sobre adsorción: para saber, experimentar y simular”. Vol. 8, p. 186-190. Sitio web: https://s3.amazonaws.com/academia.edu.documents/38929891/comprobacion_y_exp.pdf?AWSAccessKeyId=AKIAIWOWYYGZ2Y53UL3A&Expires=1504296762&Signature=GaGv%2BYpp%2FQuLLRkanIH63CsoIEo%3D&response-content-disposition=inline%3B%20filename%3D PARA_SABER_EXPERIMENTAR_Y_SIMULAR.pdf

- Universidad de Alicante. (2017). "Tratamiento de aguas residuales por métodos electroquímicos". Sitio web: <https://web.ua.es/es/leqa/tratamiento-de-aguas-residuales-por-metodos-electroquimicos.html>
- Veneman, A. M. (Septiembre, 2006). "Progreso para la Infancia: Un balance sobre agua y saneamiento". Unidos por la infancia (Unicef).
- Vera, L., González, E., Díaz, O., Bohorque, R., Sánchez, R. (2014). *Ultrafiltración tangencial de efluentes secundarios. Análisis de ensuciamiento de la membrana* en *Avances en Ciencias e Ingeniería. Vol 5, p. 17-29.*
- Whatman filters. Sitio web: <http://www.sigmaaldrich.com/catalog/search?term=whatman+filters+1ps&interface=All&N=0&mode=match%20partialmax&lang=es®ion=ES&focus=product>
- Wika instruments. Sitio web: http://www.wika.us/230_25_en_us.WIKA?ProductGroup=60624&tabPage=9

ANEXOS

Resultados obtenidos experimentalmente

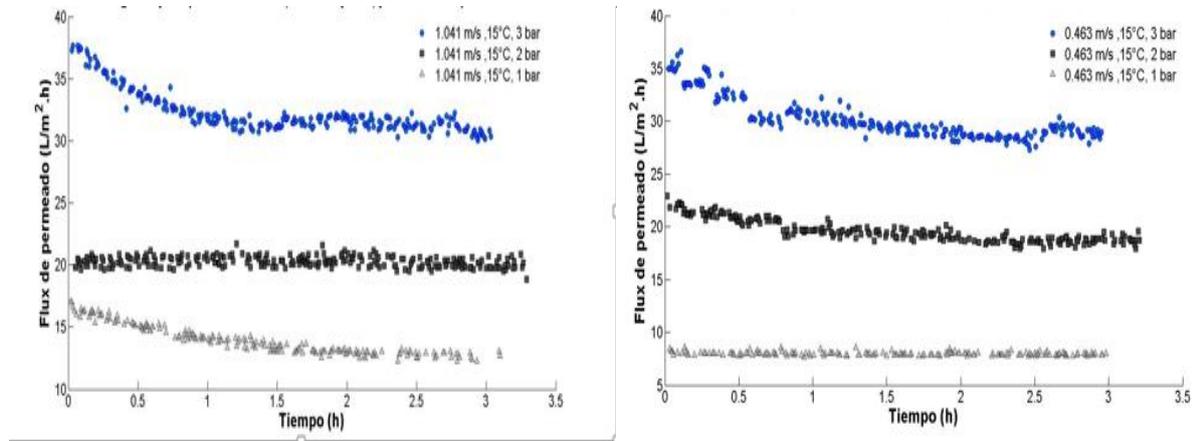


Figura 40. Efecto de la presión en el flux de permeado a 15 grados.

Fuente: Elaboración propia.

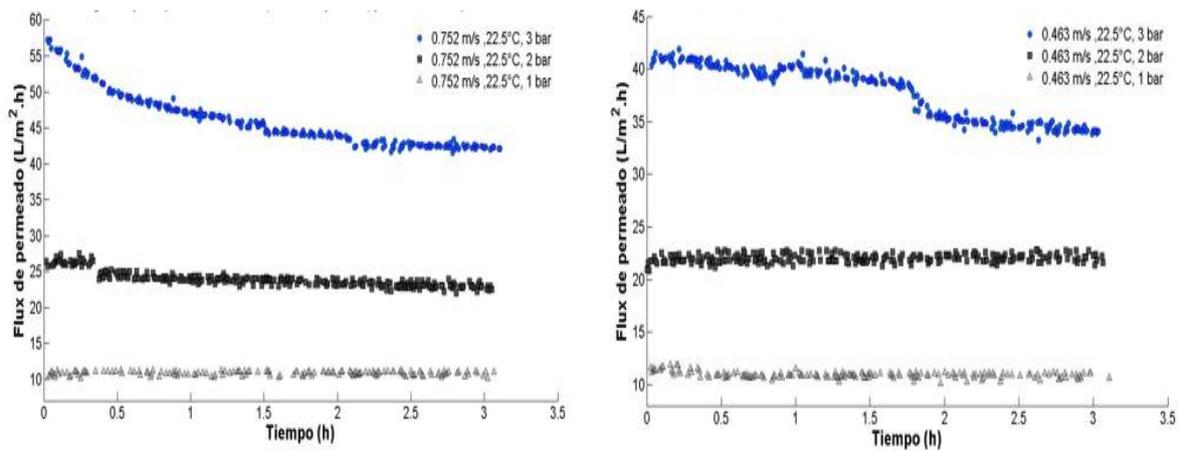


Figura 41. Efecto de la presión en el flux de permeado a 22,5 grados.

Fuente: Elaboración propia.

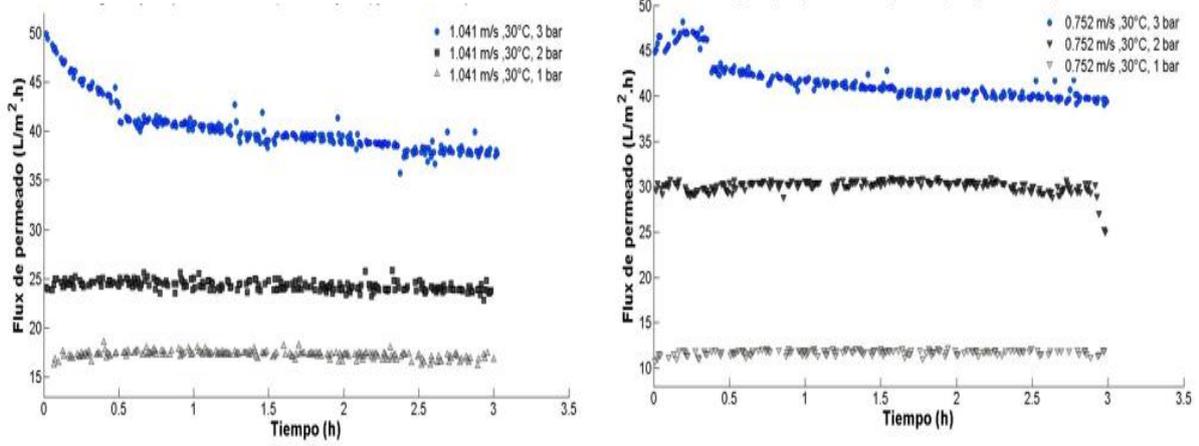


Figura 42. Efecto de la presión en el flux de permeado a 30 grados.

Fuente: Elaboración propia.

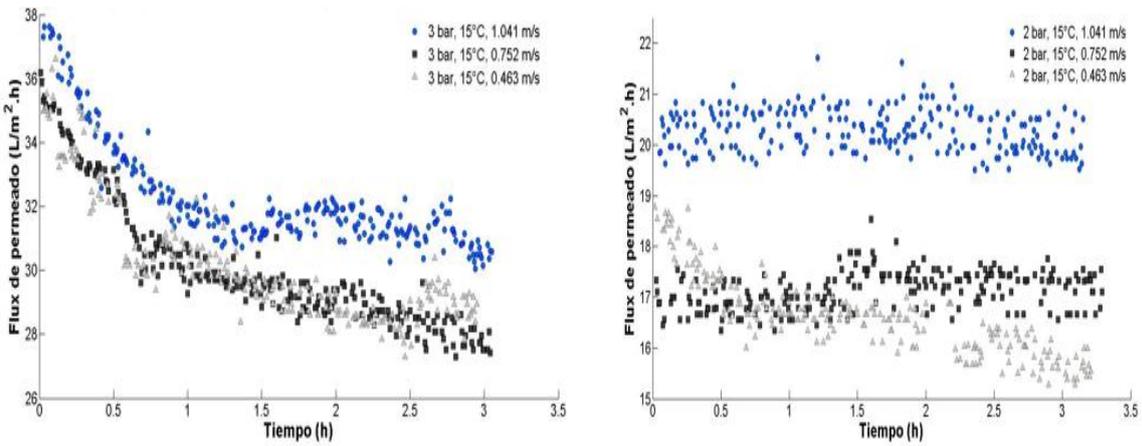


Figura 43. Efecto de la velocidad tangencial en el flux de permeado a 15 grados.

Fuente: Elaboración propia.

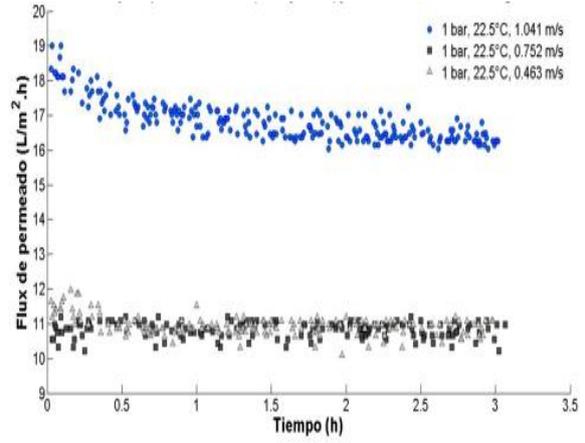
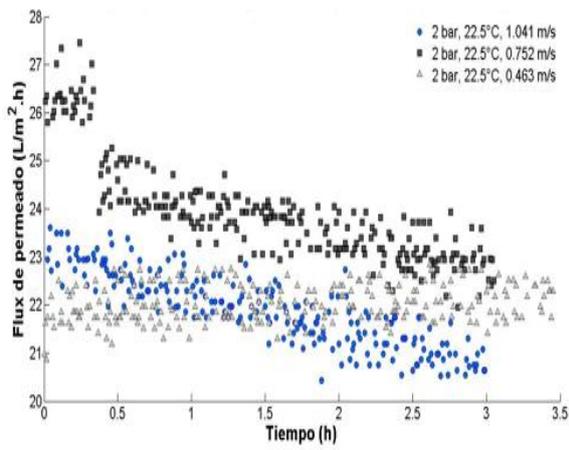


Figura 44. Efecto de la velocidad tangencial en el flux de permeado a 22,5 grados.

Fuente: Elaboración propia.

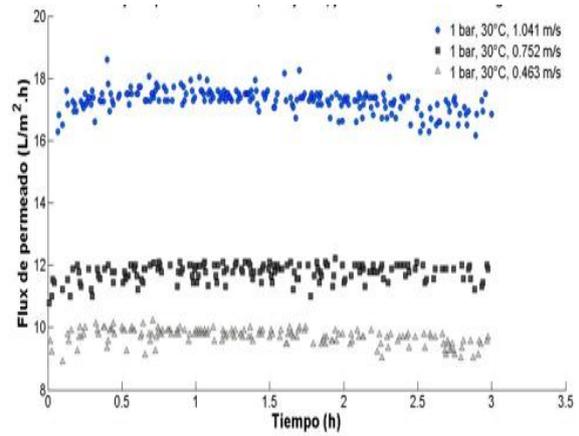
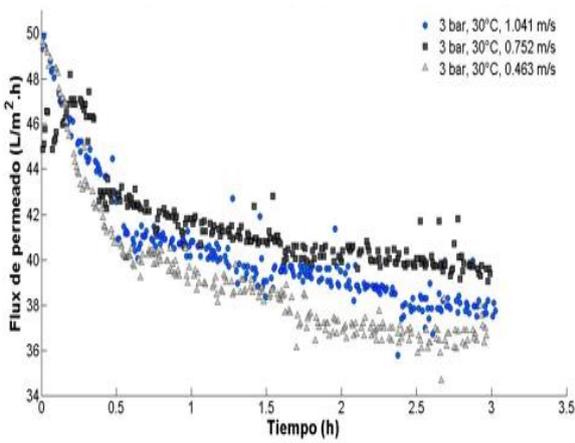


Figura 45. Efecto de la velocidad tangencial en el flux de permeado a 30 grados.

Fuente: Elaboración propia.

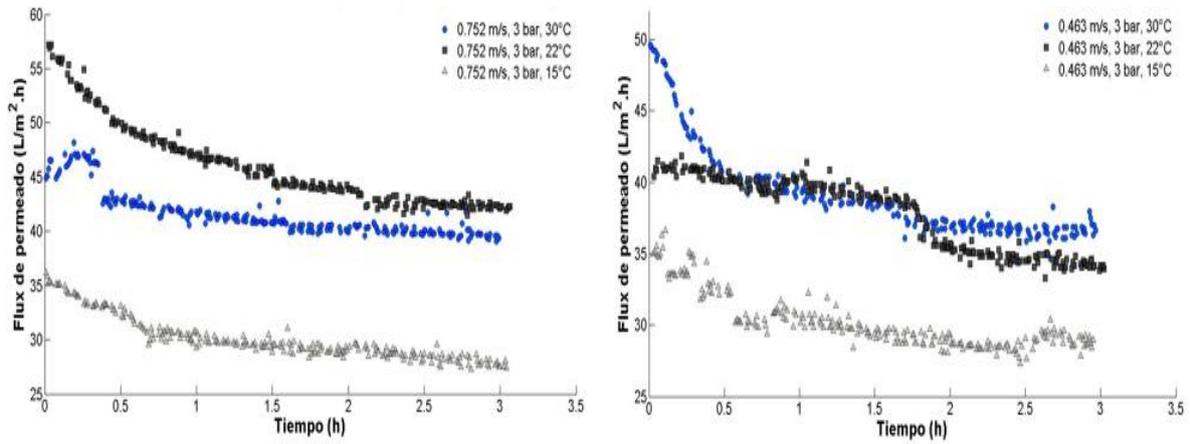


Figura 46. Efecto de la temperatura en el flux de permeado a 3 bares.

Fuente: Elaboración propia.

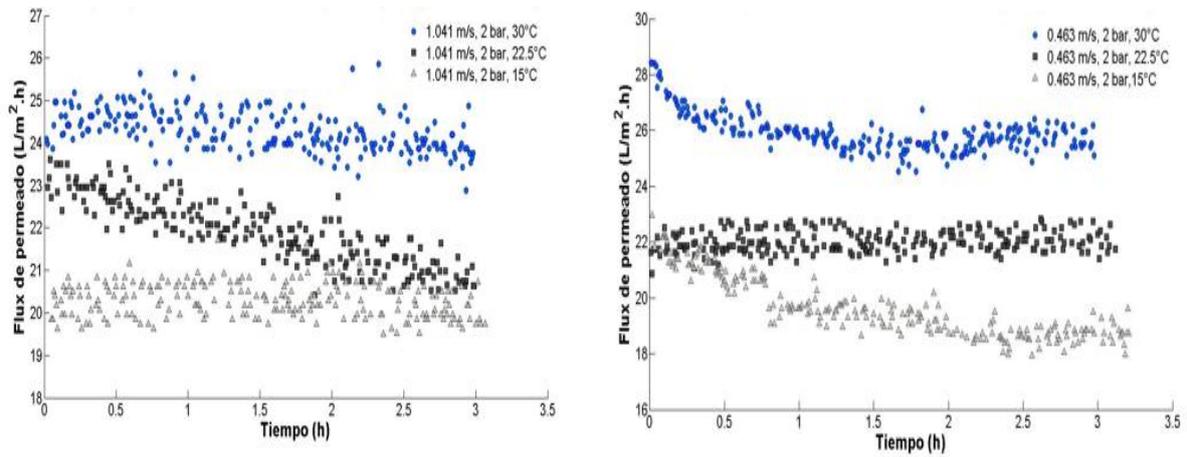


Figura 47. Efecto de la temperatura en el flux de permeado a 2 bares.

Fuente: Elaboración propia.

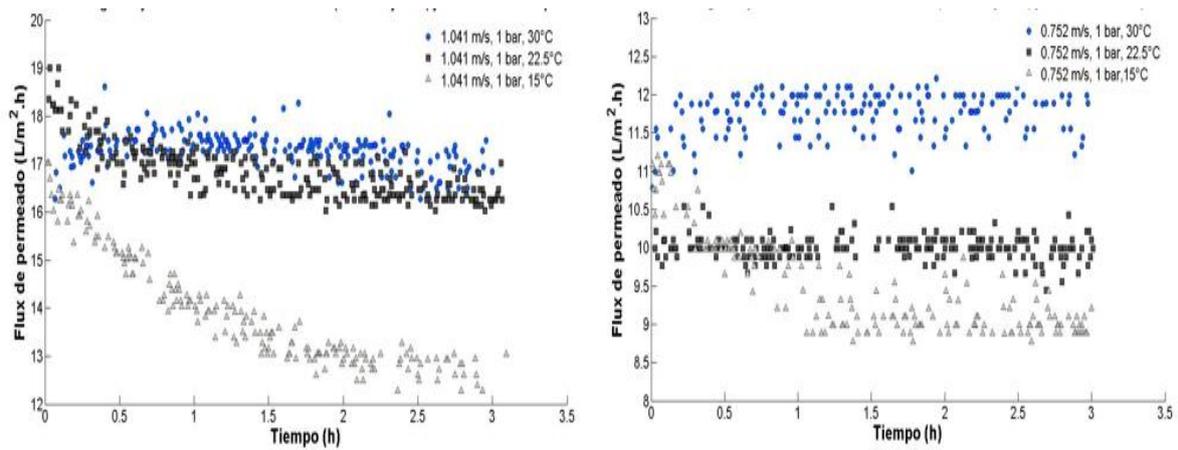


Figura 48. Efecto de la temperatura en el flux de permeado a 1 bar.

Fuente: Elaboración propia.

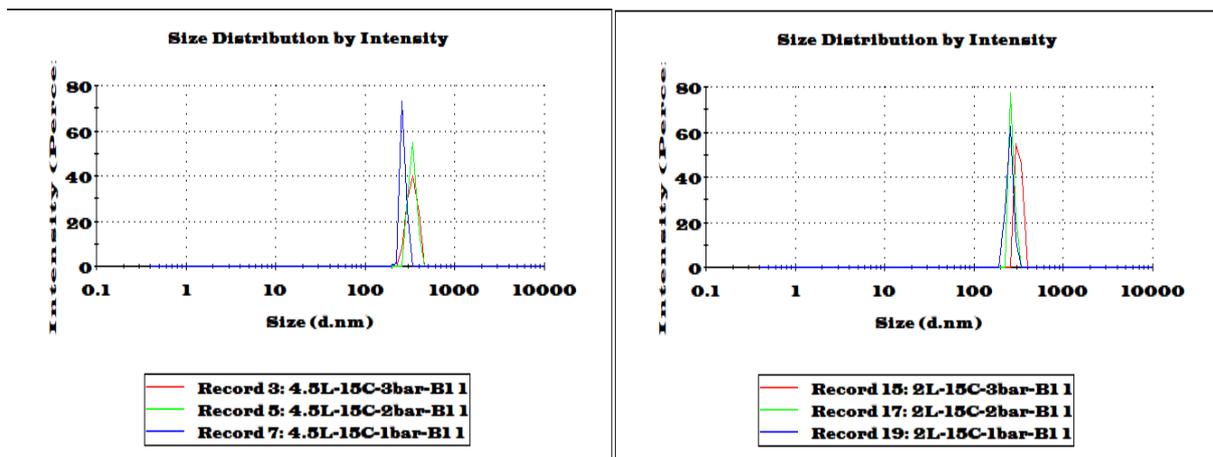


Figura 49. Efecto de la presión en el tamaño de partícula a 15 grados.

Fuente: Elaboración propia.

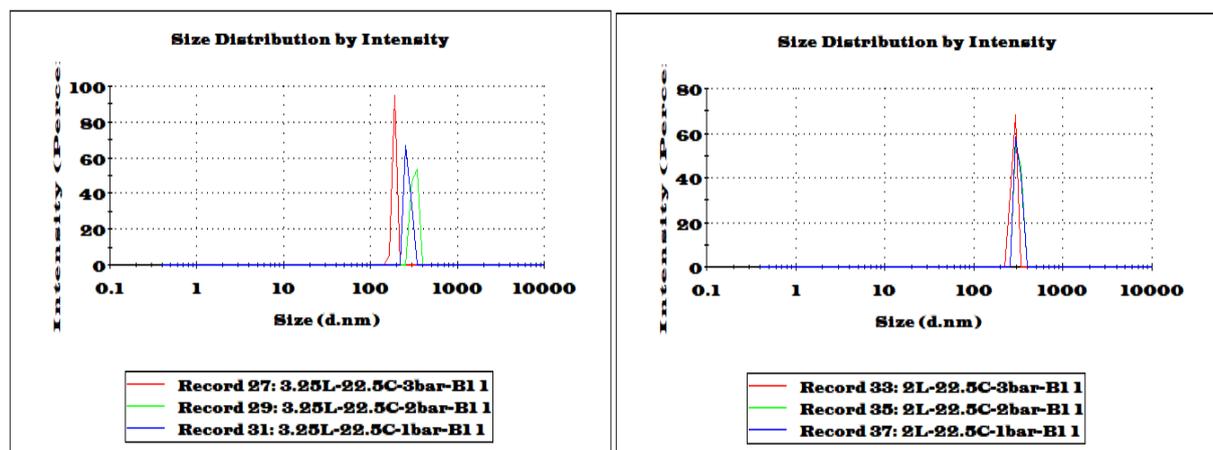


Figura 50. Efecto de la presión en el tamaño de partícula a 22,5 grados

Fuente: Elaboración propia.

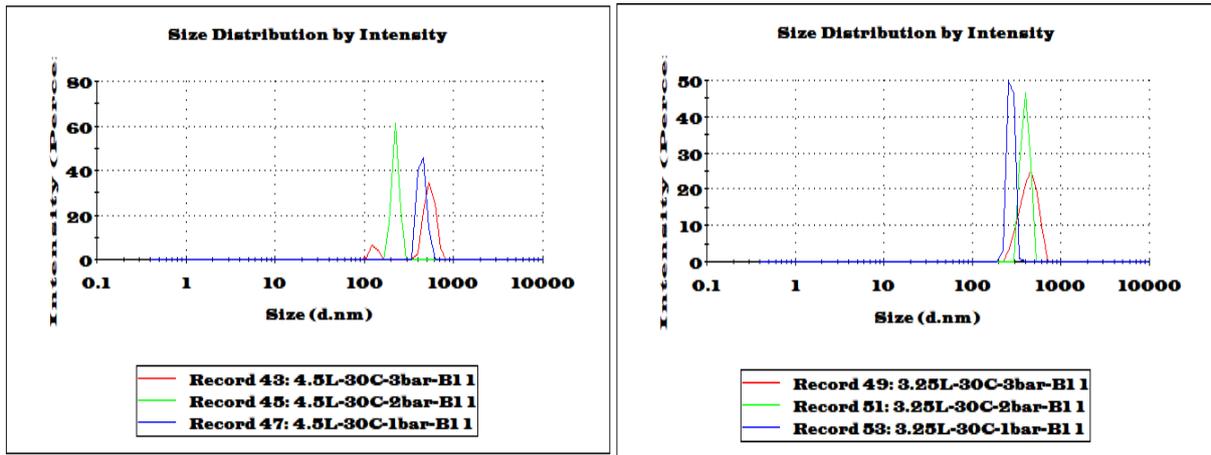


Figura 51. Efecto de la presión en el tamaño de partícula a 30 grados.

Fuente: Elaboración propia.

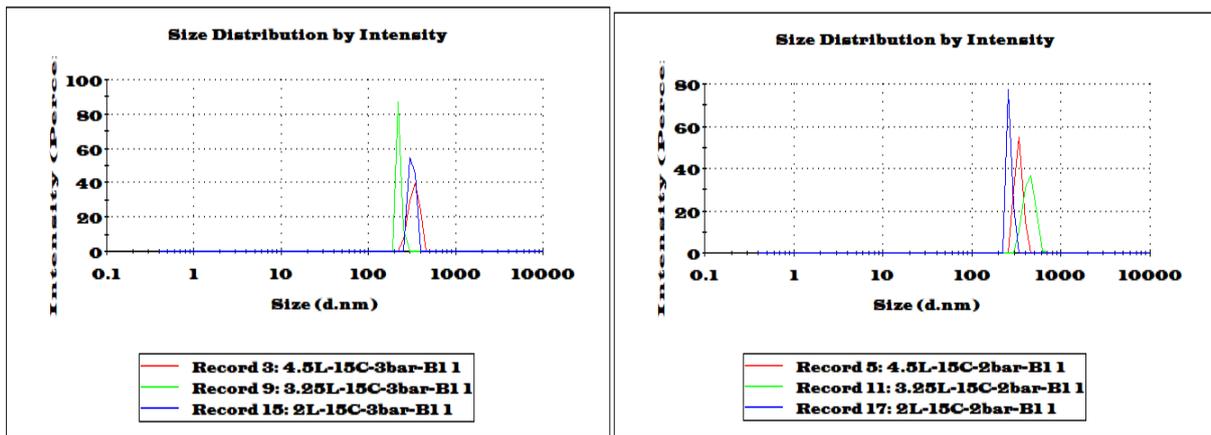


Figura 52. Efecto del flujo en el tamaño de partícula a 15 grados.

Fuente: Elaboración propia.

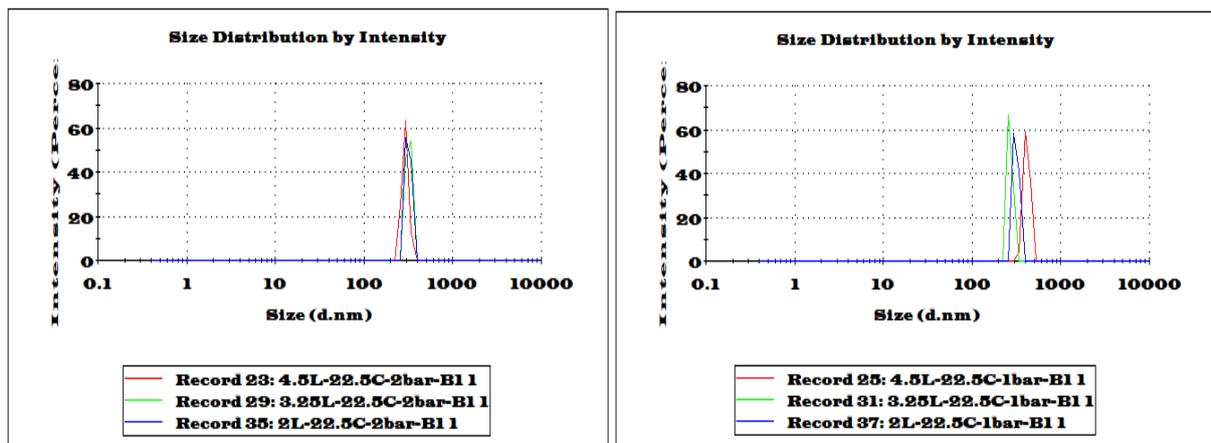


Figura 53. Efecto del flujo en el tamaño de partícula a 22,5 grados.

Fuente: Elaboración propia.

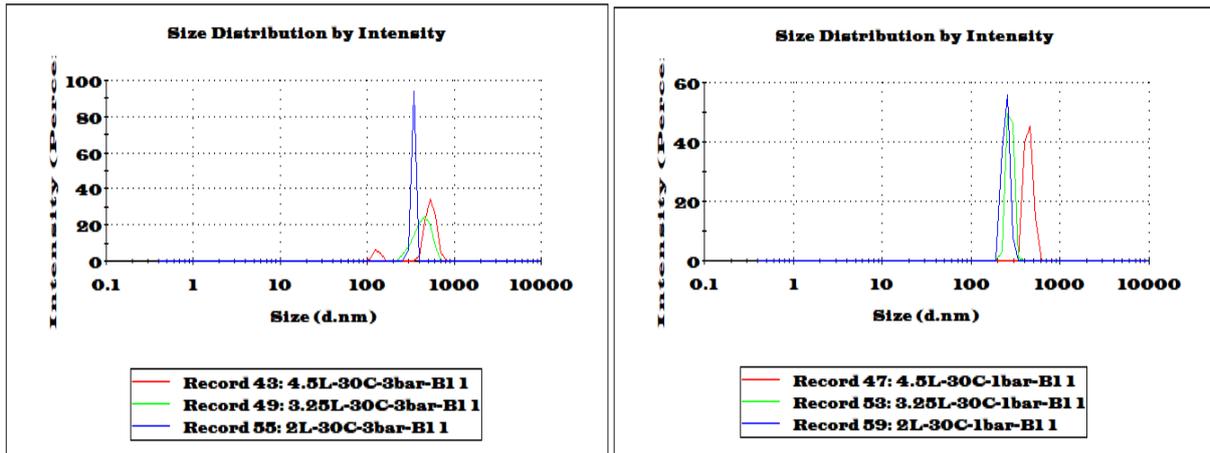


Figura 54.Efecto del flujo en el tamaño de partícula a 30 grados.

Fuente: Elaboración propia.

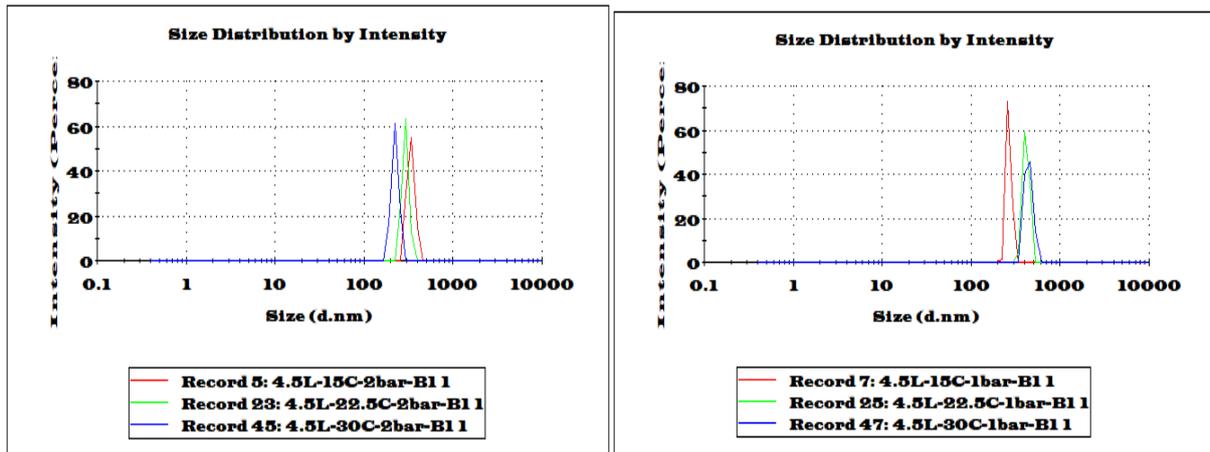


Figura 55.Efecto de la temperatura en el tamaño de partícula a 1,041 m/s.

Fuente: Elaboración propia.

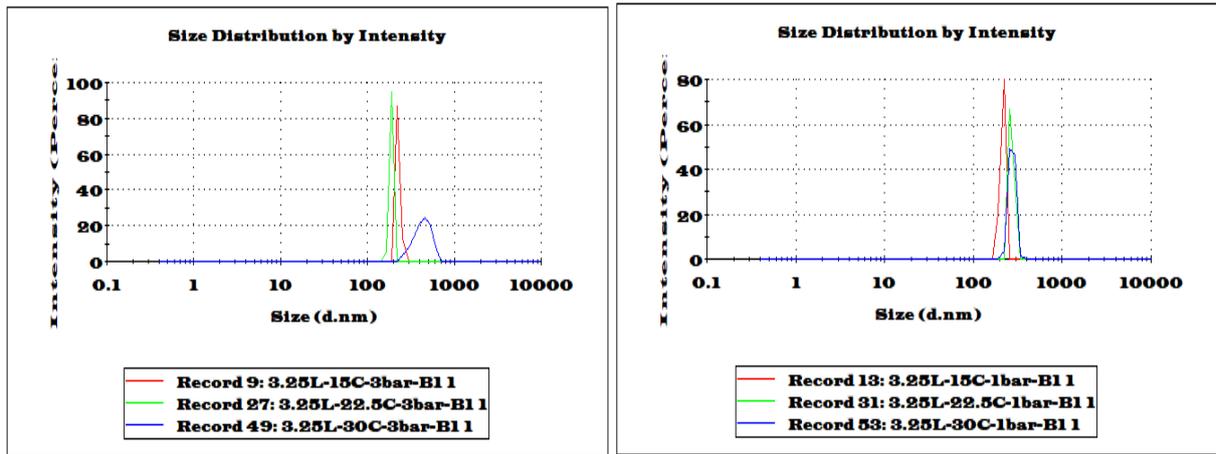


Figura 56. Efecto de la temperatura en el tamaño de partícula a 0,752 m/s.

Fuente: Elaboración propia.

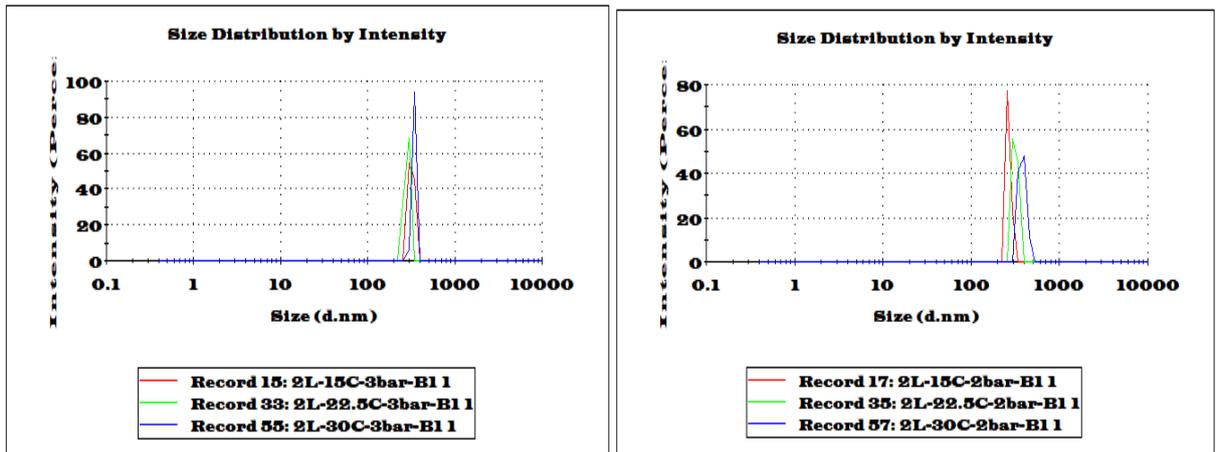


Figura 57. Efecto de la temperatura en el tamaño de partícula a 0,463 m/s.

Fuente: Elaboración propia.

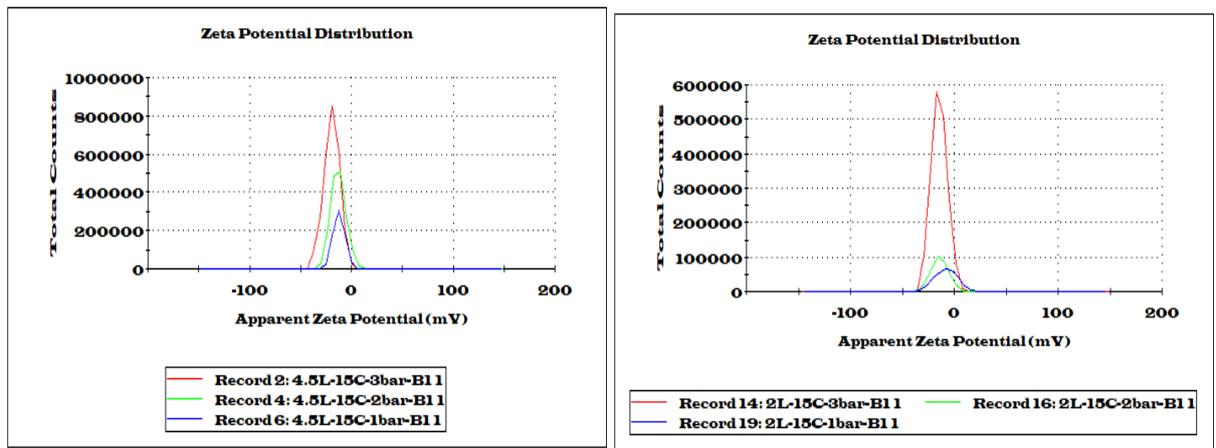


Figura 58. Efecto de la presión en el potencial ZETA a 15 grados.

Fuente: Elaboración propia.

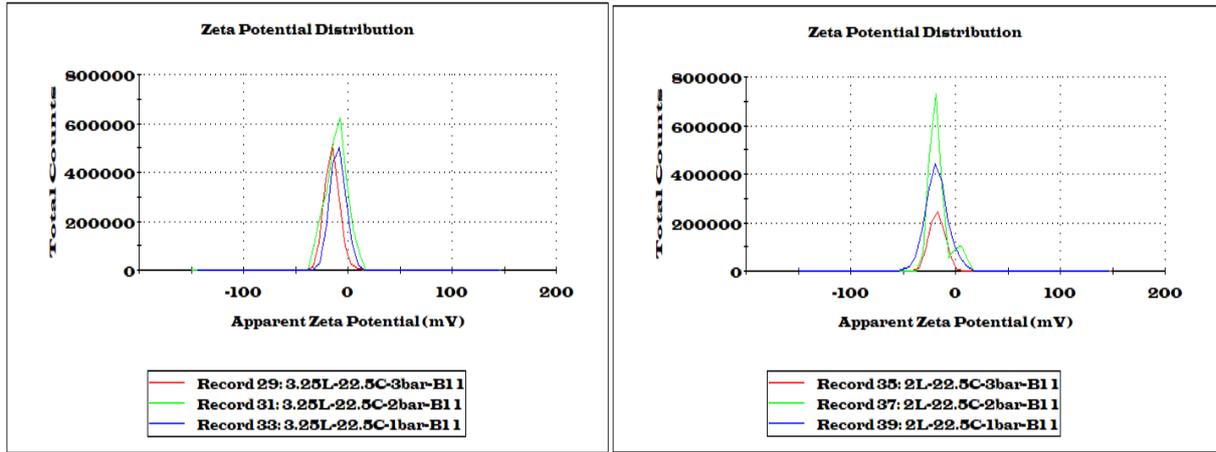


Figura 59. Efecto de la presión en el potencial ZETA a 22,5 grados.

Fuente: Elaboración propia.

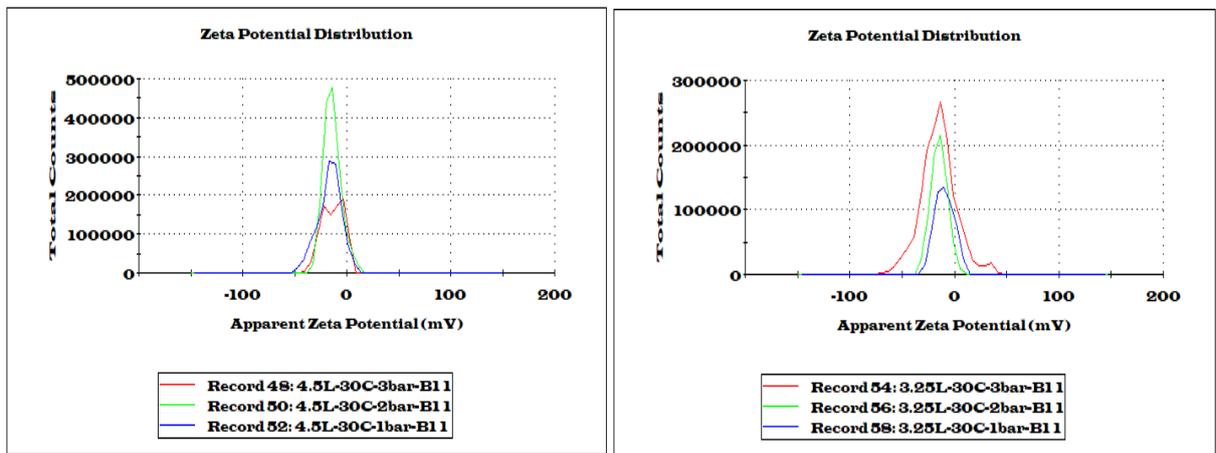


Figura 60. Efecto de la presión en el potencial ZETA a 30 grados.

Fuente: Elaboración propia.

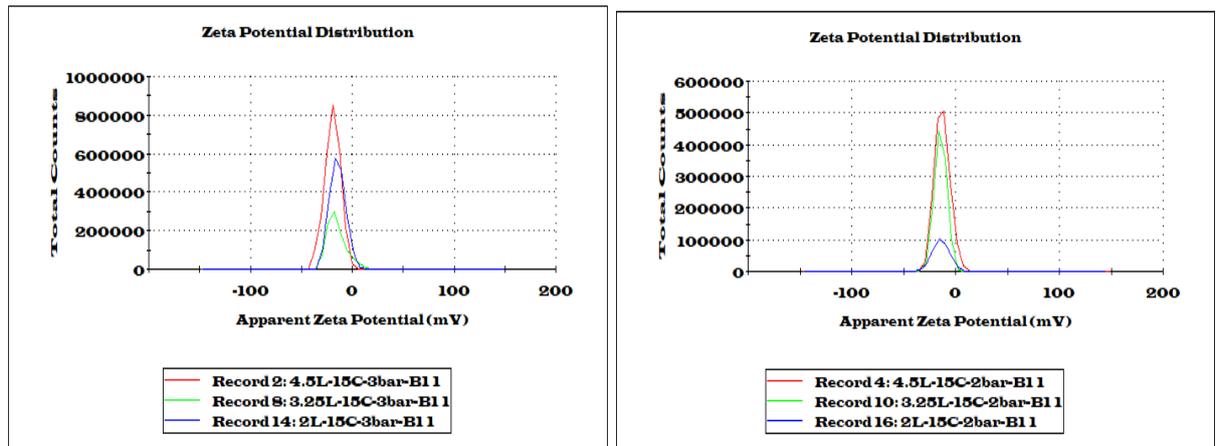


Figura 61. Efecto del flujo en el potencial ZETA a 15 grados.

Fuente: Elaboración propia.

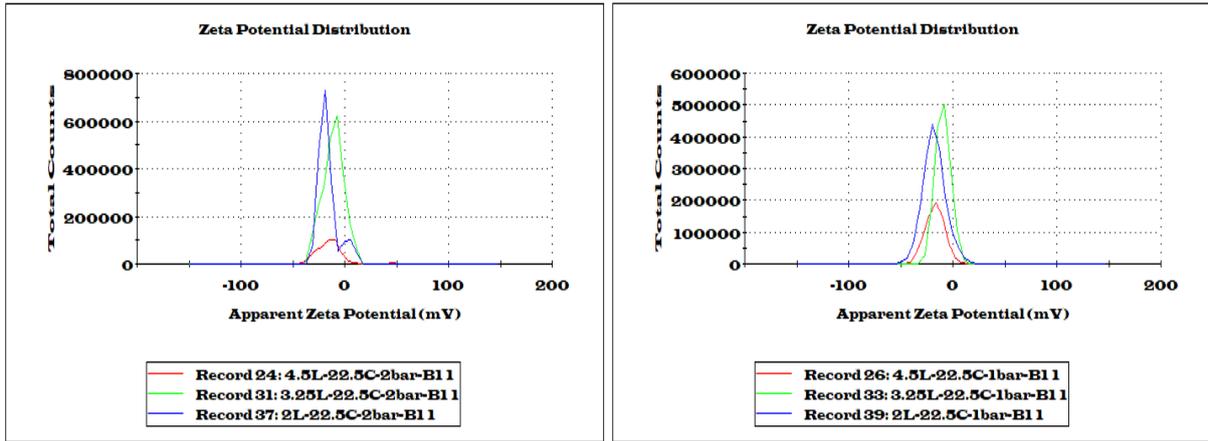


Figura 62. Efecto del flujo en el potencial ZETA a 22,5 grados.

Fuente: Elaboración propia.

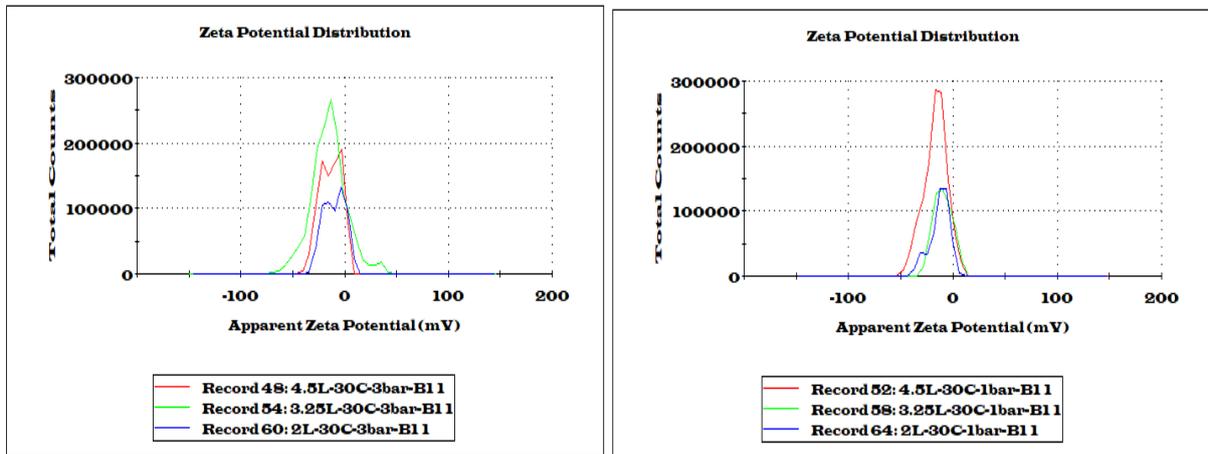


Figura 63. Efecto del flujo en el potencial ZETA a 30 grados.

Fuente: Elaboración propia.

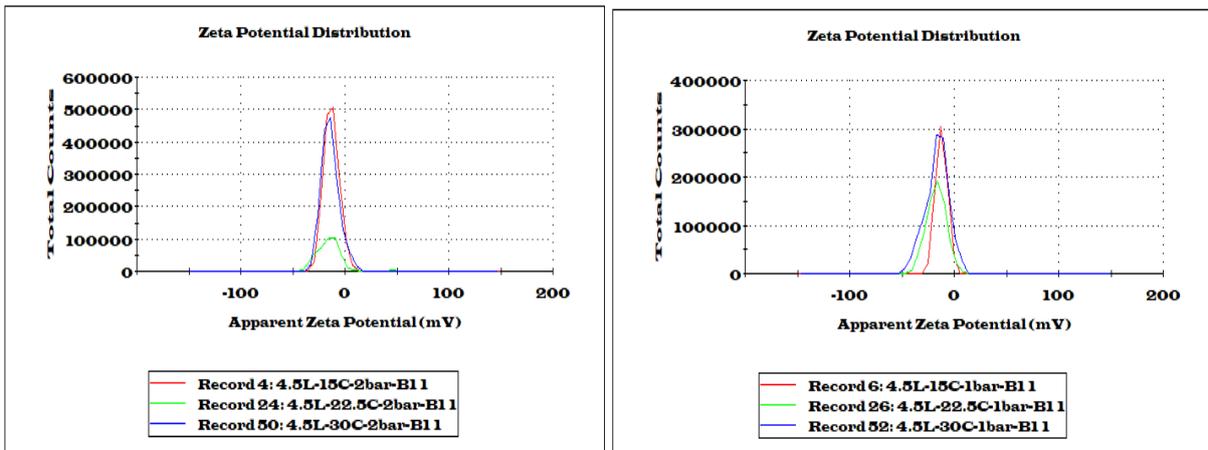


Figura 64. Efecto de la temperatura en el potencial ZETA a 1,041 m/s.

Fuente: Elaboración propia.

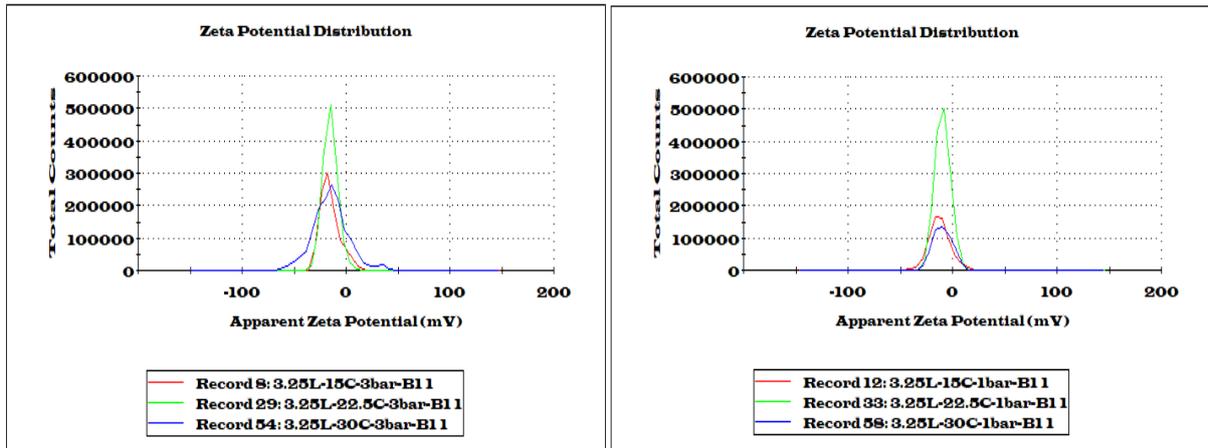


Figura 65. Efecto de la temperatura en el potencial ZETA a 0,752 m/s.

Fuente: Elaboración propia.

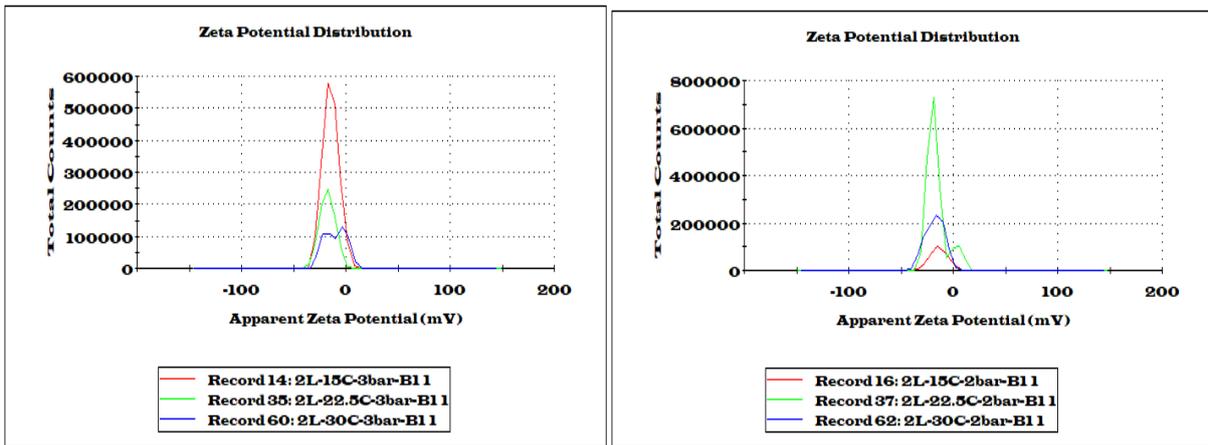


Figura 66. Efecto de la temperatura en el potencial ZETA a 0,463 m/s.

Fuente: Elaboración propia.

Características e imágenes de los equipos utilizados en el trabajo.

Sanitary Ultrafiltration Spiral-Wound Element: **ST (PES 10kDa)**

Synder Filtration's Ultrafiltration Elements offer an optimal combination of both flux and rejection in a comprehensive range of MWCO's. Contact us today to learn more about our complete line of membrane products and services.

STANDARD SERIES BENEFITS

- Conforms to 3-A, FDA, and USDA sanitary standards
- Widest range of UF MWCO's available
- Good resistance to pH and temperature
- High resistance to fouling
- Customizable dimensions for unique housings

RECOMMENDED OPERATING PARAMETERS

Operating Parameters	
Maximum Temperature	55°C (131°F)
pH Range @ Max Temperature	3-9
pH Range @ Ambient Temperature	2-10

Pressure	PSI	Bar
Max Inlet Pressure	120	8.3
Min Outlet Pressure	10	0.7
Max Differential Pressure per Element	18	1.2
Max Permeate Backpressure	5	0.3

Note: Soft start on boost pumps required to minimize pressure/flow shocks to elements.

Cleaning Parameters	
Maximum Temperature (Short term <30min)	50°C (122°F)
pH Range @ Max Temperature	2-11
pH Range @ Ambient Temperature	1.8-11

Chlorine	Norm ppm	Max ppm
Free Chlorine During Operation	0	<0.1
Chlorine During CIP at pH10.8-11.0 and 50°C	150	180

Note: Maximum chlorine exposure for all elements is 30 minutes per day at pH and temperature conditions listed above.

Dairy Product Total Solids Limits	Feed Spacer (in mils)			
	31	46	65	80
Sweet Whey Max. T.S.	15	25	28	30
Acid Whey Max. T.S.	15	24	26	28
Skim Milk Max. T.S.	14	24	26	28
Whole Milk Max. T.S.	15	30	33	35

Note: Trials should be made to determine temperature and viscosity effects.



COMMON APPLICATIONS

- Whey protein concentrate & isolate production
- Gelatin concentration
- Beverage clarification
- Enzyme concentration

CONTACT US



4941 Allison Parkway
Vacaville, CA 95688, USA
Phone: 1 (707) 451-6060
Fax: 1 (707) 451-6064
Email:
sales@snyderfiltration.com

All inquiries will be responded to by a Synder employee personally within 24 hours.



Ilustración 9. Características de la membrana de UF Synder Filtration.



Ilustración 10. Membrana de UF al finalizar todos los experimentos.

Fuente: Elaboración propia.

Tabla 18. Características de operación de los filtros pretratamiento Cintropur.

Característica	Valor
Diámetro de conexión	¾" o 1"
Caudal medio (m ³ /h)	5,5
Presión (bar)	10
Presión máxima (bar)	16
Temperatura (°C)	50
Peso (Kg)	1,2
Tela filtrante	25 μ
Superficie de filtración (cm ²)	450

Fuente: Cintropur filters.



Ilustración 11. Filtros de pre-tratamiento utilizados en el trabajo.

Fuente: Elaboración propia.



Struttura:
Corpo e campana in poliestere.

Elemento:
Rete in acciaio inossidabile. 125 micron*.

Portata massima:
120 l/min.

Pressione di esercizio massima: 7 bar.

Filettatura: G1.
*Per sottili filtranti diversi consultare Parker Filtration

Nota: Quando si utilizza con acqua proteggere dal congelamento.

Temperatura di esercizio:
da -30°C a +80°C.
(acqua +60°C).

Guarnizione di tenuta:
Nitrile.

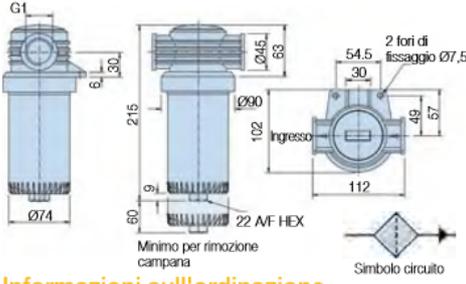
Coppia di serraggio campana:
12 Nm.

Nota serraggio campana:
Si consiglia l'utilizzo di una chiave ad anello o tenaglia.

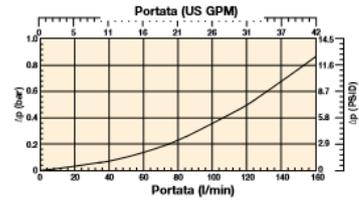
Direzione di flusso:
Dall'esterno all'interno.

Peso:
0,5 Kg.

Dettagli di installazione



Curva portata/perdita di carico del filtro completo
Viscosità dell'olio 30 cSt Densità relativa 0,856



Informazioni sull'ordinazione

Tabella prodotti standard

Codice	Sostituisce	Filettatura BSP	Dispositivo	Micron	Peso	Elementi di ricambio
IL761151	IL.1151	1	Olio	125	0.5	R.76115
IL761251	IL.1251	1	Acqua	125	0.5	R.76125

Nota 1: I prodotti contrassegnati da codici in neretto garantiscono una selezione di prodotto "standard".
Nota 2: Per la selezione di caratteristiche di prodotto non visualizzate è necessario contattare Parker Filtration per verificarne la disponibilità.



208

Parker Hannifin
Hydraulic Filter Division Europe
FDHE200IT, Sezione 30

Ilustración 12. Datos del filtro Parker protección de la membrana.



Ilustración 13. Conos Imhoff para la obtención de sólidos en suspensión.

Fuente: Elaboración propia.



Ilustración 14. Módulo de ultrafiltración utilizado en el presente trabajo.

Fuente: Elaboración propia.





Model: [3CP1241](#)
3CP PLUNGER PUMP

Specs

Max Flow:	3.6 gpm
Min Pressure:	100 psi
Max Pressure:	2000 psi
Inlet Port Size:	0.5
Discharge Port Size:	0.37
RPM:	1725
Drive Type(s):	Direct
Material:	Stainless Steel (SS)

Ilustración 15. Datos de la bomba utilizada en el presente trabajo.

Tabla 19. Parámetros del manómetro de la planta de UF.

Característica	Valor
Tamaño (mm)	50
Temperatura (°C)	-40 hasta 60
Error	± 0,4% por cada 10°C
Presión max.	15 bares

Fuente: Wika instruments



Ilustración 16. Manómetro utilizado en el presente trabajo.

Fuente: Elaboración propia.

Tabla 20. Parámetros del caudalímetro de la planta de UF.

Característica	Valor
Rango de flujo (Lpm)	1-20
Presión max. (psig)	100
Temperatura max. (°C)	65
Precisión	± 3% de la escala mayor

Fuente: Key Instruments

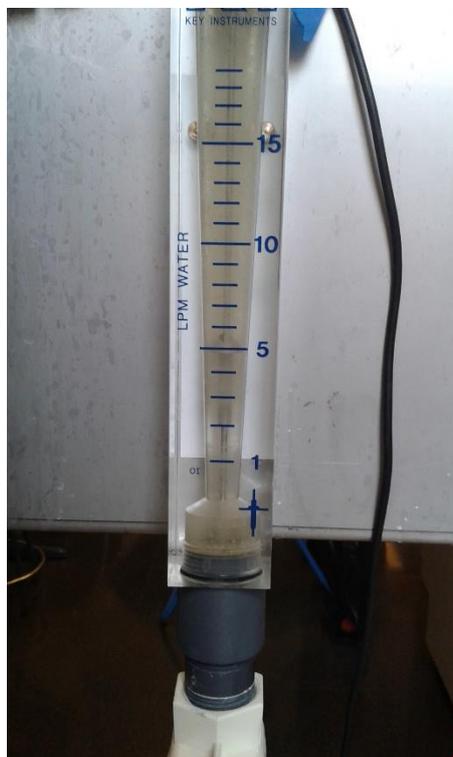


Ilustración 17. Caudalímetro utilizado en el presente trabajo.

Fuente: Elaboración propia.

Tabla 21. Parámetros del filtro de resina para obtener agua desionizada.

Característica	Valor
Peso (g)	1000
Presión max. (bar)	8,6
Caudal max. (Lpm)	0,5
Temperatura max. (°C)	38

Fuente: FT line filters



Ilustración 18. Filtros de resina utilizados para la obtención de agua desionizada.

Fuente: Elaboración propia.

Tabla 22. Parámetros de la membrana de osmosis inversa para obtener agua desionizada.

Característica	Valor
Salinidad max. (mg/L)	2000
Presión (bar)	2,8-6
Volumen (m ³)	0,11
Temperatura (°C)	4-38

Fuente: Blue Tide membranes



Ilustración 19. Membranas de osmosis inversa utilizados para la obtención de agua desionizada.

Fuente: Elaboración propia.

Tabla 23. Parámetros del turbidímetro.

Característica	Valor
Rango (NTU)	0-9,99/ 10-99,99/ 100-999,9
Precisión	± 2% escala 1 y 2, ± 3% escala 3
Volumen muestra min. (ml)	5
Peso (Kg)	2

Fuente: Dinko instruments



Ilustración 20. Turbidímetro utilizado en el presente trabajo.

Fuente: Elaboración propia.

Tabla 24. Parámetros del conductímetro y pH-metro.

Característica	Valor
Rango (μS)	0,01-1000
pH	-2-16
Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)	-20-150
Sólidos totales disueltos (g/L)	0-500
Error	< 0,5%

Fuente: Crison instruments



Ilustración 21. Conductímetro y pH-metro utilizados en el presente trabajo.

Fuente: Elaboración propia.

Tabla 25. Parámetros del Zetasizer Nano Z.

Característica	Valor
Tamaño partícula	0,3nm-10 micrones (diámetro)
Sensibilidad	0,1 mg/mL
Potencial ZETA	3,8nm-100 micrones (diámetro)
Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)	10-35
Humedad (%)	35-80

Fuente: Malvern instruments