

Estudio de la ULTRAFILTRACIÓN DIRECTA asistida por coagulación-floculación para depuración de aguas residuales domésticas.

Grado en Ingeniería Química Industrial

Autor: Miguel Ángel González Bautista

Tutores: Luisa M^a Vera Peña, Ignacio Ruigómez Sempere

Curso: 2018-2019

Departamento de Ingeniería Química y Tecnología Farmacéutica

Escuela Superior de Ingeniería y Tecnología

Universidad de La Laguna

Índice

	Pág.
0. Resumen/Abstract.....	5
1. Introducción.....	8
1.1. Problemática de las aguas residuales.....	8
1.1.1. Aguas residuales destinadas a Dominio Público Hidráulico (DPH).....	10
1.1.2. Aguas residuales destinadas a costas.....	11
1.2. Tendencia de las tecnologías de tratamiento de aguas residuales.....	13
1.2.1. Tecnologías convencionales.....	14
1.2.2. Tecnologías alternativas.....	18
1.3. Coagulación-Floculación-Sedimentación.....	19
1.4. Ultrafiltración directa (UFD) y su aplicación al tratamiento de aguas residuales urbanas.....	22
1.5. Membranas en el tratamiento de aguas residuales.....	25
1.6. Membranas de ultrafiltración directa (UFD).....	27
1.6.1. Características (densidad de flujo, presión transmembrana y permeabilidad)	29
1.7. Ensuciamiento de las membranas.....	30
1.8. Métodos de limpieza de las membranas.....	32
1.8.1. Limpieza física.....	33
1.8.2. Limpieza química.....	34
2. Objetivos.....	38
3. Materiales y Métodos.....	40
3.1. Descripción de la instalación experimental.....	40
3.2. Alimentación: Agua residual doméstica.....	43
3.3. Coagulación-Floculación-Sedimentación.....	43
3.4. Alimentación pre-clarificada por Coagulación-Floculación-Sedimentación.....	44

3.5.	Caracterización de la membrana.....	45
3.6.	Métodos de caracterización de la alimentación y del permeado.....	45
3.6.1.	Demanda química total y soluble.....	45
3.6.2.	Carbono orgánico total.....	46
3.6.3.	Sólidos suspendidos totales.....	46
3.6.4.	Sólidos suspendidos volátiles.....	47
3.6.5.	pH.....	47
3.6.6.	Conductividad.....	47
3.6.7.	Turbidez.....	47
3.7.	Modos de filtración.....	48
3.7.1.	Flujos escalonados.....	48
3.7.2.	Flujos continuos.....	48
3.8.	Limpieza de la membrana.....	49
4.	Resultados y Discusión.....	51
4.1.	Caracterización de la Coagulación-Floculación- Sedimentación.....	51
4.2.	Experimentos de flujo escalonado.....	65
4.2.1.	Experimentos de flujo escalonado con agua residual doméstica sin pre-clarificar.....	67
4.2.2.	Experimentos de flujo escalonado con agua residual doméstica pre-clarificada por Coagulación-Floculación- Sedimentación.....	70
4.3.	Experimentos de flujo continuo con agua pre-clarificada...	72
4.4.	Rendimiento de separación.....	78
5.	Diseño de una planta piloto de ultrafiltración directa con coagulación previa.....	82
6.	Conclusiones/Conclusions.....	88
7.	Bibliografía.....	92

0. Resumen/Abstract.

Resumen:

Desde hace algunos años, se viene planteando el interés por sistemas alternativos a las estaciones tradicionales de depuración de aguas residuales de lodos activados por tecnologías más sencillas y que requieran un menor espacio a la hora de su instalación. Además de necesitar grandes espacios, las tecnologías tradicionales presentan algunos inconvenientes cuando el agua de alimentación varía continuamente; dándose en ocasiones el caso de no conseguir los resultados óptimos para su correcto vertido o reutilización.

Es por ello por lo que se ha planteado el estudio de una tecnología novedosa, la ultrafiltración directa (UFD) acompañada de un pretratamiento. Este sistema de depuración se adapta ante los cambios que pueda sufrir el agua residual y, los resultados obtenidos para los parámetros más significativos (DQO, SST, Turbidez...) son mejores que los obtenidos con las tecnologías convencionales, pudiéndose lograr la reutilización de la mayor parte del agua tratada. Sin embargo, presenta el inconveniente del ensuciamiento de las membranas, lo que produce una disminución del flujo o un aumento de la presión con el tiempo.

Por eso, el presente TFG se ha centrado en el estudio a escala laboratorio de la UFD aplicada a un agua residual doméstica pretratada mediante coagulación-floculación-sedimentación. Este estudio ha analizado diferentes condiciones de pretratamiento y filtración con el fin de hallar las óptimas y definir el mejor tratamiento de limpieza física para limitar el ensuciamiento de la membrana, y prolongar el tiempo de operación. Más concretamente, se ha estudiado la aplicación de un módulo de membrana rotatorio de UFD y su combinación con limpieza mediante retrolavado y relax.

Abstract:

From some years now, the interest in alternative systems to conventional wastewater treatment facilities by activated sludge has been raised. This interest has been focused on simpler technologies with lower space requirements. On the other hand, conventional treatment technologies show some drawbacks under overloading or fluctuating events resulting in effluent unaccomplished for proper disposal or reuse.

In this framework, direct ultrafiltration (DUF) assisted by physical-chemical pre-treatment, has been proposed by previous studies. This treatment system can adapt to quality and quantity changes in wastewater and the final quality of the effluent can be better than those obtained by conventional technologies. However, the main drawback of this technological option is membrane fouling, causing flux decrease and over- pressure along the time.

The current academic work has studied at lab-scale the DUF process of pre-treated domestic wastewater by coagulation-flocculation-sedimentation. This study has analysed different pre-treatment and filtration conditions in order to stablish the optimal ones and define the best physical cleaning method for limiting membrane fouling, and prolong net operating time. More specifically, the application of a DUF by rotating membrane hollow-fiber module and its combination with backwash cleaning and relaxation has been studied.

1. Introducción.

Los estudios experimentales llevados a cabo en el marco del presente Trabajo de Fin de Grado (TFG) se han realizado según el plan de trabajo establecido en el proyecto de investigación: 2017REC25 - "Regeneración de espacios marinos y costeros de Canarias aplicando filtración por membranas a las aguas residuales" (MARFIL) desarrollado por el grupo de investigación "tratamiento y reutilización de aguas" de la ULL, y que está financiado por la Fundación Caja Canarias y Obra social La Caixa.

El proyecto "MARFIL" está enfocado al tratamiento de aguas residuales en Canarias que, una vez tratadas, tienen como destino tanto el dominio público hidráulico como el mar. Más concretamente, se centra en la investigación del uso de membranas como proceso de tratamiento para sustituir los tratamientos convencionales de las aguas residuales, con el fin de poder reducir el espacio necesario para la implantación de estas tecnologías.

En este TFG se han desarrollado estudios sobre la influencia de la velocidad de giro y el retrolavado en la ultrafiltración directa asistida por coagulación-floculación previa de agua residual doméstica. A partir de los resultados obtenidos se ha planteado un posible diseño de planta piloto compacta para experimentación en condiciones similares a las que se presenten en zonas de vertido con restricciones de espacio, a fin de minimizar el impacto de dichos vertidos.

1.1. Problemática de las aguas residuales.

Un agua residual es aquella que, debido a la acción humana (ya sea por uso doméstico, industrial, agrícola, su mezcla con cualquier corriente contaminada, etc.), se ha contaminado con agentes físicos, químicos o biológicos y es un peligro para el medio ambiente en caso de que se vierta sin ningún tratamiento, ya que puede alterar negativamente al ecosistema y a los seres vivos que lo habitan. Son un problema debido a la gran cantidad de microorganismos causantes de enfermedades, presentes en el intestino humano y en el intestino de los animales del sector ganadero, o también, procedentes de ciertos residuos químicos industriales: líquidos o sólidos [1].

Por esta razón es necesario una recogida y canalización de las aguas residuales controlada desde su punto de generación hasta su punto final de evacuación, pasando previamente por etapas de almacenamiento, tratamiento y eliminación de las sustancias contaminantes en la mayor medida posible.

Según la concentración de cada parámetro indicador del nivel de contaminación de las aguas residuales domésticas, estas se clasifican como fuerte, débil o de media contaminación. En la siguiente tabla se presentan los valores exhibidos por los parámetros más representativos y que se consideran a lo largo del presente trabajo.

Tabla 1.1 Composición típica de las aguas residuales Urbanas [1].

Parámetros	Concentración en (mg/L)		
	Débil	Media	Fuerte
Sólidos Totales (ST)	350	720	1200
Sólidos Disueltos Totales (SDT)	250	500	850
Sólidos Disueltos Fijos (SDF)	145	300	525
Sólidos Disueltos Volátiles (SDV)	105	200	325
Sólidos en Suspensión (SS)	100	220	350
Sólidos en Suspensión Fijos (SSF)	20	55	75
Sólidos en Suspensión Volátiles (SSV)	80	165	275
Demanda Bioquímica de Oxígeno, 5 días (DBO ₅)	110	220	400
Carbono Orgánico Total (TOC)	80	160	290
Demanda Química de Oxígeno (DQO)	250	500	1000
Nitrógeno total (en la forma N)	20	40	85
Fósforo total (en la forma P)	4	8	15
Grasas	50	100	150

Una vez aplicado el tratamiento necesario, las aguas residuales domésticas pueden ser vertidas a dos destinos diferentes:

- Dominio público hidráulico.
- Al mar.

1.1.1. Aguas residuales destinadas a dominio público hidráulico (DPH).

El Dominio Público Hidráulico (DPH) se puede definir como el conjunto de acumulaciones de las siguientes aguas [2]:

- Las aguas continentales, tanto las superficiales como las subterráneas renovables con independencia del tiempo de renovación.
- Los cauces de corrientes naturales, continuas o discontinuas.
- Los lechos de los lagos y lagunas y los de los embalses superficiales en cauces públicos.
- Los acuíferos, a los efectos de los actos de disposición o de afección de los recursos hidráulicos.
- Las aguas procedentes de la desalación de agua de mar.

Una vez definido lo que es el dominio público hidráulico, las aguas residuales tratadas y que tienen como destino final cualquiera de los lugares anteriormente mencionados, deberán tener una serie de características finales para su correcta disposición.

Los valores que se establecen para el correcto vertido al DPH a nivel de Canarias son los siguientes [3]:

Tabla 1.2. Valores máximos en vertidos a DPH [3].

Parámetro	Valor
Demanda Biológica de Oxígeno (DBO ₅)	Menor de 30 (mg/L)
Materias sedimentables	Menor de 0,5 (mg/L)
Sólidos en suspensión (SS)	Menor de 30 (mg/L)
Demanda química de oxígeno (DQO)	Menor de 160 (mg/L)
pH	Entre 5,5 y 9,5
Contaminación bacteriológica <i>E. Coli.</i>	Menor de 1000/100 (mL)
Fósforo total	10 (mg/L)
Nitrógeno total	Amoniacaco 15 (mg/L); N. Nítrico 10 (mg/L)

1.1.2. Aguas residuales destinadas a costas.

En relación a las aguas residuales o depuradas que serán enviadas al mar, la ley 22/1988, de 28 de Julio, de costas, establece el régimen jurídico aplicable a los vertidos en dominio público marítimo terrestre, disponiendo en su artículo 57.1 que todos los vertidos que se realicen tierra-mar requieren la autorización de la Administración competente. Esto quiere decir que los vertidos tierra-mar serán controlados por cada Comunidad Autónoma para sus costas específicas [4].

A nivel de Canarias, hay que hacer una solicitud de autorización de vertidos tierra-mar (AVM). Con el fin de conseguir esta autorización se tienen que realizar una serie de pasos [5]:

1. Inicio: En este paso se presenta la solicitud AVM (Dirección general de protección de la naturaleza de la consejería de política territorial, sostenibilidad y seguridad del Gobierno de Canarias) y hay un plazo de 10 días para corregir aquellos posibles errores que pueda haber.
2. Instrucción: En esta fase se completa el proyecto técnico con un plazo de 10 días para subsanar posibles errores. Además, tiene lugar el trámite de información pública (20 días) y un periodo de consultas (10 días).
3. Finalización: Aquí se comunica la resolución de la petición.

Los vertidos al mar se pueden realizar a dos tipos de zonas generales:

- Zonas costeras o continentales.
- Zonas destinadas a baño.

Por lo general, y según impone la Comunidad Autónoma de Canarias para las aguas residuales urbanas (ARU), el tratamiento previo a la expulsión al mar de las aguas negras dependerá de la aglomeración urbana, es decir, a mayor cantidad de personas mayor nivel de tratamiento exigido [6]:

Tabla 1.3. Tratamiento según el tamaño de la aglomeración humana [5].

Tamaño Aglomeración Humana	Tipo de Tratamiento
<10.000 (h-e).	Adecuado.
>10.000 (h-e).	Secundario o equivalente.
>10.000 (h-e) en zona sensible.	Más riguroso que el secundario.

Es más, si se realiza un tratamiento secundario o equivalente se deberán cumplir los parámetros impuestos en el RD 509/1996 [5]:

Tabla 1.4. Valores máximos en vertidos al mar [6].

Parámetros	Valor	Porcentaje de reducción
Demanda Biológica de Oxígeno (DBO ₅)	25 (mg/L)	70-90
Demanda Química de Oxígeno (DQO)	125 (mg/L)	75
Sólidos en suspensión (SS)	35 (mg/L)	90
Fósforo Total	2 (mg/L); 1 (mg/L) para más de 100.000 (h-e)	80
Nitrógeno Total	15 (mg/L); 10 (mg/L) para más de 100.000 (h-e)	70-80

Por otra parte, haciendo hincapié en las aguas destinadas a zonas de baño, podemos diferenciar dos zonas (Aguas continentales; Aguas costeras y de transición), y para ellas, los únicos valores que se imponen son los parámetros sanitarios que deberán tener los vertidos [7].

Vertidos en aguas continentales:

Tabla 1.5. Parámetros sanitarios para aguas continentales [7].

Parámetros	Calidad			Unidad
	Suficiente	Buena	Excelente	
Enterococos intestinales	330	400	200	UFC o NMP/100 mL
<i>Escherichia Coli</i>	900	1000	500	UFC o NMP/100 mL

Vertidos en aguas costeras y de transición:

Tabla 1.6. Parámetros sanitarios para aguas costeras y de transición [7].

Parámetros	Calidad			Unidad
	Suficiente	Buena	Excelente	
Enterococos intestinales	185	200	100	UFC o NMP/100 mL
<i>Escherichia Coli</i>	500	500	250	UFC o NMP/100 mL

1.2. Tendencia de las tecnologías de tratamiento de aguas residuales.

A lo largo de los años, el proceso de depuración de aguas residuales (urbanas, agrícolas, industriales...) se ha realizado por lo general, aplicando la misma tecnología. Esto es que, la mayoría de las instalaciones de depuración de aguas residuales en Canarias son de lodos activos. Y aunque en la mayoría de los casos se alcanzan los valores impuestos por ley, como límites permitidos de los parámetros característicos de un agua para poder ser vertida, actualmente y desde hace unos años, se están desarrollando e implantando nuevas tecnologías y nuevos esquemas o procesos en el tratamiento de las aguas residuales adaptadas a cada caso específico.

Las tecnologías convencionales de tratamiento se basan en el siguiente esquema [8]:

Pretratamiento: Es el proceso de eliminación de aquellos constituyentes que puedan ocasionar problemas de mantenimiento o averías en los equipos posteriores o auxiliares (eliminación de sólidos gruesos, grasas y aceites, materia en suspensión gruesa...).

- Tratamiento primario: Proceso de eliminación de una fracción de la materia en suspensión y de la materia orgánica presente en el agua residual.
- Tratamiento secundario: Este tratamiento está enfocado a la eliminación del resto de la materia en suspensión y de los compuestos orgánicos biodegradables.
- Tratamiento terciario o tratamiento avanzado: Es el proceso necesario, más allá del tratamiento secundario, para la eliminación de compuestos que

requieren acciones específicas (sustancias tóxicas, exceso de materia orgánica o coloides, nutrientes,...).

Pero hay que decir que este esquema varía cuando se trata de aplicarlo a localizaciones con restricciones en cuanto a disponibilidad de terreno y con el objeto de minimizar problemas como: olores desagradables y ruidos cerca de las viviendas, etc. En este ámbito, se han empezado a implantar tecnologías más modernas como los biorreactores de membrana, filtración directa a través de membranas, oxidación avanzada, etc. que proporcionan una serie de ventajas [9]:

- Reducción del espacio necesario.
- Mejora del impacto ambiental (olores que se desprenden de la planta durante el tratamiento, eliminación de nutrientes, etc.).
- Mayor eficacia en el tratamiento (agua de más calidad al final del proceso).

1.2.1. Tecnologías convencionales.

De todas las tecnologías aplicadas en tratamientos convencionales, los más utilizados son, siguiendo el esquema nombrado anteriormente (apartado 1.2), las siguientes [10] [11]:

Pretratamiento:

- Sistema de rejas o Desbaste.

Este sistema se encarga de evitar la entrada de sólidos gruesos a la planta de depuración que puedan ocasionar fallos o problemas en el proceso. Se basa en un sistema de rejas dispuestas de forma horizontal o vertical, que se colocan en el canal de entrada de agua a la planta de manera que, a lo largo de la canalización de entrada se van colocando rejas con diferentes aberturas entre barrotes para ir reteniendo los sólidos de forma gradual:

- Gruesas: entre 5 y 15 (cm) de separación entre barras.
- Medias: entre 1,5 y 5 (cm) de separación entre barras.
- Finas: <1,5 (cm) de separación entre barras.

En cada zona de rejillas se dispondrá de un sistema de limpieza manual o automática. El manual consistirá en que un operario retire los sólidos y, el automático, consistirá en una rasqueta automatizada que se encargará de retirar los sólidos cada cierto tiempo.

- Desarenado.

El proceso de desarenado tiene como misión eliminar las partículas sólidas que no hayan sido retenidas en el desbaste y tengan un tamaño superior a 200 micras (arenas, semillas, cáscaras...).

- Flotación.

La tecnología de Flotación se realiza normalmente para la separación de sólidos y grasas del agua residual.

Para realizar dicha separación se suele recurrir a la diferencia de densidades. Las sustancias con densidad menor a la del agua se desplazarán a la superficie (grasas) donde serán separadas. Las sustancias con mayor densidad que el agua se desplazará al fondo, donde también serán retiradas. En ocasiones se inyecta aire para favorecer la separación.

Estos procesos se realizan en un tanque dimensionado adecuadamente y con el tiempo de residencia adecuado para que la separación forzada o por densidades tenga lugar.

Tratamiento Primario:

- Tamizado.

El tamizado es un proceso que puede ubicarse tanto en el pretratamiento como en el tratamiento primario. Se trata de un procedimiento de filtrado del agua a través de un tamiz para la separación de sólidos con un diámetro mayor al paso del tamiz. Podemos encontrar:

- Macrotamizado (el paso varía de 0,2 mm hasta varios cm).
- Microtamizado (el paso es menor a 100 micras)

Por otro lado, los tamices pueden estar dispuestos de diferentes formas, dando lugar a los tamices rotatorios, tamices vibratorios, tamices en cascada, etc.

- Decantación o sedimentación.

La decantación consiste en un proceso de separación por acción de la gravedad. Básicamente, los decantadores primarios son tanques grandes de sección circular o rectangular (mayoritariamente circulares) donde el fondo posee una pequeña inclinación hacia las zonas de desagüe de lodos.

Para tener una sedimentación mejorada es necesario disminuir bastante la velocidad y distribuir la entrada de agua de forma homogénea, para evitar las zonas muertas en el decantador. Para ello, la entrada de agua se realiza por la zona central, desde donde se reparte.

Tratamiento Secundario:

- Tecnologías intensivas:
 - Lodos activos.

Se trata de un proceso biológico o bioproceso de cultivo en suspensión para eliminar la materia orgánica carbonosa. Su nombre proviene de la producción de una masa activada de microorganismos capaz de estabilizar un residuo por vía aerobia. Cabe destacar que parte de los lodos que se generan en el proceso de descomposición son recirculados al reactor para mantener la biomasa disponible y la velocidad de reacción. El proceso de lodos activos consta de una cuba aireada mediante difusores de aire o agitación donde las bacterias y microorganismos oxidan la materia orgánica y sólidos suspendidos, generando lodos. Después del reactor (cuba aireada) el agua residual tratada pasa a un decantador secundario. Aquí mediante la acción de la gravedad, se separan los lodos del agua clarificada y se recircula parte de dichos lodos al reactor biológico.

Como se ha indicado con anterioridad, el reactor biológico necesita aireación. Esta puede ser por difusores colocados a lo largo del reactor o por medio de la agitación. De estas dos formas de aireación, la más efectiva es a través de difusores, ya que se evitan las posibles zonas muertas que se generan habitualmente en un sistema de agitación.

El proceso de lodos activados depende principalmente de las siguientes variables de operación:

- Origen y características de la alimentación.
- Concentración de la alimentación (materia orgánica).

- Turbulencia.
- Temperatura.
- Tiempo de aeración.
- Concentración de lodos.

Con respecto a los microorganismos de este proceso, estos pueden ser:

- Bacterias: *Pseudomonas*, *zoogloea*, *flavobacterium*, *nitrosomas*...
- Bacterias filamentosas: *Sphaerotilus*, *thiotri*, *leccotrix*...
- Protozoos
- Rotíferos.

Las bacterias filamentosas pueden ocasionar problemas como es el *bulking* (esponjamiento filamentosos) o el *foaming* (generación de espumas biológicas). Para solucionar el *bulking* se suele airear de forma que no se generen zonas muertas y, en el caso del *foaming*, se suele disminuir la aireación para evitar la formación de espumas.

- Filtros percoladores o lechos bacterianos.

Los filtros percoladores son un sistema de depuración biológica aerobia que se basa en adherir las bacterias que descomponen la materia orgánica a un lecho poroso no sumergido. Para tratar el agua, esta se hace pasar a través de este lecho, donde al entrar en contacto con las bacterias, se lleva a cabo el proceso de descomposición biológica. Esta alimentación de agua residual debe ser de forma homogénea (en forma de lluvia) en todo el diámetro del filtro. Por otro lado, en la parte inferior del lecho se abren unas compuertas que permiten la aireación mediante efecto chimenea.

En ocasiones, estas tecnologías se han sustituido por tecnologías denominadas "extensivas" en aglomeraciones de pequeño tamaño o apartadas de las redes principales de saneamiento y las correspondientes Estaciones Depuradoras de Aguas Residuales comarcales (EDAR). Las más habituales son:

- Fosas sépticas.
- Lagunaje artificial
- Humedades artificiales.

Sin embargo, estas tecnologías presentan una relación *superficie/población servida* muy superior al de las EDAR convencionales de lodos activos. Por eso,

frente a estas opciones tecnológicas se presentan alternativas como los biorreactores de membrana (MBRs) y la ultrafiltración directa (UFD).

1.2.2. Tecnologías alternativas.

Estas tecnologías alternativas persiguen simplificar los procesos convencionales de depuración de aguas residuales.

- MBRs

Un biorreactor de membrana se puede definir como la combinación de dos procesos: degradación biológica y separación por membranas, en donde los microorganismos y los sólidos en suspensión son separados del agua mediante un proceso de filtración por membranas. Además, es un proceso totalmente aerobio, lo que evita la generación de malos olores [12].

Hay dos formas de operar en este tipo de tecnologías [10-12]:

- Membranas sumergidas en el reactor: los módulos de membranas están sumergidos en el tanque de reacción biológica y se obtiene el permeado a través de una succión ejercida por una bomba.
- Membranas fuera del reactor: primero ocurre la degradación biológica en el reactor y luego se hace pasar el agua a través de las membranas para producir el permeado.

Este tipo de procesos permite la retención de toda la materia particulada, elevadas edades de lodo (permite el desarrollo de especies de crecimiento lento), aumenta entre 3 y 5 veces la tasa de depuración de los tratamientos convencionales, el rendimiento no depende de las características del agua, etc.

- Oxidación avanzada.

Esta tecnología se encarga de eliminar los compuestos solubles no biodegradables del agua residual. Es la forma adecuada de tratar el agua residual cuando contiene recalcitrantes, tóxicos o materiales no biodegradables.

El proceso consiste en una oxidación química en condiciones suaves de temperatura y presión hasta la mineralización completa de los contaminantes presentes en el agua. Gracias a la alta reactividad de las especies contaminantes, es posible eliminar tanto compuestos orgánicos como inorgánicos, además de

eliminar toxicidad en las aguas residuales a tratar. Cabe destacar que el agente oxidante tiene una elevada capacidad oxidante y tiempo de reacción muy cortos [13].

1.3. Coagulación-Floculación-Sedimentación.

En el proceso de depuración es frecuente someter a las aguas residuales a un proceso físico-químico para aumentar la eficacia de separación del agua y sus contaminantes. La mayor parte de las impurezas se pueden separar por sedimentación, pero también hay sustancias o partículas demasiado pequeñas, que son imposibles de separar mediante este procedimiento, por lo que hay que añadir algún tratamiento adicional.

El tratamiento más utilizado es el de coagulación-floculación, seguido de una sedimentación posterior para separar ambas fases (sobrenadante y lodos), ya que nos permite un amplio abanico de ventajas: otorga la posibilidad de variaciones en el caudal o en la composición de contaminantes del efluente a la planta; proporciona flexibilidad en cantidad de coagulantes para diversos tipos de aguas a tratar, etc.

Este proceso está formado por dos etapas [14]:

- La coagulación es el proceso por el que los componentes de una suspensión son desestabilizados al superar las fuerzas que mantienen su estabilidad.
- La floculación es el proceso por el que las partículas desestabilizadas se unen para formar grandes partículas estables.

Dentro de los tipos de coloides que pueden estar presentes en un agua residual, observamos que se dividen en dos grandes grupos [15,16]:

- Coloides reversibles: Aquellos que son estables termodinámicamente (proteínas, micelas de jabón, etc.).
- Coloides irreversibles: Aquellos que no son estables termodinámicamente (arcillas, óxidos metálicos, etc.). Y estos a su vez en:
 - Coloides diuturnales. Agregación lenta.
 - Coloides caducos. Agregación rápida.

El proceso de coagulación se corresponde, en principio, a la agregación de los coloides irreversibles, más concretamente, la coagulación se utiliza para aumentar

la velocidad de anexión provocando la transformación de coloides diuturnales en coloides caducos. Para que se produzca este cambio es necesario romper las interacciones entre partículas y al mismo tiempo su estabilidad. Generalmente, la estabilidad de las partículas en el agua se debe a la correlación entre ellas por la acción de [15,16]:

- Fuerzas de London-Van der Waals.

Son fuerzas intermoleculares atractivas o repulsivas compuestas por las fuerzas de atracción de Keesom (entre moléculas polarizadas de forma permanente), fuerzas de atracción de Debye (entre una molécula polar y otra polar inducida) y por las fuerzas de dispersión de London (entre dos dipolos moleculares inducidos).

- Interacción eléctrica.

Las partículas pueden estar cargadas positiva o negativamente, aunque la mayor parte de los coloides de las aguas residuales desarrollan una carga negativa. Estas partículas cargadas negativamente, al acercarse sus capas difusivas, interaccionan y provocan la unión por este fenómeno eléctrico.

- Fuerzas de hidratación.

La aproximación de dos partículas hidratadas será difícil debido a una interacción repulsiva extra. Esta interacción extra, debida a la hidratación, se produce por la necesidad de deshidratación que permita un contacto real entre dichas partículas. Es una fuerza de estabilidad coloidal, sobre todo a altas fuerzas iónicas.

- Interacción hidrofóbica.

Se trata de una atracción entre superficies hidrofóbicas debida a la migración de las moléculas de agua hasta el seno de la disolución, donde no hay restricciones por puentes de hidrógeno y una energía libre menor. Los coloides que están presentes en el agua residual pueden presentar un cierto grado hidrofóbico produciéndose una atracción entre ellas.

- Interacción estérica.

Se debe a la adsorción de capas sobre la superficie de las partículas, especialmente de polímeros. Estos polímeros generan capas adsorbidas y, al entrar en contacto o al aproximarse a otras, se genera una gran estabilidad coloidal.

Como ha sido mencionado anteriormente, el proceso de coagulación se encarga de desestabilizar la suspensión, superando las fuerzas de unión entre partículas. Para ello, existen 4 mecanismos de desestabilización:

- Compresión de la capa difusiva.

Este mecanismo se basa en una interacción electrostática simple entre el coagulante (electrolitos indiferentes) y las partículas presentes en el agua. Los iones de carga parecida a la carga del coloide son repelidos y los contraiones son atraídos. La desestabilización tiene lugar gracias a los contraiones.

- Adsorción para neutralizar la carga.

Mecanismo dónde se añaden contraiones cargados positivamente con cierta afinidad a la superficie del coloide. Estos contraiones pueden adsorber y neutralizar las cargas de los coloides, provocando de esta manera la desestabilización necesaria.

- Inmersión en un precipitado.

Este mecanismo se basa en la realización de una precipitación rápida mediante cantidades suficientes de coagulantes como $Al_2(SO_4)_3$, $FeCl_3$, etc. Los coloides que están presentes en el agua residual pueden quedar atrapados dentro de los precipitados, conforme estos se van generando.

- Adsorción y enlace de puente entre partículas.

Mecanismo basado en la acción de polímeros orgánicos sintéticos como desestabilizadores. Este polímero se encarga de adsorber los grupos poliméricos presentes en la superficie de los coloides formando puentes entre partículas y polímeros y, de esa forma, romper su estabilidad coloidal.

Para este proceso físico-químico se pueden utilizar una gran variedad de tipos de coagulante que pueden ser clasificados en dos grandes grupos [15,16]:

- Orgánicos. Coagulantes naturales como los polímeros de origen microbiológico o de origen natural. Coagulantes sintéticos como los polímeros aniónicos, polímeros catiónicos o polímeros no iónicos.
- Inorgánicos. Coagulantes como las sales de aluminio, sales de hierro y la cal.

Muchas veces el proceso de coagulación falla o tiene problemas debido a flóculos muy pequeños o frágiles que se rompen durante la agitación. Para evitar este fenómeno se recurre a los coadyuvantes, sustancias añadidas al proceso de coagulación-floculación. Estas sustancias se encargan de mejorar el tratamiento, favoreciendo la unión de los flóculos o aumentando su densidad [15].

Una vez ha transcurrido el proceso de coagulación y las partículas están desestabilizadas, éstas tienden a agruparse entre sí, formando los llamados flóculos. Estos flóculos generados facilitarán la sedimentación posterior al tratamiento, debido a que al tener un mayor tamaño y peso sedimentarán con mayor facilidad. Finalmente, después de esperar un cierto tiempo para que transcurra la sedimentación con éxito, podrán diferenciarse las dos fases finales del tratamiento: el sobrenadante (agua clarificada debido a la acción del coagulante) y los lodos (materia orgánica y sólidos en suspensión sedimentados).

1.4. Ultrafiltración Directa (UFD) y su aplicación al tratamiento de aguas residuales urbanas.

La ultrafiltración directa se trata de un proceso de filtración a través de membranas capaces de retener aquellas especies de tamaños situados entre 0,1 y 0,001 μm [17]. En el tratamiento de aguas puede considerarse como una operación de clarificación y desinfección por membrana.

Este proceso de filtración se encuentra entre la micro y la nanofiltración debido a su diámetro de poro. Por lo general, estas membranas porosas tienen una estructura asimétrica con una capa mucho más densa (tamaño de poro pequeño y una menor porosidad), lo que produce una mayor resistencia hidrodinámica que las membranas de microfiltración. Por otro lado, es menos densa que las membranas de nanofiltración, pero éstas requieren una mayor aplicación de energía para realizar la separación [18].

La ultrafiltración transcurre a baja presión y es capaz de retener un gran número de sustancias contaminantes de las aguas residuales: como coloides, bacterias, partículas, algunos virus... [19].

A su vez, este proceso de filtración puede transcurrir en dos modos de operación distintos:

- Filtración frontal.

Es la filtración en la que el flujo es perpendicular a la superficie filtrante y con ausencia de esfuerzos cortantes. Como se puede apreciar en la *imagen 1.1-a*, en el transcurso de la filtración, las partículas con un mayor tamaño que quedan retenidas van formando una capa sobre la superficie filtrante. Esta capa originará problemas: el incremento de la resistencia al flujo y la disminución de la permeabilidad, lo que hace necesario la implantación de ciclos cortos de limpieza para operar correctamente [20].

- Filtración tangencial.

Es la filtración en la que el flujo transcurre de forma paralela a la superficie filtrante con la presencia de esfuerzos cortantes. Como se puede apreciar en la *imagen 1.1-b*, en el transcurso de la filtración las partículas retenidas no se aglomeran sobre la superficie filtrante. Este fenómeno tiene lugar porque el sentido del flujo ayuda a arrastrar estas partículas retenidas hasta retirarlas de la superficie de filtración [20].

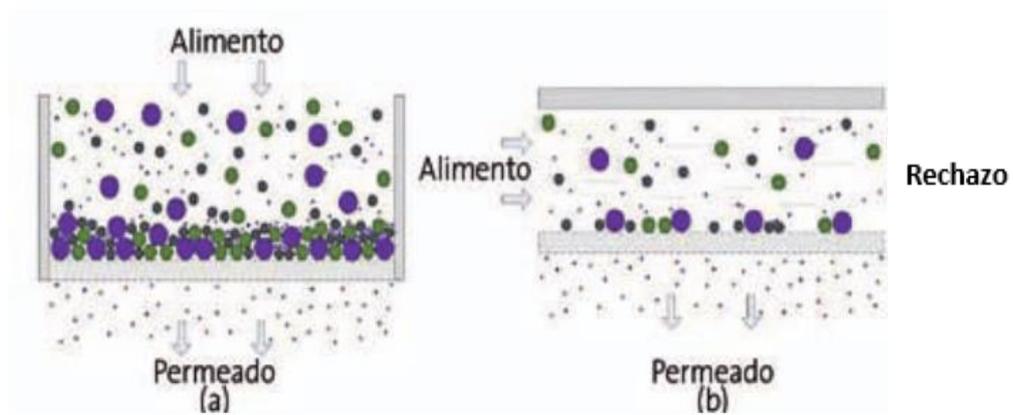


Figura 1.1. a) filtración frontal; b) filtración tangencial [21].

La incorporación de la ultrafiltración al tratamiento de aguas residuales surge sobre todo por la necesidad de reducción de espacio en las plantas de tratamientos, así como por la necesidad de mejorar la calidad final del efluente depurado. Esta última necesidad surge principalmente, porque los tratamientos convencionales no pueden tratar todo tipo de aguas residuales, ya que muchas veces estas contienen coloides o bacterias que no se pueden eliminar con dichos

tratamientos, por lo que es necesario un proceso terciario o avanzado para alcanzar el valor límite establecido de los parámetros. Pero la implantación de un tratamiento terciario por membrana en depuradoras convencionales implica un elevado coste para empresas y ayuntamientos.

En los últimos años se ha apostado por el uso de membranas de ultrafiltración en el seno de biorreactores de membrana (MBR). Aunque también pueden, y son utilizadas como tratamiento previo para otros procesos avanzados como la ósmosis inversa; o como mejora de la calidad del agua antes de verterla a las redes de saneamiento locales. Asimismo, en los últimos años se ha generado gran interés en el uso de la ultrafiltración directa tras el tratamiento primario básico (desbaste, cribado, desarenado y tamizado), debido a que permite reducir el número de etapas en el tratamiento. El tratamiento primario básico se encarga de eliminar los gruesos mayores presentes en las aguas residuales, para así poder aumentar la eficacia de separación de las membranas (reduciendo las posibilidades de ensuciamiento más rápido por efecto de los gruesos mayores).

Este interés en los últimos años, por usar las membranas para el tratamiento de aguas residuales, se debe a que se considera una técnica eficaz a la cual se le ha prestado una gran atención. El uso de membranas como sustitución al tratamiento secundario convencional proporciona una serie de ventajas [22]:

- Proporcionan una barrera permanente frente a las partículas suspendidas presentes en el agua sin que sea un condicionante su origen, es decir, en el tratamiento convencional de agua residual, para que tenga una mayor efectividad, es necesario que las partículas presentes en el agua puedan ser degradadas biológicamente o a través del proceso convencional elegido. Sin embargo, en el tratamiento mediante el uso de membranas no importa el tipo de degradación que necesiten, ya que se quedarán retenidas todas aquellas partículas con un tamaño mayor al tamaño de poro de la membrana.
- Actualmente, debido a la reducción de precio por el constante aumento de la demanda de las membranas y, con la aparición y desarrollo de nuevos materiales de membranas, el aplicar esta tecnología se puede hacer viable económicamente.

- La obtención de efluentes de calidad (aptos para su vertido tanto a DPH como al mar) y con una reducción de espacio considerable en comparación al uso de una EDAR o de algún método convencional.

A pesar de estas ventajas, la aplicación de las membranas de ultrafiltración tiene un problema: el ensuciamiento, por lo que, para tener un proceso eficaz, es necesario controlarlo (evitándolo o reduciéndolo) y realizar limpiezas de forma periódica.

1.5. Membranas en el tratamiento de aguas residuales.

Las membranas son materiales a través de los cuales unas sustancias pueden pasar más fácilmente que otras, siendo esta la base del proceso de separación. Más concretamente, la membrana actúa como una barrera (interfase) entre dos fases líquidas y permite el paso por diferencia de pesos moleculares y tamaño de partícula de una fase a otra, obteniendo como resultado, dos corrientes [23]:

- Permeado: Corriente sin contaminantes o con una concentración apreciablemente menor de contaminantes.
- Rechazo: Corriente con contaminantes acumulados que no pudieron atravesar la membrana.

Por ello, el tratamiento de aguas residuales mediante el uso de membranas consiste en hacer pasar el agua residual a través de una membrana para retener los contaminantes presentes en la alimentación. En los últimos años, el empleo de este tipo de procedimiento ha ido en aumento gracias a una serie de ventajas que aportan con respecto a los tratamientos convencionales:

- Alta selectividad.
- Menor volumen de espacio necesario.
- Aumento de la calidad de la corriente de salida.
- Menor coste energético.
- Mayor estabilidad frente a sobrecargas.

Es más, estudios realizados por *The Freedonia Group, Inc.*, indican un aumento anual en la venta de membranas de un 8,7 % en Estados Unidos y un 8,6 % a nivel mundial [24].

Las membranas semipermeables permiten el paso de ciertas sustancias bajo la acción de una fuerza impulsora y dependiendo del tipo de fuerza aplicada, podemos definir 4 tipos de procesos [25]:

- Procesos por diferencia de presión.
- Procesos por gradiente eléctrico.
- Procesos por diferencia de concentración.
- Procesos por diferencia de temperatura.

De estos 4 tipos de procesos hay que destacar 2: el proceso por diferencia de presión y por gradiente eléctrico, ya que son las fuerzas impulsoras que se aplican en el tratamiento de aguas residuales urbanas.

El proceso por diferencia de presión se basa en la aplicación de presión para forzar el paso del agua residual a través de la membrana, reteniendo en uno de los lados, todos aquellos contaminantes con tamaño superior al diámetro de poro de la membrana. La presión puede ser positiva o negativa, es decir, la presión puede ser aplicada en el sentido de la corriente (positiva), forzando al agua a pasar; o bien puede estar aplicada en contra de la corriente (negativa o a vacío), haciendo una succión del agua y haciéndola pasar a través de la membrana. En este tipo de procesos encontramos la microfiltración, la ultrafiltración, la nanofiltración y la ósmosis inversa.

Por otro lado, el proceso por gradiente eléctrico se centra en la utilización de membranas cargadas y en el empleo de energía eléctrica para que los iones fluyan de un lado a otro de la membrana. Aquí podemos encontrar procesos como la electrodiálisis.

Entre estos dos procesos, en el tratamiento de las aguas residuales, el más habitual es el de separación por gradiente de presión, debido a que es el método más rentable de realizar a grandes escalas.

Los distintos procesos de membrana por presión (microfiltración, ultrafiltración, nano filtración y ósmosis inversa) se diferencian entre sí por el diámetro de poro o la resistencia a la transferencia de materia en las membranas, tal y como se refleja en la siguiente tabla [16]:

Tabla 1.7. Procesos de separación por membranas más usuales [16].

Proceso de separación	Alimentación	Tamaño especies retenidas (μm)
Microfiltración	Líquida o gas	0,1-10
Ultrafiltración	Líquida	0,1-0,001
Nanofiltración	Líquida	0,001-0,0005
Ósmosis Inversa	Líquida	< 0,0005

Por otro lado, se pueden encontrar membranas de diversos materiales. De forma general, se dividen en dos grupos principales: las membranas orgánicas (acetatos de celulosa, aramidas, nylon...) y las membranas inorgánicas (sobre todo las membranas cerámicas). Entre estos dos grupos, las membranas orgánicas fueron las primeras en desarrollarse y las que a lo largo de los años se han usado con mayor frecuencia [19].

1.6. Membranas de ultrafiltración directa (UFD).

Las membranas de ultrafiltración, según su disposición con respecto al flujo y su geometría, pueden dar lugar a diferentes configuraciones. Dichas membranas suelen ir agrupadas en módulos y se utilizan para el tratamiento de aguas residuales bajo tres configuraciones de módulos variables [26], las cuales son:

- Módulo de membrana de placa plana.

En este tipo de módulos la posición de las membranas es parecida a los filtros-prensa, donde las membranas están dispuestas en placas separadas por espacios donde circula el agua residual.



Figura 1.2. Membranas de placa plana [27].

- Módulo de membrana tubular.

Este tipo de módulos se basa en la utilización por lo general, de un conjunto membranas cilíndricas constituidas por un soporte poroso sobre el que se deposita la superficie filtrante. Cabe destacar que estas membranas se encuentran alojadas en el interior de tubos (acero inoxidable o PVC), que pueden ser individuales o multicanal, con una oscilación de tamaño de entre 1 y 6 (m) de longitud y entre 10 y 25 (mm) de diámetro para poder ser operadas bajo presión.



Figura 1.3. Membranas tubulares [27].

- Módulo de membrana de fibra hueca.

En este tipo de módulos, las membranas se agrupan en forma de haz y se fijan a uno o dos cabezales con resina epoxi o poliuretano. De forma general, cada módulo contiene un gran número de membranas (entre 50 y 10.000) lo que le da una gran densidad de empaquetamiento.



Figura 1.4. Membranas de fibra hueca [27].

1.6.1. Características (densidad de flujo, presión transmembrana y permeabilidad).

La operación de las membranas se centra en 3 características principales:

- Densidad de Flujo de permeado.

El parámetro principal es la densidad de flujo (J), ya que sobre este factor se centra la respuesta del resto de variables en los procesos con membranas. La densidad de flujo de permeado define el volumen de permeado que pasa por una cierta superficie de la membrana y por unidad de tiempo [28] tal y como se muestra en la siguiente ecuación:

$$J \left(\frac{m^3}{m^2 \cdot s} \right) = \left(\frac{\text{Volumen de permeado}}{\text{Unidad de superficie y unidad de tiempo}} \right) = \frac{dV}{A \cdot dt}$$

Ecuación 1.1.

- Presión transmembrana (TMP).

Cuando se está realizando un proceso de filtración por membrana, a ambos lados de la misma (alimentación y permeado) existe una diferencia de presión. Esta diferencia de presión es la que se denomina TMP [28].

- Permeabilidad.

El parámetro de permeabilidad define el flujo de permeado que pasa por la membrana a una determinada presión. Indica la productividad estándar de una membrana [28].

De forma general, y teniendo en cuenta estos parámetros mencionados, se pueden considerar dos formas de operar en los sistemas de ultrafiltración:

- Flujo constante y TMP variable: cuando se trabaja a flujo constante, la atracción de las partículas hacia la membrana no disminuye, por lo que el ensuciamiento se acelera, dando lugar a un aumento considerable de la TMP.
- Flujo variable y TMP constante: cuando se trabaja a presión constante, al principio de la filtración se podrá observar un descenso rápido del flujo. Seguidamente, la velocidad de ensuciamiento disminuirá de forma progresiva hasta que J se estabilice.

1.7. Ensuciamiento de las membranas.

El ensuciamiento de las membranas es un tema importante, ya que es el aspecto clave a considerar a la hora de instalar un sistema de ultrafiltración para depuración de aguas residuales, pues limita la posibilidad de conseguir altos flujos de permeado durante largos períodos de tiempo. Esto puede llevar consigo un aumento de los costes y de complejidad en lo relativo a la implantación de los sistemas de ultrafiltración [17]. Por lo tanto, si se puede evitar o disminuir la probabilidad de ensuciamiento, conseguiremos un proceso mucho más eficaz y productivo.

El ensuciamiento es un fenómeno que ocurre por la presencia, en la alimentación, de sustancias que pueden interaccionar con la membrana absorbiéndose, precipitando en su superficie o penetrando en su interior, en cuyo caso son retenidas, disminuyendo de esta forma el diámetro del poro. Por lo que este hecho se puede definir como la deposición de microorganismos, coloides, precipitados orgánicos... lo que conlleva a un aumento de la presión transmembrana a lo largo del tiempo para mantener el mismo flujo de paso [12].

Al provocarse dicho aumento en la presión transmembra, también ocasiona a su vez, una disminución del flujo de permeado. Con el objetivo de mantener constante el flujo de permeado (a pesar del aumento de la TMP), aumentará el proceso de ensuciamiento; ocasionando problemas de oclusión-colmatación irreversible con la consecuencia de tener que sustituir la membrana.

Teniendo en cuenta las características que pueda tener el ensuciamiento, podemos considerar tres tipos de ensuciamiento [29]:

- Ensuciamiento reversible. Ensuciamiento característico de la deposición débil de contaminantes sobre la membrana. Este tipo de ensuciamiento se puede tratar mediante limpiezas físicas (relax, retrolavado...).
- Ensuciamiento irreversible. Tipo de ensuciamiento que únicamente podrá ser eliminado mediante la aplicación de métodos de limpieza química.
- Ensuciamiento permanente. Tipo de ensuciamiento que no puede ser tratado, la única forma de eliminarlo implica el reemplazamiento de la membrana.

Estos 3 tipos de ensuciamiento nombrados se pueden dar a partir de [30]:

- Materia biológica. Está compuesto por la formación y crecimiento de microorganismos (bacterias, algas...). Estos microorganismos, a su vez, pueden generar una degradación del material de la membrana.
- Materia orgánica. Está compuesto por la acumulación de materia orgánica (proteínas, polisacáridos y otras sustancias orgánicas solubles o coloidales) sobre la superficie de la membrana.
- Materia inorgánica: Está compuesto por la aglomeración en la membrana de materia inorgánica por la precipitación química de cristales inorgánicos o por la precipitación biológica de los compuestos inorgánicos-orgánicos.

Podemos decir que el ensuciamiento de las membranas depende de varios fenómenos externos [17]:

- Las condiciones de trabajo: pH, presión...
- Las características físicas de la membrana que se use en el proceso.
- Las características del agua residual que se esté tratando.

De forma general, se pueden distinguir dos formas que dan lugar a los ensuciamientos; ya sea por formación de torta o por obstrucción de los poros de la

membrana. Más concretamente, en el proceso de ultrafiltración, estos mecanismos de ensuciamiento pueden tener lugar, tanto por agregación como por adsorción.

La agregación se refiere a la acumulación, posterior a la adsorción, de partículas en la membrana. Este tipo de fenómeno es el que da lugar a la formación de capas en la superficie de la membrana (formación de torta) y suele ser reversible.

Por otro lado, la adsorción es el fenómeno que se refiere a la interacción directa existente entre la membrana y las partículas en suspensión en el agua residual a tratar. Además, este tipo suele dar lugar a ensuciamientos irreversibles o permanentes. Es decir, este tipo de fenómeno depende sobre todo de la química de la membrana, que puede tener una mayor o menor interacción con las partículas [17].

Entonces, si sabemos la naturaleza del agua residual a tratar, haciendo una buena elección de la membrana y cambiando las condiciones hidrodinámicas, podemos evitar ensuciamientos irreversibles o permanentes, aumentando la eficacia del proceso y ahorrándonos, a su vez, la utilización de químicos para su limpieza. Aunque hay que decir que no se puede evitar al 100%, el ensuciamiento [31].

1.8. Métodos de limpieza de las membranas

Como consecuencia del ensuciamiento de las membranas durante la filtración de aguas residuales, es necesario llevar a cabo una limpieza de las mismas, con el objetivo de poder aumentar su vida útil, mantener su rendimiento y capacidad de filtración, así como para poder mantener los flujos de permeado y la eficacia del proceso de separación.

En el proceso, se pueden diferenciar dos metodologías a la hora de limpiar las membranas con respecto a la forma de realizarla [30]:

- Limpieza *In-situ* o *in place*.

Este tipo de limpieza es el que se realiza sobre la membrana sin necesidad de sacarla de su carcasa, o tanque de membranas, visto que se trata de ensuciamientos que se pueden eliminar sin problema ni complicaciones en el mismo tanque.

Dentro de este apartado destacan las limpiezas físicas, si bien algunas limpiezas químicas pueden aplicarse de esta manera.

- Limpieza *Ex-situ*.

Este tipo de limpieza es el que se realiza sobre la membrana una vez extraída del tanque de membranas o de la carcasa en la que se encuentre alojada. Esta metodología se hace cuando el ensuciamiento es más acusado y, es necesario sacarla para llevar a cabo una limpieza más exhaustiva.

Dentro de este apartado cabe destacar la combinación de limpiezas físicas y químicas, es decir, se saca la membrana y se le hace una limpieza física (mediante un enjuague a presión u otros tratamientos físicos) después de esto, se introduce en un segundo tanque donde se ha preparado previamente una disolución con agentes desinfectantes, químicos o desincrustantes para su limpieza química.

Dentro de este apartado general de limpiezas y, como se ha nombrado en el apartado de ensuciamiento, existen dos tipos de limpieza. La limpieza física para poder eliminar los ensuciamientos reversibles y la limpieza química para poder eliminar los ensuciamientos irreversibles.

1.8.1. Limpieza física.

La limpieza física en las membranas ayuda a prolongar su vida útil ya que no degrada la membrana, pero no es tan eficaz como la limpieza química. Además, este tipo de limpieza se puede realizar bajo principios hidráulicos (aeración, retrolavado, relax...) o por medios mecánicos (rotación, vibración, ...) [31].

Tratamientos In-situ:

Dentro de los métodos más usuales encontramos [31]:

- Aeración: Este método de limpieza consiste en generar un burbujeo de gas en las zonas próximas a la membrana con el fin de evitar la deposición de materia sobre la superficie filtrante. Normalmente se suele combinar con relax y retrolavado para mejorar su rendimiento.
- Retrolavado: Este método de limpieza consiste en hacer pasar permeado a través de la membrana en sentido contrario a la filtración, con el objetivo de que al realizar el retrolavado, éste arrastre las partículas que se encuentran en la superficie de filtración. La efectividad de este método depende de la duración y del flujo de permeado empleado.

- Relax: Este método consiste en interrumpir el proceso de filtración con el objetivo de re-dispersar parte de la materia orgánica depositada en la superficie de la membrana, gracias al gradiente de concentración y al efecto de la gravedad.

Como métodos más novedosos podemos encontrar [31]:

- Ultrasonidos: Esta limpieza se basa en la aplicación de ultrasonidos para generar la cavitación, donde las burbujas generadas contribuyen a la limpieza de la membrana. Cabe destacar que, a mayor frecuencia y potencia, mejor será el resultado de la limpieza, pero también será mayor el gasto energético asociado [32].
- Vibración: Limpieza basada en la generación de turbulencias en la membrana (hacer que vibre) para que el movimiento continuado ayude al desprendimiento de las partículas depositadas en la membrana.
- Rotación: Este tipo de tratamiento se centra en realizar un movimiento rotatorio del módulo de membranas con el fin de poder dispersar la materia depositada sobre la superficie de la misma. Esto se logra debido a los esfuerzos cortantes generados por el movimiento y por la generación de turbulencias en el fluido con el giro. Este tipo de limpieza suele ser utilizado junto al retrolavado.

Tratamientos Ex-situ:

- Enjuague de la membrana fuera del tanque de membranas o de la carcasa del módulo, mediante la acción de una corriente de agua a presión.

1.8.2. Limpieza química.

La limpieza química es un método bastante eficaz, más eficaz que las limpiezas físicas, sobre todo en relación a los ensuciamientos irreversibles.

A pesar de su eficacia, hay que tener especial cuidado con este tipo de limpiezas porque pueden generar degradación de la membrana, produciendo a su vez una reducción de su vida útil o incluso, la destrucción de la misma.

Hay que destacar que es necesario el uso de formas de limpieza químicas que tengan en cuenta las características de las especies químicas que se usan (para

ver su efecto en las membranas y decidir qué agente usar en cada caso) y el tiempo y modo de aplicación [17].

Podemos encontrar agentes químicos de limpieza como [31]:

- Bases (sosa cáustica): La limpieza con bases está dirigida a la eliminación de los ensuciamientos por materia orgánica. Se basa en la desintegración de grandes partículas de coloides en finas partículas solubles; en hidrolizar y solubilizar proteínas, carbohidratos...
- Ácidos (ácido sulfúrico, ácido cítrico...): La limpieza con ácidos está dirigida a la eliminación de los ensuciamientos por materia inorgánica. Se basa en la neutralización o en reacciones de doble descomposición para poder eliminar los precipitados. Por ejemplo, se pueden disolver precipitados de hierro en presencia de ácidos.
- Oxidantes (hipoclorito, peróxido de hidrógeno...). Estos compuestos se usan para oxidar la materia orgánica (degradan los coloides y otras materias orgánicas, transformándolas en partículas finas más fáciles de eliminar) y para realizar una desinfección de la membrana, además, reducen la tendencia de las sustancias a agregarse a la membrana. De hecho, existen estudios que confirman que añadiendo 5 (mg-NaClO/g-MLVSS) se ha logrado reducir el tamaño medio del floculo de 43,6 (mm) a 36,7 (mm) [33].

Las sustancias químicas más empleadas son la sosa, el ácido cítrico y el hipoclorito sódico.

La limpieza química se puede llevar a cabo In-situ o Ex-situ (apartado 1.8).

Cuando se realiza In-situ se procede de la siguiente manera [31]:

Adición de uno de los reactivos anteriormente mencionados en la corriente de retrolavado. Este sistema se basa en hacer fluir una corriente de reactivo químico por la línea de permeado durante el retrolavado, con el fin de eliminar el ensuciamiento irreversible. En los MBRs hay que tener especial cuidado en la aplicación de este método, debido a que hay que tener en cuenta el efecto del químico sobre los microorganismos que realizan la degradación. Sin embargo, este tipo de problemas no existe en la ultrafiltración, por lo que se podrán usar aquellos reactivos más efectivos que no dañen las propiedades de la membrana.

Cuando la limpieza química se realiza Ex-situ [31]:

Lo habitual es sumergir la membrana en un tanque externo donde previamente se ha dispuesto la disolución química a una concentración adecuada para limpiar la membrana, por lo general, siguiendo las recomendaciones del fabricante.

2. Objetivos.

El objetivo del presente Trabajo de Fin de Grado es evaluar la capacidad de la Ultrafiltración Directa para realizar la depuración global de un agua residual doméstica pre-clarificada mediante procesos de coagulación-floculación-sedimentación.

El estudio se realizará utilizando un novedoso módulo rotativo de membrana sumergida desarrollado en el grupo de Tratamiento y Reutilización de Aguas del Departamento de Ingeniería Química.

Durante el desarrollo experimental se evaluará el grado de depuración alcanzado y las condiciones y modos de operación que contribuyan a mitigar el ensuciamiento de las membranas.

3. Materiales y Métodos.

3.1. Descripción de la instalación experimental.

El desarrollo de todos los experimentos realizados, tanto los de largo plazo como los de corto plazo, se han llevado a cabo en una instalación experimental a escala laboratorio situada en el Laboratorio 3 del departamento de Ingeniería Química y Tecnología Farmacéutica, en la Sección de Química de la Facultad de Ciencias. Cabe destacar que se han realizado modificaciones en la instalación para los experimentos de largo plazo con respecto a la unidad cuando es empleada para los ensayos de corto plazo.

Experimentos de corta duración (escalonados):

La instalación funciona gracias a una bomba reversible que permite extraer o impulsar el permeado desde o hacia el tanque de filtración (agua residual coagulada o no coagulada). El permeado se recoge en un matraz Kitasato. Al mismo tiempo que se está llevando a cabo la filtración o, en los momentos de retrolavado y relax, la membrana se encuentra girando sobre su propio eje a unas ciertas revoluciones por minuto. Por otro lado, el matraz Kitasato, por su apertura lateral está conectado al tanque de agua residual para permitir la recirculación de agua. Todo esto controlado mediante un software instalado en un ordenador personal conectado a la planta experimental.

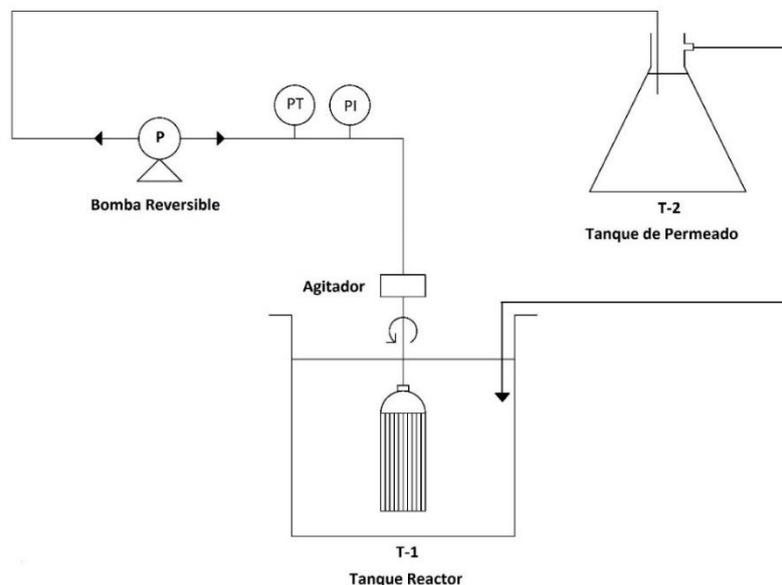


Figura 3.1. Esquema de la instalación del módulo de membrana utilizado para los experimentos escalonados.

Experimentos de larga duración (continuo):

La instalación funciona de la misma forma que en los experimentos cortos, pero con algunas modificaciones extras:

Este sistema consta de dos sensores, uno en el tanque de agua residual y otro en el tanque de permeado.

- El primer sensor se encuentra en el tanque de agua residual. Se trata de un sensor de nivel, cuyo trabajo es mantener un nivel de agua óptimo en el tanque para el correcto trabajo de la membrana. Cuando detecta que el nivel es bajo, activa una bomba que impulsa agua de un tanque mayor (32 Litros) hacia el tanque de trabajo.
- El segundo sensor que se encuentra en el tanque de permeado es de seguridad para evitar que la unidad se quede sin agua. Este hecho se puede dar cuando el caudal de retrolavado es mayor que el caudal de filtración.

Además, consta con un sistema de purga del agua del tanque de membranas o reactor, este sistema se activa con un temporizador para expulsar el agua hacia un sumidero mediante la acción de una bomba.

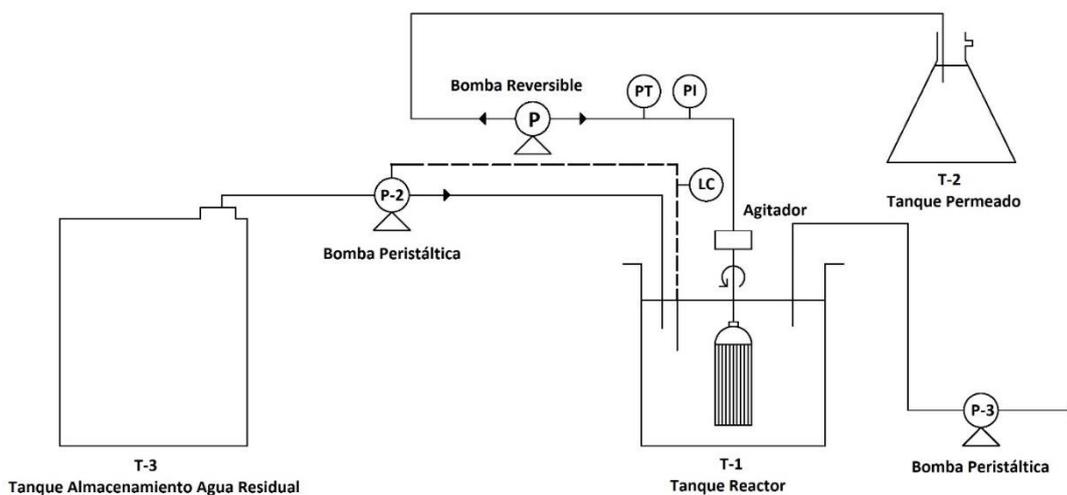


Figura 3.2. Esquema de la instalación del módulo de membrana utilizado para los experimentos continuos.

Breve descripción de los elementos:

- Membrana de ultrafiltración: Se trata de un conjunto de membranas de polifluoruro de vinilideno (PVFD) de fibra hueca con un diámetro de poro de 0,04 μm (un haz de 97 fibras) conectadas únicamente a un cabezal superior. Más concretamente, cada fibra de este conjunto tiene las siguientes características:
 - 8 (cm) de longitud.
 - 1,9 (mm) de diámetro externo.

Los datos del fabricante se muestran en la siguiente tabla:

Tabla 3.1. Parámetros del módulo de membrana.

Parámetros	Valor	Unidades
Valor máx. TMP	62	KPa
Rango de operación TMP	10-50	KPa
Temperatura máx.	40	° C
Rango de operación pH	5-9	
TMP máx. de retrolavado	55	KPa
Concentración máx. OCl⁻	1000	mg/L

- Agitador: El agitador del sistema es un HEIDOLPH RZR 2021. Este agitador tiene un motor de engranaje regulable y permite la variación de la velocidad de giro desde 40 hasta 2000 rpm.
- Software de control: El software que controla la instalación es el DAQFactory (AzeoTech®, Inc., USA). Para complementar esta unidad, se conecta a un sistema de adquisición de datos digitales y analógicos (Labjack U12).
- Bomba (P): Se trata de una bomba reversible magnética fabricada por MICROPUMP®, más concretamente, se trata del modelo GA-V21, con un motor I-DRIVE (14-30 VDC). Esta bomba permite realizar el filtrado y el retrolavado.
- Tanques (permeado (T-2), reactor (T-1), almacenamiento de agua residual (T-3)): El tanque de permeado es un matraz Kitasato de vidrio de 0,5 (L). El

tanque de almacenamiento de la alimentación es de PVC y con una capacidad de 32 (L). El tanque reactor es de metacrilato con una capacidad de 3 (L).

3.2. Alimentación: agua residual doméstica.

El agua residual empleada en el estudio experimental procede de la Depuradora de Valle Guerra. Concretamente, el agua influente al reactor biológico de la depuradora, tras pasar por los desarenadores, desengrasadores y tamices de retención de sólidos menores.

El agua residual se ha empleado como alimentación al sistema de ultrafiltración en experiencias de corta duración, así como al tratamiento previo de coagulación-floculación-sedimentación en experimentos de corta y larga duración de ultrafiltración.

3.3. Coagulación-Floculación.

Para el proceso de Coagulación-Floculación se ha llevado a cabo una investigación exhaustiva de varios coagulantes con la misión de elegir el más adecuado. Entre estos coagulantes ensayados, se encuentran:

1. Deflocar (7 (mM)).
2. Cloruro Férrico (25 (g/L)).
3. Sulfato de Aluminio (40 (g/L)).

Este proceso de investigación se basó en el ensayo de varias concentraciones de los coagulantes (100, 200, 300, 400 y 500 (mg/L) para el cloruro férrico y sulfato de aluminio; 0,04; 0,12; 0,18; 0,24; 0,40 (mM) para el Deflocar) sometidos a diferentes condiciones de agitación y decantación (velocidad, tiempo de giro...):

1. Coagulación 1,5 min (150 rpm), Floculación 20 min (48 rpm) y Decantación 15 min.
2. Coagulación 1 min (245 rpm), Floculación 9 min (45 rpm) y Decantación 15 min.
3. Coagulación 1,5 min (150 rpm), Floculación 15 min (48 rpm) y Decantación 15 min.
4. Coagulación 1 min (245 rpm), Floculación 20 min (45 rpm) y Decantación 15 min.

La cantidad de coagulante calculada mediante la ecuación 3.1, se añadía a un vaso de precipitado con 800 (mL) de agua residual:

$$X_D * V_D = X_C * V_C$$

Ecuación 3.1.

Dónde:

X_D es la concentración de la disolución;

V_D el volumen de la disolución;

X_C la concentración del coagulante:

V_C el volumen del coagulante.



Figura 3.3. Jar-test en el que ha tenido lugar el proceso de coagulación-floculación.

3.4. Alimentación pre-clarificada por coagulación-floculación-sedimentación.

Para la mayoría de experimentos realizados se ha utilizado una alimentación pre-clarificada por coagulación-floculación-sedimentación. Esto no es más que llevar a cabo el proceso químico mencionado en el punto 3.3 con el agua residual procedente de la Depuradora de Valle Guerra.

Al finalizar el tiempo de sedimentación necesario, se recoge el sobrenadante (agua clarificada resultante del procedimiento) de forma manual.



Figura 3.4. Proceso de sedimentación del agua residual doméstica.

3.5. Caracterización de la membrana.

La membrana debe comenzar el proceso de filtración con características idénticas o muy similares de permeabilidad en todos los experimentos realizados, con el objetivo de partir de las mismas condiciones y poder comparar los datos de cada experimento.

Este procedimiento de comprobación se lleva a cabo con el software DAQFactory (AzeoTech®, Inc., USA). Para ello, se varían los flujos de filtración (10, 20 y 30 (L/hm²)) y se determina la resistencia inicial de a membrana que deberá presentar el mismo orden de magnitud antes del comienzo de cada experimento. En caso de no ser así, sería un indicativo de que necesita más tiempo de limpieza.

3.6. Métodos de caracterización de alimentación y permeado.

Tanto el agua inicial procedente directamente de la depuradora, como el agua pre-clarificada han sido sometidas a un control para observar los principales cambios que se han obtenido con el proceso de coagulación-floculación-sedimentación y con el proceso de ultrafiltración directa.

3.6.1. Demanda química de oxígeno total y soluble (DQO y DQO_s).

Este parámetro que mide el número de sustancias que son propensas a oxidarse químicamente se ha llevado a cabo bajo el método colorimétrico a reflujó cerrado 5220 D (Standard Methods -STM; 2005) [34].

Para llevar a cabo el análisis se cogen 2,5 (mL) de muestra y se coloca en un vial. A estos 2,5 (mL) se le añaden:

- 1,5 (mL) de solución de digestión de dicromato potásico ($K_2Cr_2O_7$).
- 3,5 (mL) de reactivo ácido sulfúrico (H_2SO_4).

Una vez tenemos el vial con los tres componentes mezclados, se tapa y se coloca en un digestor a $150^\circ C$ durante 2 horas. Tras finalizar el proceso, se pasa a otro vial y se deja reposar durante 1 hora, aproximadamente.

Finalmente, medimos la concentración de DQO con el espectrofotómetro DR 500 (Hach Langue), que dará el resultado en (mg/L).

3.6.2. Carbono orgánico total (TOC).

El carbono orgánico total es un parámetro que nos indica la calidad del agua midiendo la cantidad de carbono que tiene la muestra elegida. Para su análisis seguimos el método de combustión e infrarrojos 5310 B STM (2005).

Antes de realizar este análisis es necesario un paso previo, el cual es filtrar las muestras, ya que para medir el TOC necesitamos retirar las partículas mayores a 0,45 mm. Después de ejecutar la filtración, el filtrado se coloca en unos viales específicos y se introduce en el instrumento TOC-V CSH (total carbon organic analyzer) de la marca Shimadzu, que dará el resultado directamente en (mg/L).

3.6.3. Sólidos suspendidos totales (SST).

Los sólidos suspendidos totales son aquellos sólidos que se encuentran suspendidos en el agua y que pueden ser separados por métodos mecánicos, para su cálculo seguimos el método de sólidos suspendidos totales secados a $103-105^\circ C$ 2540 D del STM (2005).

Se trata de un proceso en el que se necesita un filtro, el cual es pesado antes de ser utilizado. Seguidamente tras filtrar se lleva a la estufa a $103-105^\circ C$ y se deja 1 hora. Una vez transcurrido este tiempo se vuelve a pesar el filtro y se realiza el siguiente cálculo para obtener el parámetro:

$$SST \left(\frac{mg}{L} \right) = \frac{\text{Peso filtro después de la estufa} - \text{Peso filtro inicial}}{\text{Volumen agua filtrada}}$$

Ecuación 3.2.

3.6.4. Sólidos suspendidos volátiles (SSV).

Los sólidos suspendidos volátiles son aquellos sólidos en suspensión que se volatilizan tras un proceso de incineración, para su cálculo seguimos el método de sólidos fijos y volátiles incinerados a 550° C del STM (2005).

Al finalizar los pasos explicados en el apartado 6.3 se introduce el filtro en la mufla a 550° C durante un periodo de 15 min. Una vez transcurre dicho periodo se vuelve a pesar el filtro y se realiza el cálculo siguiente:

$$SSV \left(\frac{mg}{L} \right) = \frac{\text{Peso filtro despues de la mufla} - \text{Peso filtro después de la estufa}}{\text{Volumen agua filtrada}}$$

Ecuación 3.3.

3.6.5. pH.

El pH es un parámetro que indica el grado de basicidad o acidez del agua, para determinarlo se sigue el método electrométrico 4500-H⁺ B (STM, 2005).

Este método se basa únicamente en la medida de la diferencia de potencial entre dos electrodos, teniendo una referencia de Cloruro potásico 3 M (solución neutra). Llevado a cabo mediante el instrumento 716 DMS Titrino (Metrohm Swiss made).

3.6.6. Conductividad.

La conductividad, criterio para cuantificar la cantidad de sustancias que permiten el paso de la electricidad en el agua, se cuantifica bajo el método de laboratorio 2510 B (STM, 2005)". Dicha conductividad es medida con el instrumento Cond 51 (XS instruments).

3.6.7. Turbidez.

La turbidez define el grado de cambio de color del agua por la presencia de sólidos en suspensión, se estudia bajo el método nefelométrico 2130 B (STM, 2005).

Esta medición se realiza mediante un turbidímetro (2100 P turbidimeter Hach), instrumento que hace pasar un haz de luz a través de la muestra y mide a 90° la desviación de la luz, haciendo un cálculo de la turbidez del agua en NTU.

3.7. Modos de Filtración.

3.7.1. Experimentos de flujos escalonados.

Los flujos escalonados o experimentos cortos se han realizado recirculando el agua al tanque de membranas y todo el proceso transcurre con esa cantidad de agua global, además, su duración va de varias horas hasta pocos días (2 días como mucho). Los experimentos de flujo escalonado se llaman así debido a que el flujo va en aumento en un intervalo constante de flujo cada determinado tiempo.

En concreto, se han realizado 8 experimentos cortos para cuatro velocidades de rotación continua del módulo de ultrafiltración (120, 180, 260 y 340 rpm) para agua residual sin y con pretratamiento por coagulación-floculación-sedimentación.

El control del proceso de filtración ha sido realizado mediante el software DAQFactory (AzeoTech®, Inc., USA), una aplicación que controla la planta y recoge datos de presión transmembrana a lo largo del tiempo. Para esos flujos los datos de partida introducidos en el programa son:

- Flujo inicial: 4 (L/h · m²).
- Incremento de flujo: 4 (L/h · m²).
- Flujo final: 80 (L/h · m²).
- Flujo retrolavado: 60 (L/h · m²).
- Tiempo de retrolavado: 30 (segundos).
- Tiempo de filtración: 900 (segundos).

Al finalizar, se recogen los datos vía informática y se tratan en Microsoft Excel con el fin de sacar los datos de interés (TMP_i, TMP₀ y velocidad de ensuciamiento de la membrana).

3.7.2. Experimentos en continuo.

Los experimento en continuo se realizaron alimentando agua residual pretratada durante 1 semana. En estos experimentos el flujo y, demás parámetros, son constantes todo el tiempo. También, otra diferencia con los escalonados realizados, es que en estos ensayos el giro del módulo de la membrana solo gira en el retrolavado y relax, con el objetivo de optimizar el gasto energético que supone este modo de operar.

Se han realizado un total de 5 estudios en continuo, que se han diferenciado en el tiempo de relax (tiempo en el que la membrana gira, pero no filtra y tampoco hace retrolavado), y también, en el primer experimento el módulo ha estado girando en todo momento. Dichos experimentos se controlan con el software DAQFactory (AzeoTech®, Inc., USA) y con los siguientes datos de partida:

- Flujo de filtración: 24 (L/h·m²).
- Tiempo de filtración: 450 (segundos).
- Flujo retrolavado: 60 (L/h·m²).
- Tiempo de retrolavado: 30 (segundos).
- Tiempo de relax: tiempos variables entre experimentos:

Para los 5 experimentos el tiempo de relax ha sido:

- 0 (segundos) (sin relax) y giro durante todo el experimento.
- 0 (segundos) (sin relax) y giro solamente durante el retrolavado.
- 5 (minutos).
- 3 (minutos).
- 1,5 (minutos).

3.8. Limpieza de la Membrana.

Una vez finalizado un experimento es necesario limpiar la membrana para poder llevar a cabo el siguiente ensayo y recuperar su permeabilidad inicial. El proceso de limpieza seguido consiste en, al finalizar la etapa de filtración, sumergir el módulo de la membrana en una disolución de hipoclorito con una concentración de 500 (ppm), y se deja sumergida en dicha disolución hasta el comienzo del siguiente estudio.

Si la membrana no se limpia hasta conseguir las mismas características de inicio (explicado en el apartado 3.5), se debe sumergir durante un periodo de 1 hora adicional, en ácido cítrico con una concentración de 6 (g/L).

4. Resultados y Discusión.

4.1. Caracterización de la Coagulación-Floculación-Sedimentación (C-F-S).

La elección del coagulante óptimo como tratamiento previo a la ultrafiltración se ha basado en el estudio y comparación de 3 coagulantes diferentes:

- Coagulante A: Sulfato de aluminio ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$) con una concentración de 40 (g/L).
- Coagulante B: Cloruro Férrico (FeCl_3) con una concentración de 25 (g/L).
- Coagulante C: DEFLOCAR (bajo patente) con una concentración de 7 (mM) en Al^{3+} .

Además, como se comentó en el apartado de Materiales y Métodos, cada uno de estos coagulantes se ha ensayado bajo 4 condiciones diferentes de coagulación-floculación-sedimentación.

Para llevar a cabo la comparación entre ellos, se ha procedido a analizar los resultados obtenidos mediante el tratamiento con coagulación-floculación-sedimentación frente a un blanco, el cual es el sobrenadante resultante de someter el agua residual doméstica a las mismas condiciones de tratamiento, pero sin añadirle ningún coagulante químico.

Por lo que en las siguientes gráficas se muestran los resultados de cada parámetro analizado para cada cantidad de coagulante y condición aplicada:

- 1: Coagulación (1,5 min y 150 rpm), floculación (20 min y 48 rpm y sedimentación (15 min).
- 2: Coagulación (1 min y 245 rpm), floculación (9 min y 45 rpm) y sedimentación (15 min).
- 3: Coagulación (1,5 min y 150 rpm), floculación (15 min y 48 rpm) y sedimentación (15 min).
- 4: Coagulación (1 min y 245 rpm), floculación (20 min y 45 rpm) y sedimentación (15 min).

Los parámetros que se han procedido a analizar en los ensayos de C-F-S han sido los más relevantes desde el punto de vista de la depuración, considerados en el Decreto 174/94, con el fin de evaluar la capacidad depuradora de cada coagulante [3]. Dichos parámetros han sido: $\text{DQO}_{\text{total}}$ (en adelante DQO), SST y

Turbidez. Además, se ha añadido la discusión de un parámetro adicional: DQO_{soluble} (en adelante DQO_s).

La representación gráfica para cada ensayo de C-F-S de la eliminación de cada uno de los mencionados parámetros obtenida por cada coagulante se recoge en las figuras siguientes.

El porcentaje de reducción de cada parámetro frente al blanco se ha estimado según la ec. 4.1:

$$\% \text{ Reducción} = \left(\frac{(\text{dato blanco}) - (\text{dato coagulante})}{(\text{dato blanco})} \right).$$

Ecuación 4.1.

DQO.

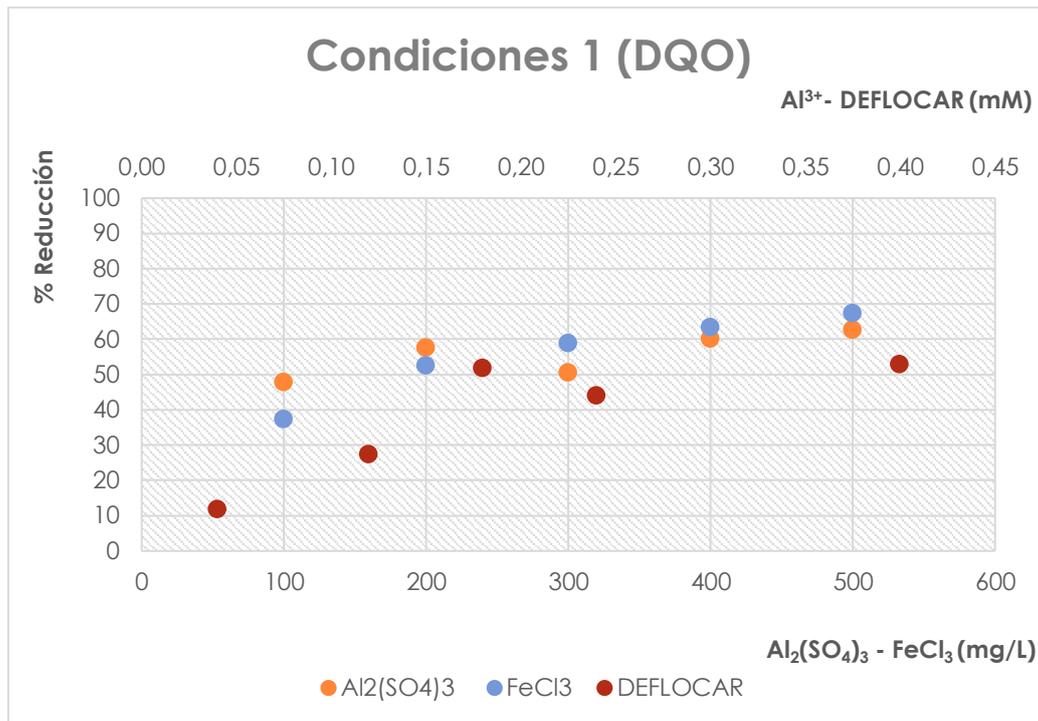


Figura 4.1. Porcentaje de Reducción de DQO logrado por cada coagulante en el rango estudiado de concentraciones (Condiciones 1).

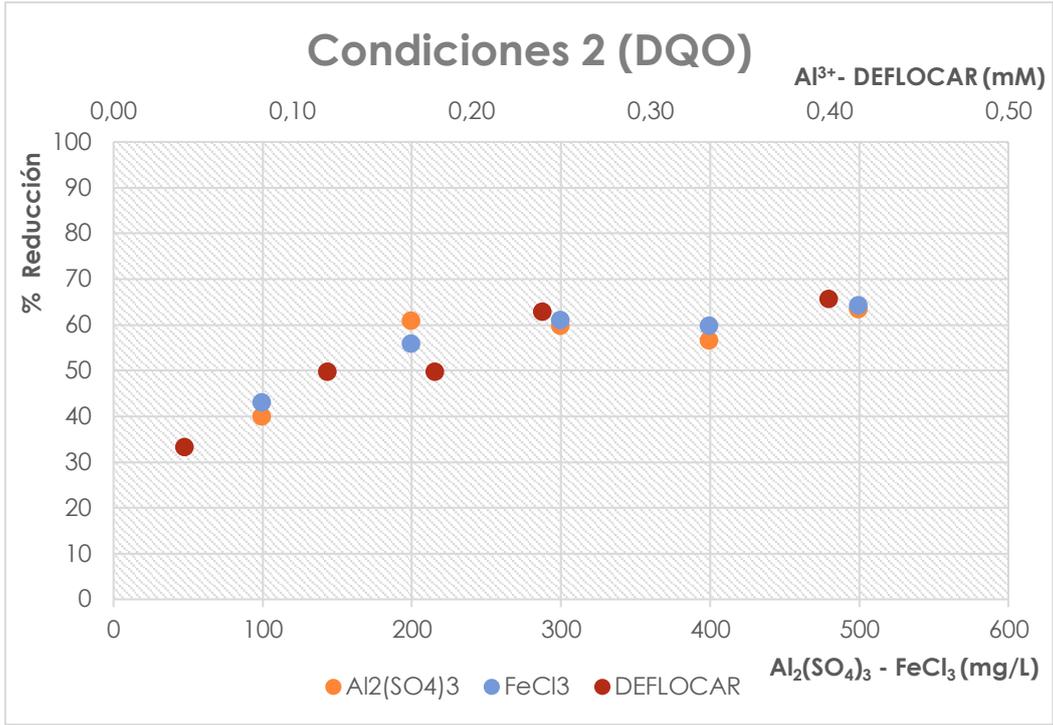


Figura 4.2. Porcentaje de Reducción de DQO logrado por cada coagulante en el rango estudiado de concentraciones (Condiciones 2).

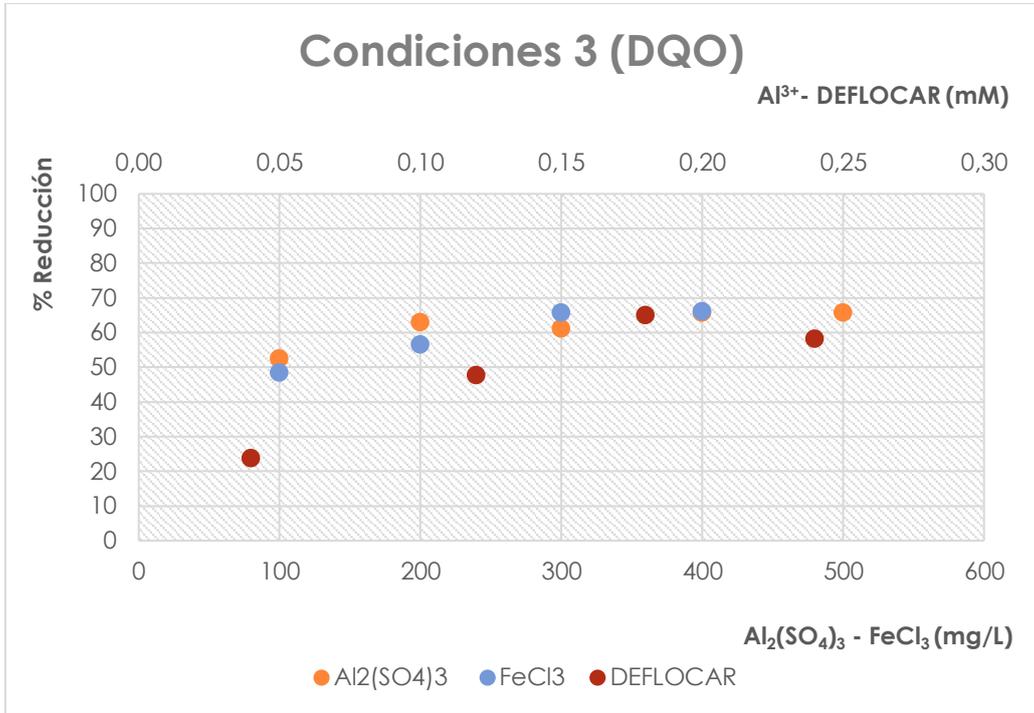


Figura 4.3. Porcentaje de Reducción de DQO logrado por cada coagulante en el rango estudiado de concentraciones (Condiciones 3).

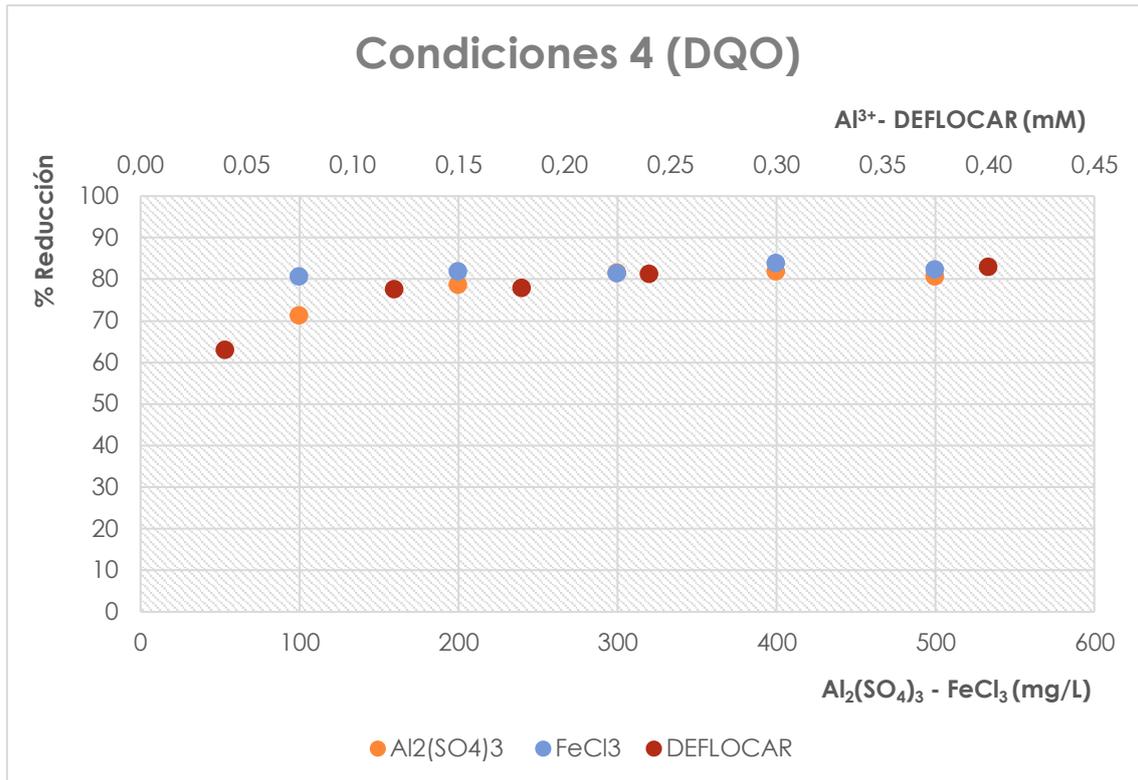


Figura 4.4. Porcentaje de Reducción de DQO logrado por cada coagulante en el rango estudiado de concentraciones (Condiciones 4).

Con respecto a la Demanda Química de Oxígeno, las concentraciones de cada coagulante que permiten obtener los mejores rendimientos de reducción han sido en general las más elevadas: 400 o 500 (mg/L) en el caso de las sales inorgánicas, mientras que, en el caso del sintético DEFLOCAR, las condiciones 3 de operación fueron más ventajosas a dosis intermedias (0,18 mM).

DQO_s.

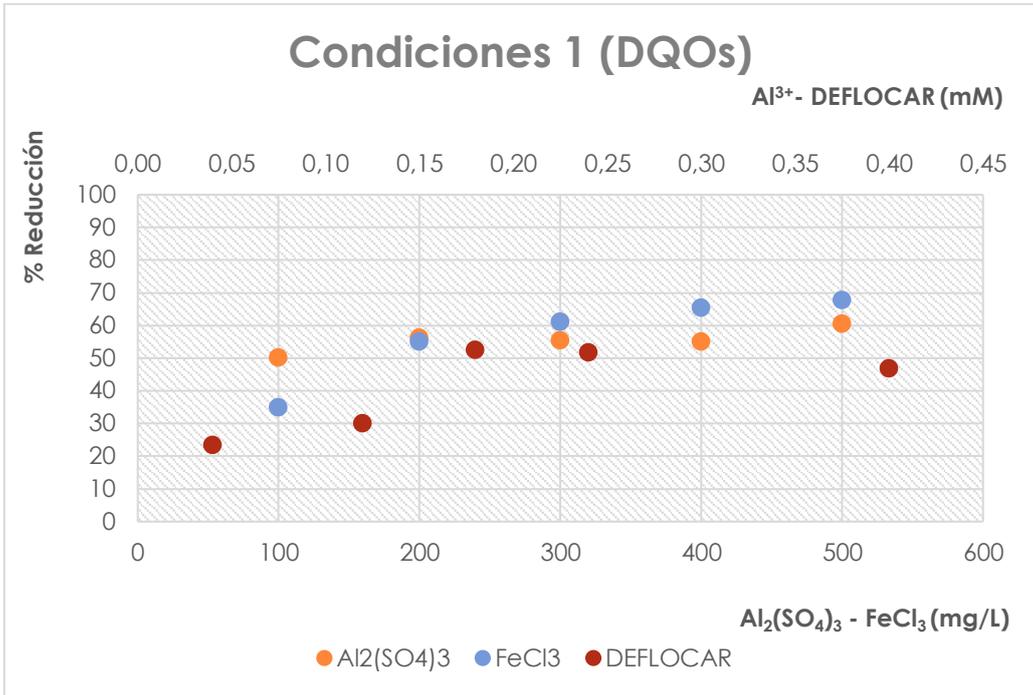


Figura 4.5. Porcentaje de Reducción de DQO_s de cada cantidad de coagulante para las primeras condiciones.

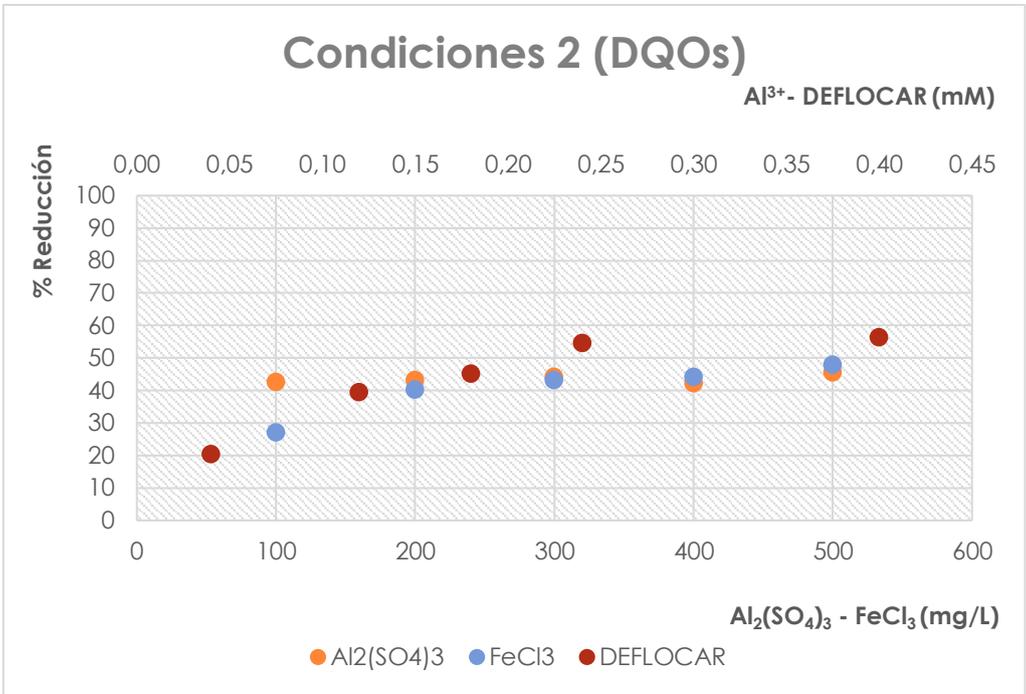


Figura 4.6. Porcentaje de Reducción de DQO_s de cada cantidad de coagulante para las segundas condiciones.

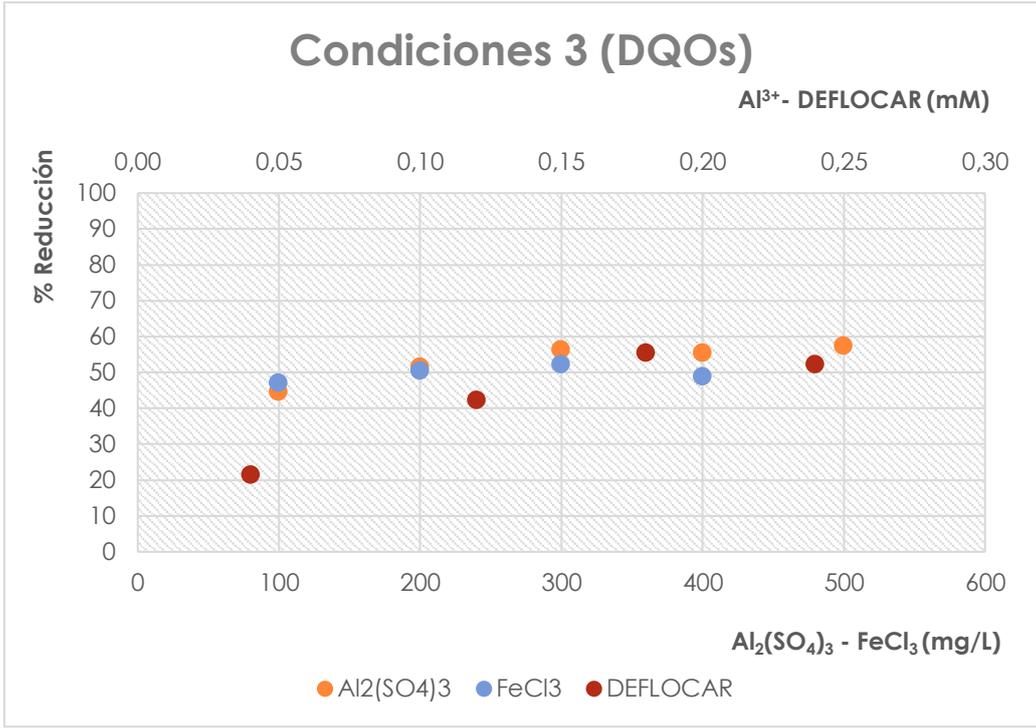


Figura 4.7. Porcentaje de Reducción de DQOs de cada cantidad de coagulante para las terceras condiciones.

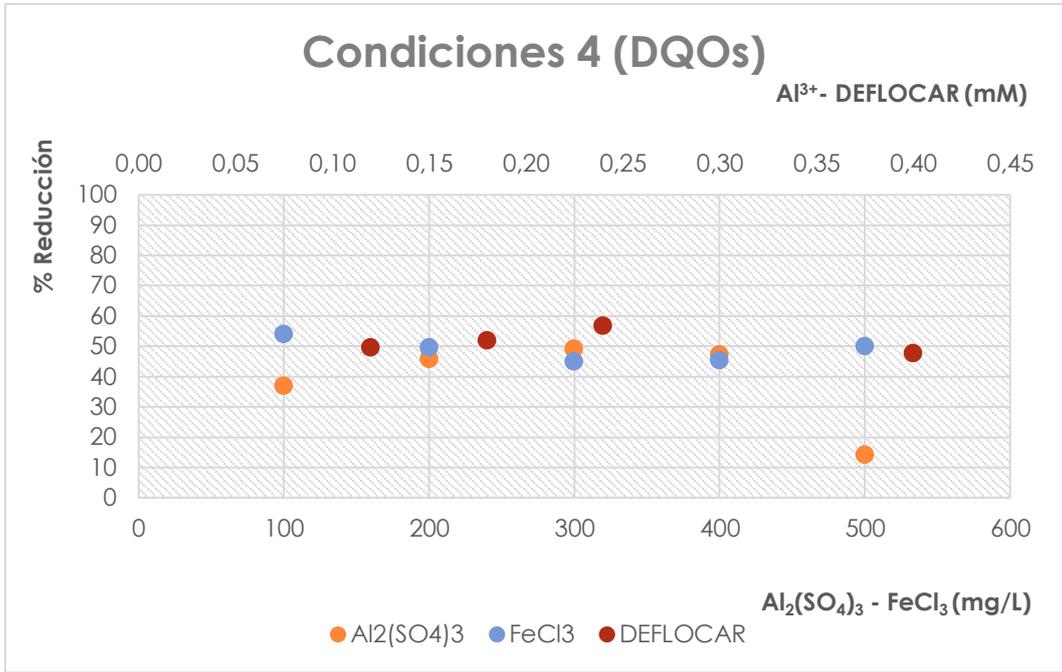


Figura 4.8. Porcentaje de Reducción de DQOs de cada cantidad de coagulante para las cuartas condiciones.

Con respecto a la Demanda Química de Oxígeno Soluble, las concentraciones de cada coagulante que permiten obtener los mejores rendimientos de reducción han sido las más elevadas para el caso del FeCl_3 : 400 o 500 (mg/L). En el caso del $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, las mejores condiciones son las cuartas, debido a que se logra el mejor resultado con una concentración de 100 (mg/L). Y para el DEFLOCAR, tanto las primeras condiciones como las terceras proporcionan buenos resultados aplicando una concentración de 0,18 (mM).

SST.

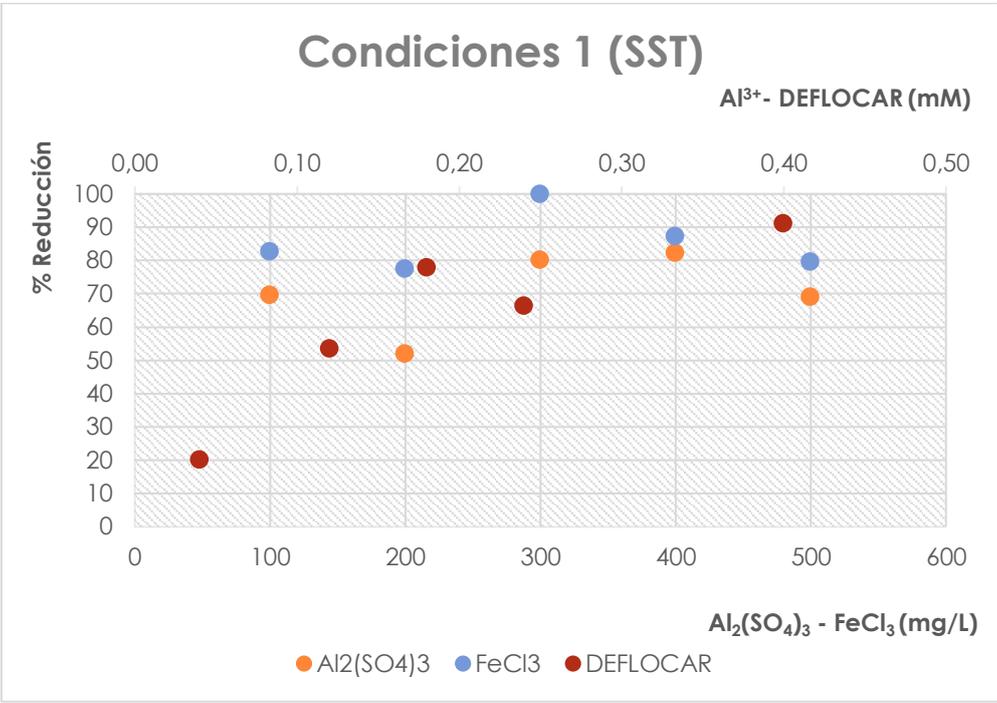


Figura 4.9. Porcentaje de Reducción de SST de cada cantidad de coagulante para las primeras condiciones.

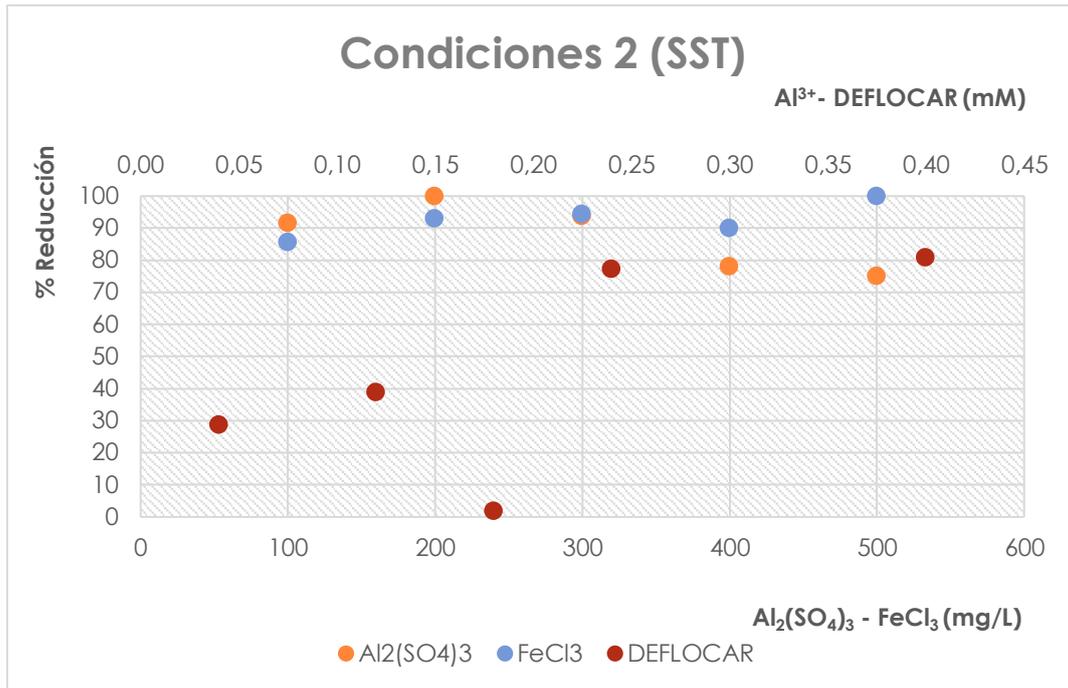


Figura 4.10. Porcentaje de Reducción de SST de cada cantidad de coagulante para las segundas condiciones.

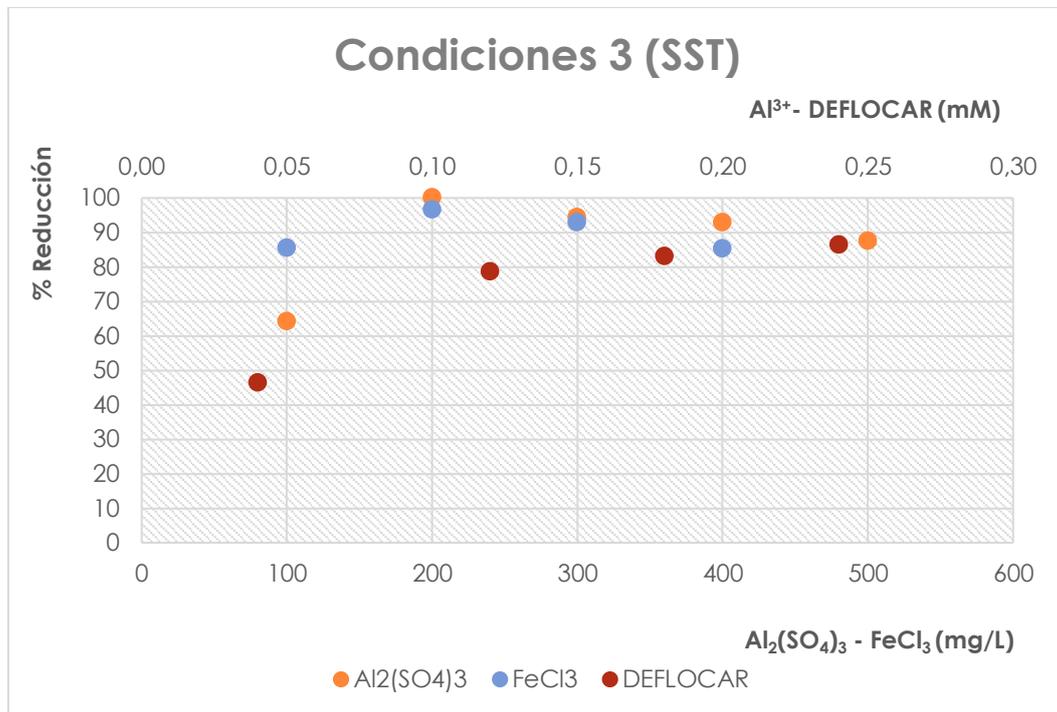


Figura 4.11. Porcentaje de Reducción de SST de cada cantidad de coagulante para las terceras condiciones.

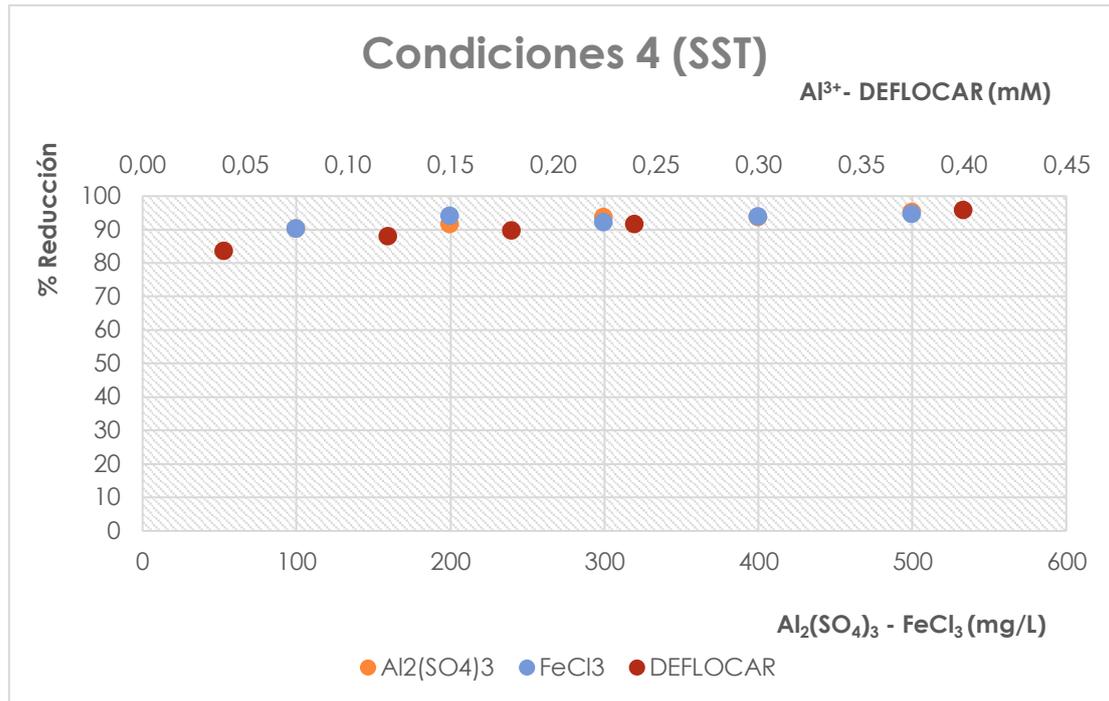


Figura 4.12. Porcentaje de Reducción de SST de cada cantidad de coagulante para las cuartas condiciones.

Con respecto a los sólidos suspendidos totales, las concentraciones de cada coagulante que permiten obtener los mejores rendimientos de reducción para el caso del FeCl₃ han sido: 200 o 300 (mg/L). En el caso del Al₂(SO₄)₃, las mejores condiciones son las segundas y terceras, debido a que se logra el mejor resultado con una concentración de 200 (mg/L). Y para el DEFLOCAR, las terceras condiciones proporcionan buenos resultados aplicando una concentración de 0,24 (mM).

Turbidez.

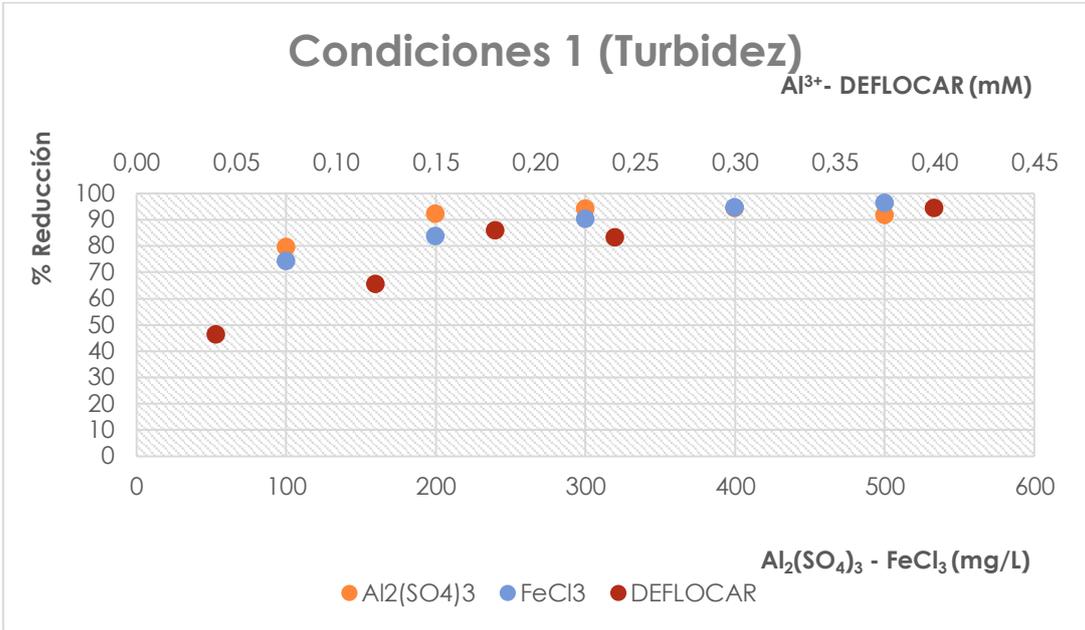


Figura 4.13. Porcentaje de Reducción de Turbidez de cada cantidad de coagulante para las primeras condiciones.

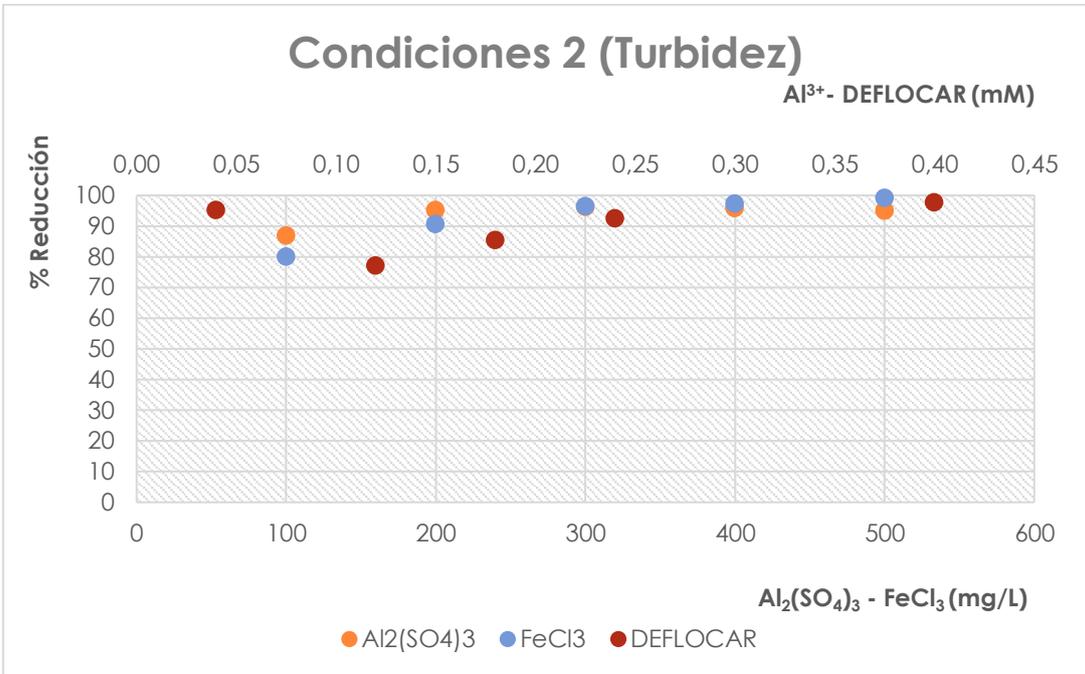


Figura 4.14. Porcentaje de Reducción de Turbidez de cada cantidad de coagulante para las segundas condiciones.

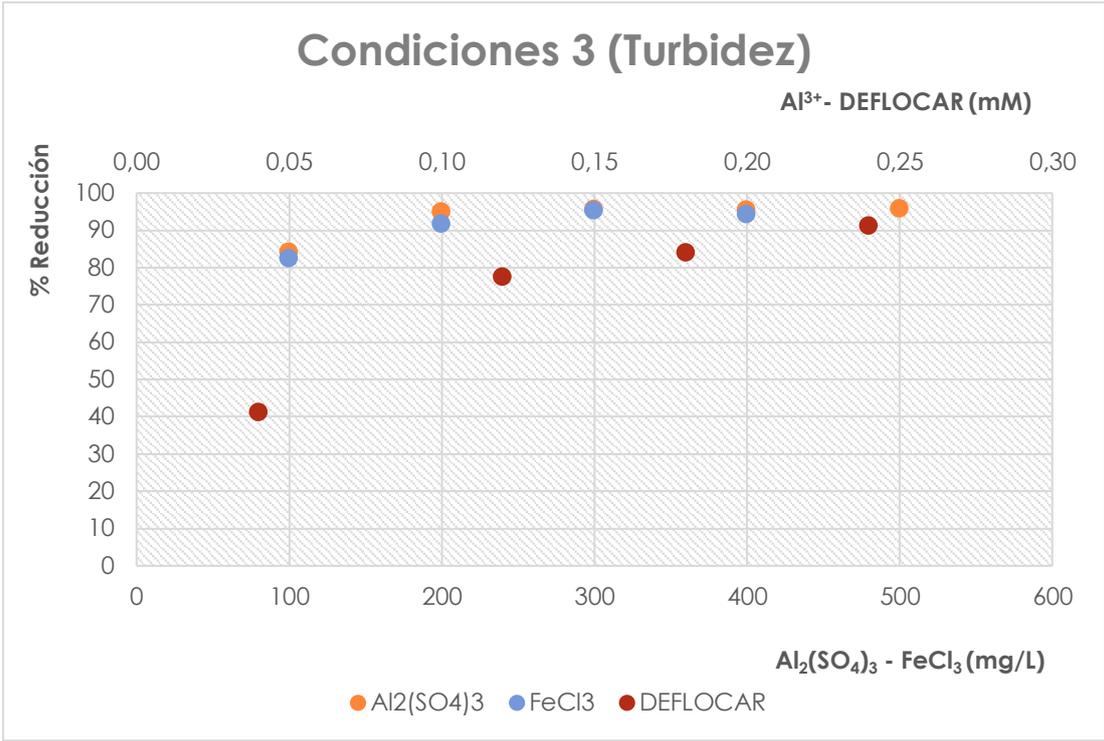


Figura 4.15. Porcentaje de Reducción de Turbidez de cada cantidad de coagulante para las terceras condiciones.

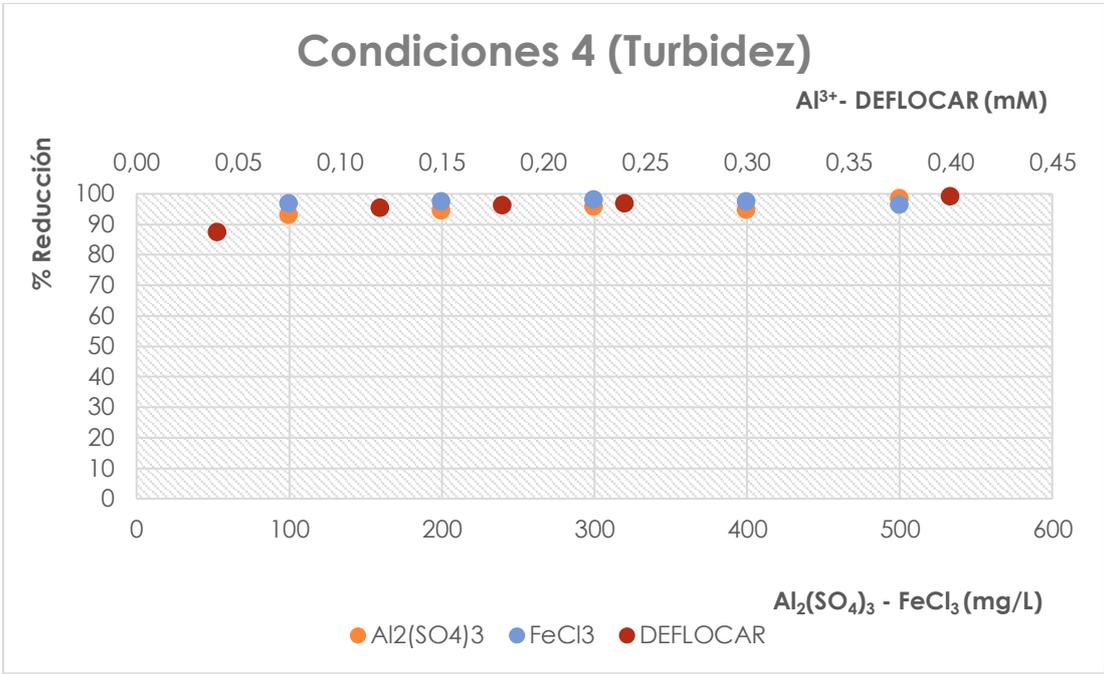


Figura 4.16. Porcentaje de Reducción de Turbidez de cada cantidad de coagulante para las cuartas condiciones.

Con respecto a Turbidez, las concentraciones de cada coagulante que permiten obtener los mejores rendimientos de reducción han sido las más elevadas: 300, 400 o 500 (mg/L) en el caso de las sales inorgánicas. Mientras que, para el DEFLOCAR, se ha observado que la concentración óptima es de 0,4 (mM) para cualquiera de las condiciones aplicadas.

Además, se ha tenido en cuenta el parámetro de la conductividad. Este parámetro es generalmente, un inconveniente de la Coagulación-Floculación-Sedimentación dado que el proceso suele provocar un aumento de la conductividad del agua a tratar por la adición de iones liberados del propio coagulante. Esto provoca que, en algunas ocasiones, si la cantidad de coagulante añadida es muy alta, se tenga que añadir un proceso correctivo posterior para reducir la alta conductividad y poder verter.

En las siguientes gráficas se puede ver el efecto de las concentraciones de coagulante añadidas sobre la conductividad, realizando una comparativa con la muestra de blanco (sin coagulante químico).

Conductividad.

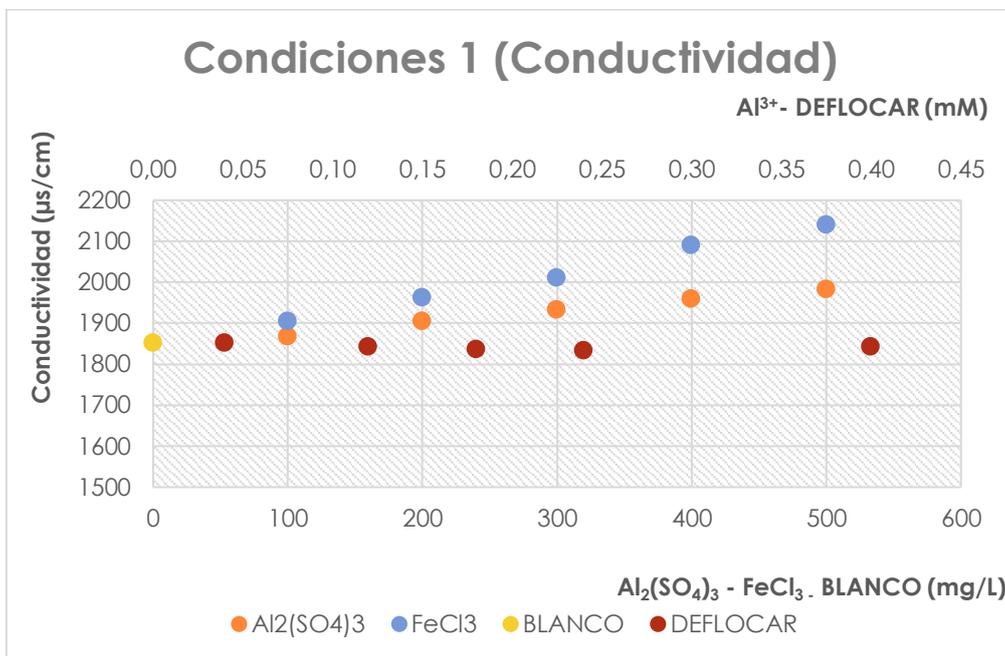


Figura 4.17. Porcentaje de Reducción de Conductividad de cada cantidad de coagulante para las primeras condiciones.

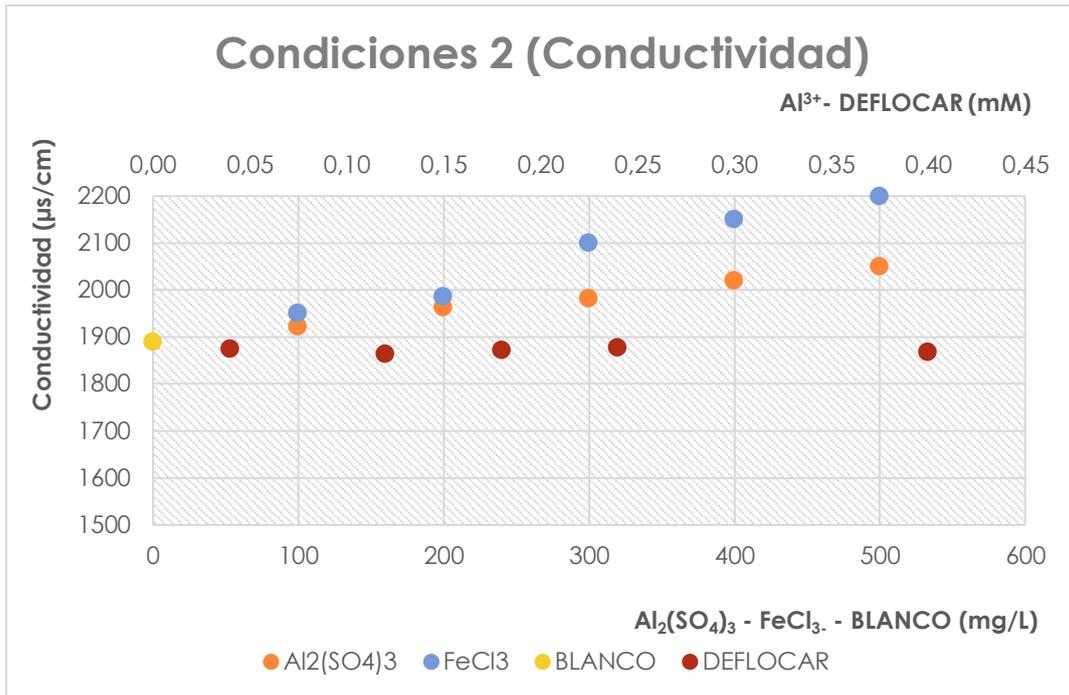


Figura 4.18. Porcentaje de Reducción de Conductividad de cada cantidad de coagulante para las segundas condiciones.

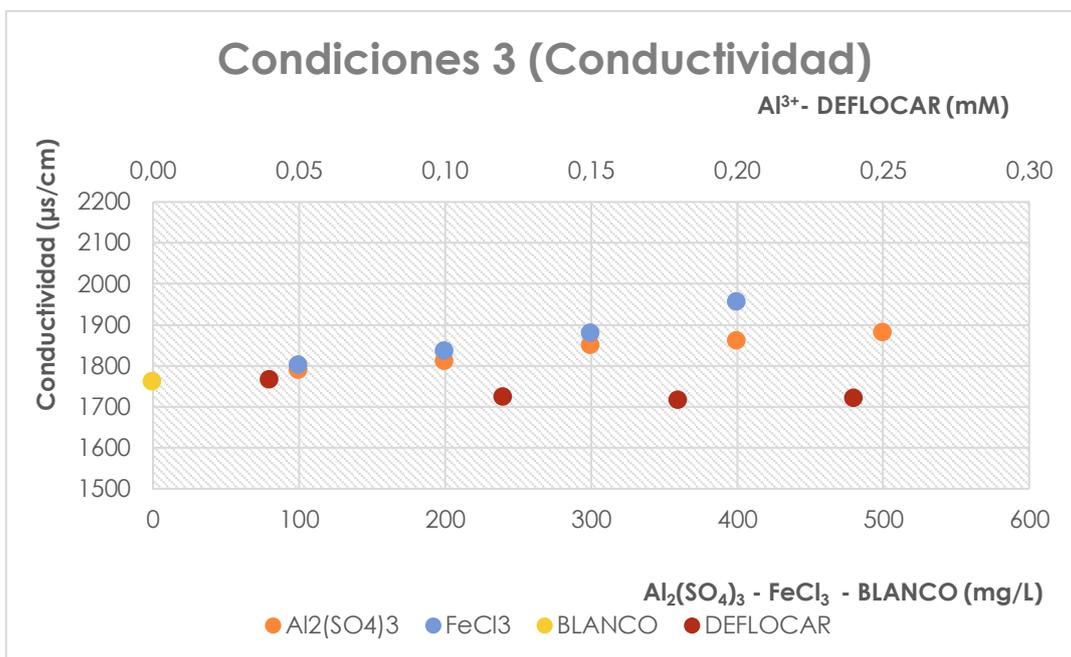


Figura 4.19. Porcentaje de Reducción de Conductividad de cada cantidad de coagulante para las terceras condiciones.

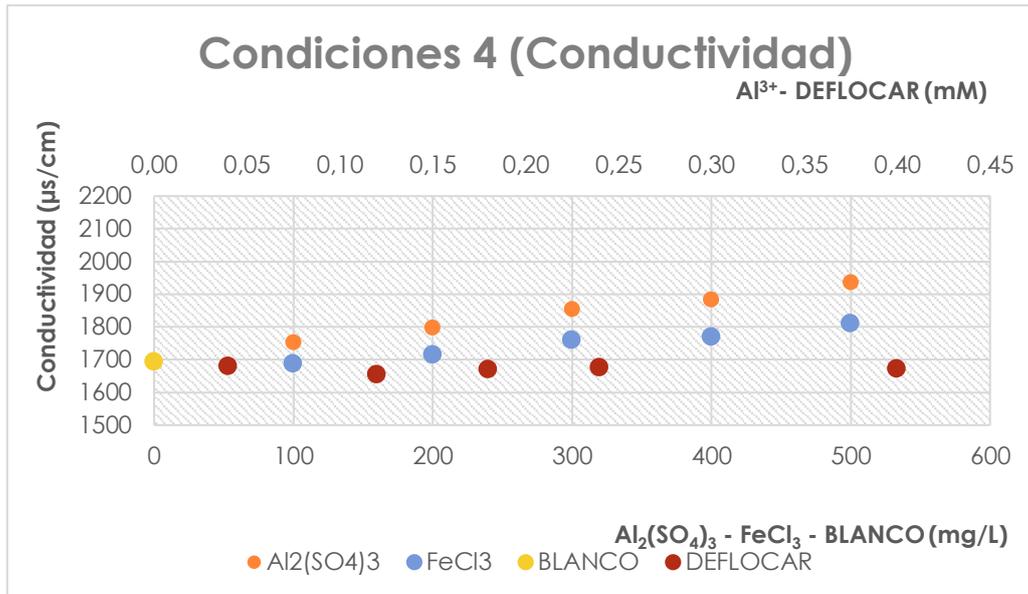


Figura 4.20. Porcentaje de Reducción de Conductividad de cada cantidad de coagulante para las cuartas condiciones.

Se puede apreciar como para todas las condiciones, al añadir sulfato de aluminio o cloruro férrico, la conductividad aumenta. Sin embargo, en la coagulación con el DEFLOCAR, se observa el efecto contrario: la conductividad disminuye o en algunos casos, aumenta ligeramente.

Una vez obtenidos y analizados por separado los resultados obtenidos en los ensayos de C-F-S, y de cara a la elección final, se han tenido en cuenta los siguientes factores en la toma de decisión final:

- Las características químicas de los sobrenadantes.
La concentración a añadir, que al estar relacionada con la cantidad final influirá en la sostenibilidad del proceso: económica y ambiental, pues se persigue reducir el coste asociado al coagulante, así como el residuo que queda en el lodo o su efecto tóxico en el vertido.
- Tiempos de agitación y sedimentación, con el fin de minimizar energía y tiempo requerido.

Se puede observar que las condiciones 2-4 y 1-3 se comportan de forma similar entre sí, por lo que se decide que las más adecuadas por el menor coste energético (menor tiempo de tratamiento), serían las condiciones 2 y 3.

Finalmente, entre las dos últimas, las condiciones 2 son las que dan mejores resultados en cuanto a depuración.

Por otra parte, para las condiciones elegidas (2), se observa que varias concentraciones de coagulantes se comportan de forma análoga, es decir, obteniendo rendimientos de depuración similares en la mayoría de parámetros:

- DEFLOCAR 0,4 (mM).
- Cloruro férrico 400-500 (mg/L).
- Sulfato de aluminio 400-500 (mg/L).

En definitiva, partiendo de los factores anteriormente indicados a tener en cuenta en la elección y fijadas las condiciones de C-F-s, el coagulante más eficaz (nivel de eliminación medio-alto para todos los parámetros con respecto al blanco), a una menor concentración y, por tanto, baja producción de los lodos, y que no provoca un aumento de la conductividad es el DEFLOCAR a concentraciones de 0,4 mM.

4.2. Experimentos de flujo escalonado.

El estudio de la filtrabilidad del agua residual en el presente TFG se ha llevado a cabo por medio de experimentos de corta duración, de flujo escalonado aplicando velocidades de giro del módulo diferentes, a modo de método físico de limpieza de la membrana.

Estos experimentos de corta duración de flujo escalonado se basan en aumentar el flujo en intervalos constantes durante un tiempo fijo para cada escalón de flujo. Esto conlleva, por lo general, una evolución suave de la TMP a flujos bajos y, un aumento continuo de la TMP una vez sobrepasado el flujo crítico [35]. Los escalones de flujo aplicados han sido de 4 (L/h.m²) para la realización de estas pruebas.

Se puede operar a flujo constante prácticamente sin observar un aumento considerable de la TMP (a flujos bajos), es decir, se produce un bajo ensuciamiento o incluso un ensuciamiento que puede considerarse poco significativo. Sin embargo, a flujos mayores, si podemos apreciar un aumento significativo de la TMP, lo que equivale a un ensuciamiento de la membrana más importante. El tránsito de una situación a otra se utiliza para definir el flujo crítico (J_c). Este parámetro se puede definir como un flujo límite por debajo del cual el

ensuciamiento es despreciable (no aumenta la TMP en el tiempo de escalón) y, por encima del cual, el ensuciamiento comienza a ser apreciable. Este fenómeno indica que existe una semejanza en el ensuciamiento al operar en flujos subcríticos y en flujos al filtrar agua limpia o blanca [36]. No obstante, para el caso de aguas residuales domésticas estos flujos subcríticos no se pueden comparar exactamente con el producido al filtrar aguas limpias debido a la presencia de partículas en la superficie de la membrana, por lo que se ha pasado a definir de una manera más exacta: "Operación de filtración estable, es decir, de permeabilidad constante" [37].

Siguiendo la metodología de flujo escalonado propuesta por Le-Clech et al., con la excepción de introducir el giro, sobre su mismo eje, del módulo de membranas para restaurar sus condiciones iniciales [38], se ha establecido el objetivo de estos ensayos. Dicho objetivo ha consistido en evaluar el efecto del giro en la dispersión del ensuciamiento depositado sobre y en la membrana durante un ciclo de filtración (este ciclo engloba tanto el aumento escalonado del flujo como la disminución del mismo). Esto es lo que se denomina, la componente reversible del ensuciamiento. Su estudio permite determinar la velocidad de giro que produce los mejores resultados en cuanto a eliminación del ensuciamiento reversible y, dichas condiciones de operación: velocidad de giro, flujo crítico, flujo de retrolavado, etc. se tomarán de referencia para desarrollar la segunda parte experimental.

Cabe destacar que dichos ensayos se han realizado para dos alimentaciones o aguas residuales diferentes: agua residual doméstica sin pre-clarificar y agua residual doméstica pre-clarificada mediante coagulación-floculación-sedimentación.

Las condiciones de trabajo seguidas en estos ensayos (flujo, tiempo de retrolavado, etc.) están recogidas en el apartado 3.7.1 de "Materiales y Métodos".

4.2.1. Experimentos de flujo escalonado con agua residual doméstica sin pre-clarificar.

El análisis del ensuciamiento experimentado por el módulo de membranas se ha realizado a partir de los datos de presión transmembrana inicial del ciclo (TMP_i) y de la velocidad de ensuciamiento (r_f).

El parámetro TMP_i se ha obtenido a partir de los datos brutos de la figura 4.21, donde se pueden ver los escalones típicos de este tipo de experimento. Este valor de la presión inicial de cada escalón sería la TMP_i . Por otro lado, la r_f también se ha calculado a partir de la misma figura 4.21, a partir de la siguiente ecuación:

$$r_f = \frac{\Delta TMP}{\Delta t} = \frac{TMP_f - TMP_i}{t_f - t_i}$$

Ecuación 4.2.

Donde: TMP_f : presión final de cada escalón; t_i : tiempo al que se toma la TMP_i ; t_f : tiempo al que se toma la TMP_f .

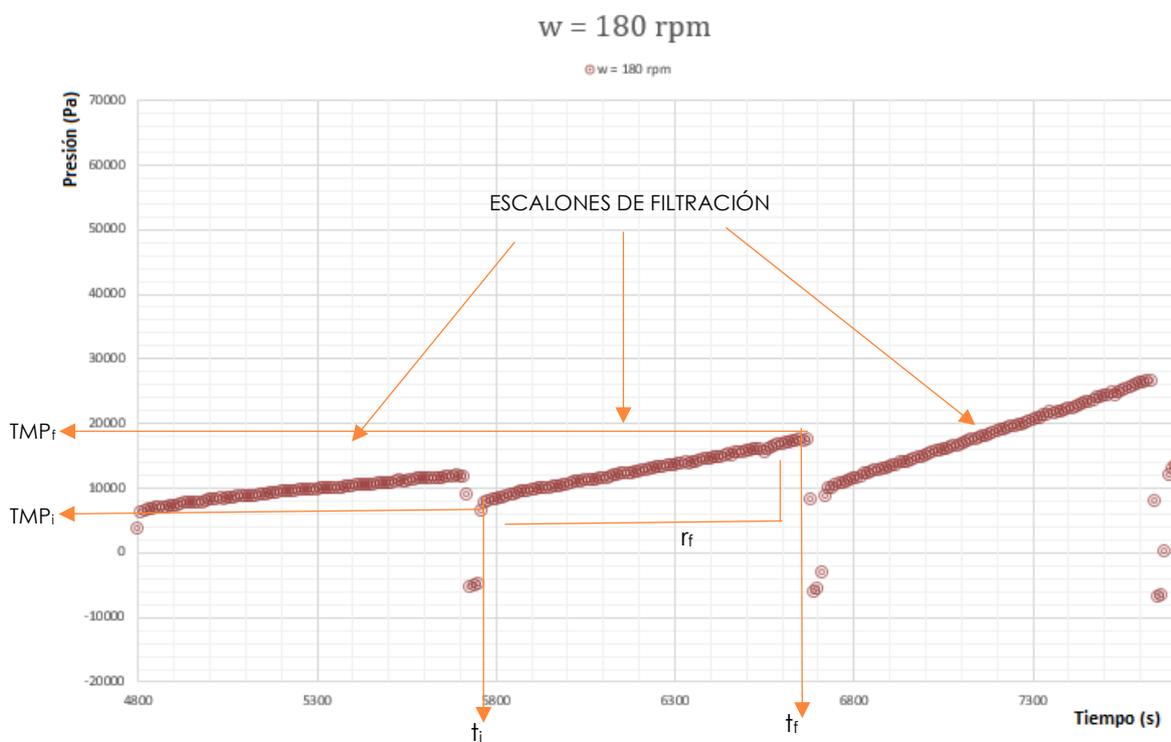


Figura 4.21. Experimento bruto de flujo escalonado para la velocidad de 180 rpm en un tramo de tiempo determinado.

Como se ha comentado anteriormente, los experimentos escalonados se realizan con el objetivo de establecer los parámetros de flujo, velocidad de giro... para los experimentos de larga duración. A fin de establecer estos parámetros, se recopilan los valores de TMP_i para cada velocidad de giro y se representan conjuntamente para ver su evolución:

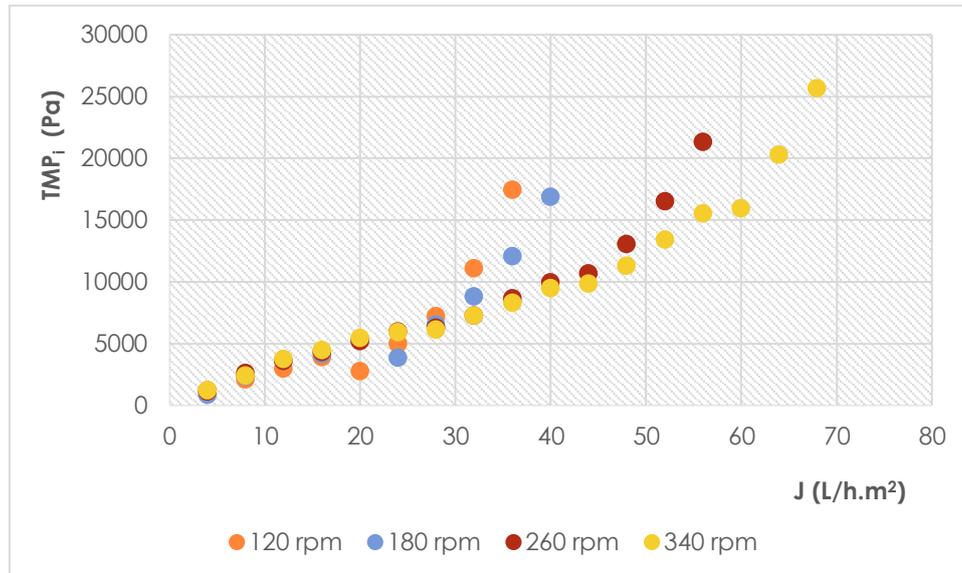


Figura 4.22. Presión transmembrana inicial frente al flujo para diferentes velocidades de giro del módulo de membranas.

La TMP_i es un parámetro que se puede relacionar de forma directa con el ensuciamiento depositado sobre y en la membrana. En la figura 4.22, podemos observar como a flujos menores tenemos una TMP_i baja y, a medida que este flujo va aumentando, aumenta el valor de la presión. Se puede observar que esta relación deja de ser lineal, indicando un posible ensuciamiento.

La velocidad de giro en el módulo de membranas genera esfuerzos cortantes y turbulencias en las inmediaciones de la superficie de la membrana que permite controlar el ensuciamiento. A mayor velocidad de giro, más esfuerzos y turbulencia se generan y esto provoca, como podemos apreciar en la figura 4.22, que la curva exponencial representada sea más suave según va aumentando la velocidad de giro.

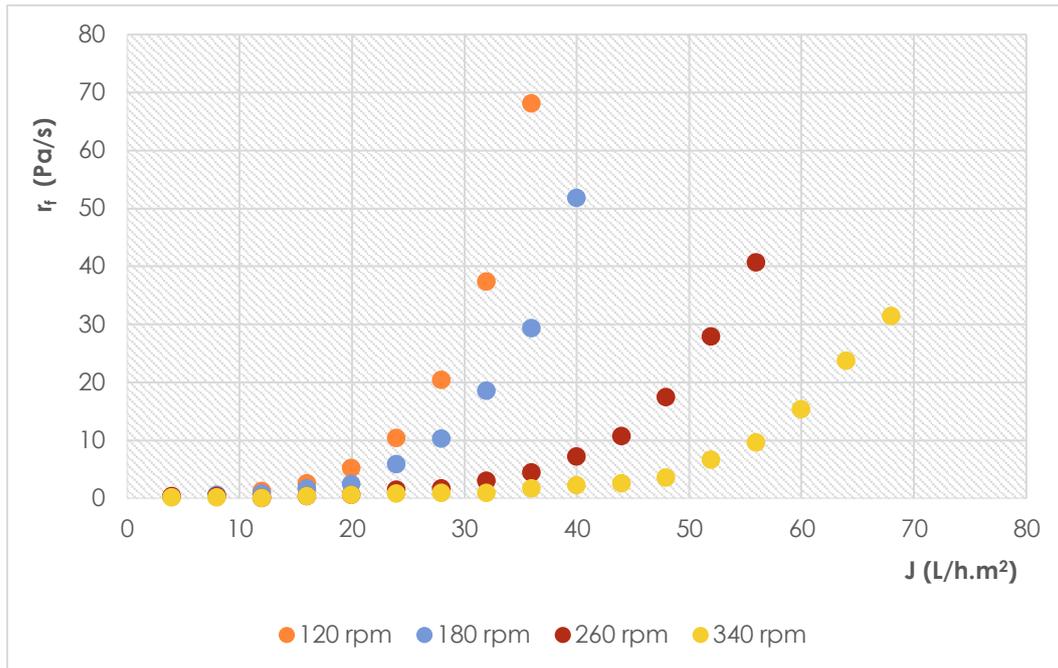


Figura 4.23. Velocidad de ensuciamiento frente al flujo para diferentes velocidades de giro del módulo de membranas.

Con respecto a la velocidad de ensuciamiento, su evolución nos permite determinar el flujo crítico, tal y como se ha definido en el apartado anterior (4.2). Para el caso en estudio, se ha establecido el valor del flujo crítico cuando el incremento de las velocidades de ensuciamiento supera los 1,20 (Pa/s).

En la siguiente Tabla se resumen los valores de J_c estimados para cada velocidad de giro:

Tabla 4.1. Valores de J_c para las diferentes velocidades de giro del módulo en agua sin pre-clarificar.

Velocidad de giro (rpm)	J_c (L/h.m ²)
120	12
180	12
260	20
340	32

4.2.2. Experimentos de flujo escalonado con agua residual doméstica pre-clarificada por coagulación-floculación-sedimentación

Para los experimentos de flujo escalonado con agua residual doméstica pre-clarificada se ha realizado el mismo procedimiento de análisis.

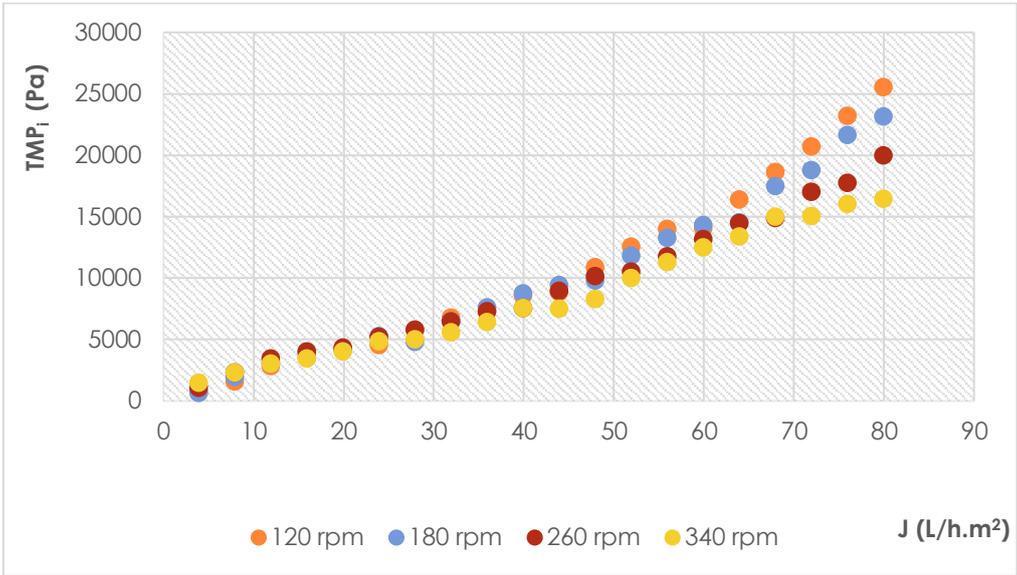


Figura 4.24. Presión transmembrana inicial frente al flujo para diferentes velocidades de giro del módulo de membranas.

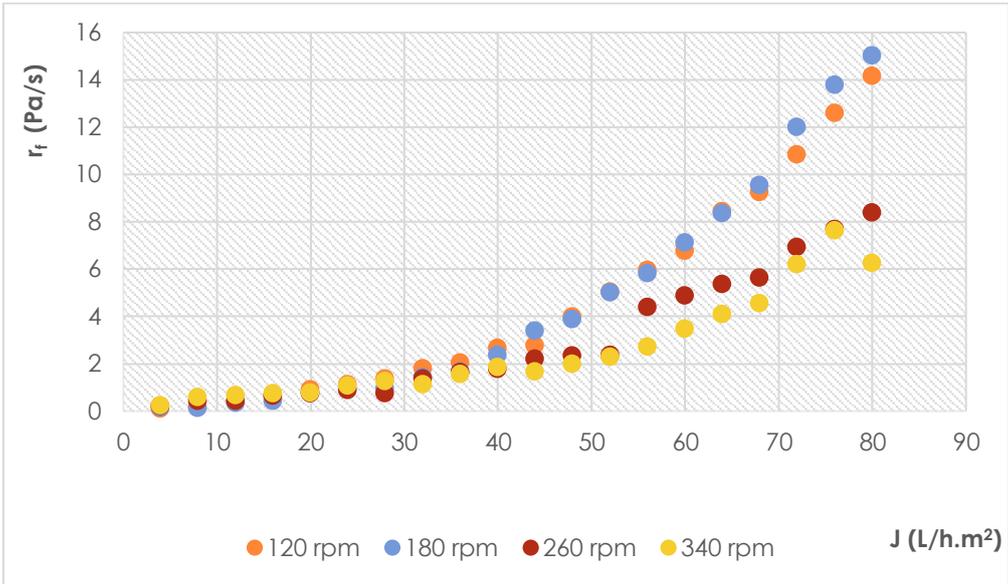


Figura 4.25. Velocidad de ensuciamiento frente al flujo para diferentes velocidades de giro del módulo de membranas.

Las figuras 4.24 y 4.25 son prácticamente iguales a las figuras 4.22 y 4.23, pero con una diferencia importante:

El pretratamiento del agua residual por C-F-S provoca que el agua alimentada a las membranas tenga menos partículas en suspensión, provocando a su vez un menor ensuciamiento sobre y en la membrana debido a este tipo de partículas. Este fenómeno se puede observar al comparar el valor de la TMP_i o de la r_f para un mismo flujo. En los experimentos de agua pre-clarificada el valor de estos parámetros es menor que en los experimentos con agua sin pre-clarificar.

Por otro lado, los esfuerzos cortantes y las turbulencias aumentarán también a mayor velocidad de giro del módulo como ocurría con la alimentación sin pre-clarificar (Figura 4.24). En la Tabla 4.2 se resumen los valores de flujo crítico obtenidos para esta alimentación.

Tabla 4.2. Valores de J_c para las diferentes velocidades de giro del módulo en agua pre-clarificada.

Velocidad de giro (rpm)	J_c (L/h.m ²)
120	24
180	28
260	28
340	32

Como conclusión se establecen los parámetros de los experimentos en continuo: velocidad de giro del módulo: 340 (rpm), ya que es la velocidad de giro que contribuye de mejor forma a la limpieza física del módulo. Como flujo de permeado se establece para agua pre-clarificada: 24 (L/h.m²). Se ha escogido este valor para trabajar en condiciones conservativas, de flujo sub-crítico por debajo del flujo crítico (32 L/h.m²), y asegurar que el ensuciamiento no aumentará de forma drástica durante la duración de los experimentos continuos, ya que esto es lo que ocurrirá a trabajar a flujos por encima del crítico.

4.3. Experimentos de flujo continuo con agua pre-clarificada.

Una vez establecida la velocidad de giro del módulo de membranas en 340 (rpm) y el flujo de permeado en 24 (L/h.m²) en los experimentos de flujo escalonado, se ha pasado a realizar los ensayos en continuo. Estos experimentos han tenido una duración aproximada de 5 días. Las condiciones de operación aplicadas (flujo de retrolavado, tiempos, etc.) se presentan en el apartado 3.7.2 de "Materiales y Métodos" del presente TFG.

Se han realizado 5 experimentos en continuo, con las siguientes características:

- Experimento continuo con giro del módulo de membranas durante toda la duración del experimento, con retrolavado y sin relax **(A)**.
- Experimento continuo con giro del módulo de membranas solamente durante la realización del retrolavado, sin relax **(B)**.
- Experimento continuo con giro en el módulo de membranas durante la realización del retrolavado y del relax (1,5) **(C)**.
- Experimento continuo con giro en el módulo de membranas durante la realización del retrolavado y del relax (3 min) **(D)**.
- Experimento continuo con giro en el módulo de membranas durante la realización del retrolavado y del relax (5 min) **(E)**.

Partiendo de las figuras 4.26 y 4.27, observamos la forma típica de los experimentos continuos, y una diferencia clara entre los experimentos con relax y sin relax.

En general, en todas las gráficas podemos ver 3 zonas claramente diferenciadas. La zona de filtración del proceso (parte superior de las gráficas), la zona de retrolavado del proceso (parte inferior de las gráficas) y zona de transición entre filtración, retrolavado y relax (parte media de las gráficas). Además, la diferencia clara entre ambos tipos de experimentos es la aparición del relax en una con respecto a la otra, nótese en la estabilidad de la zona media de la figura 4.27, donde se aprecia una presión nula, ya que no se realiza ni filtración ni retrolavado.

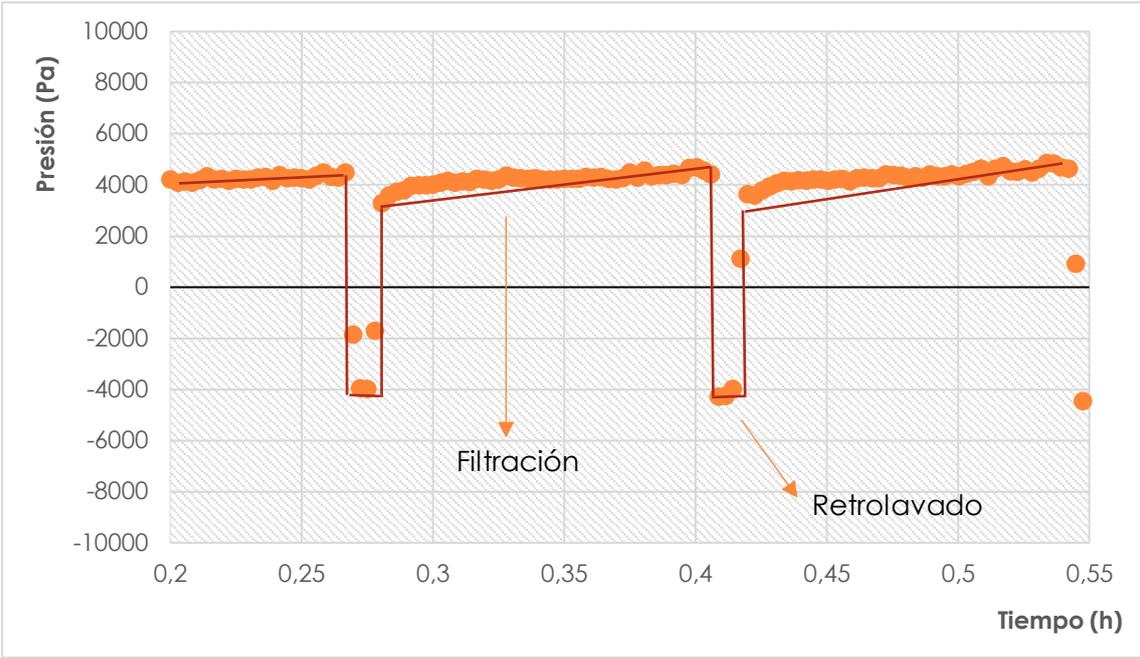


Figura 4.26. Forma típica de los experimentos de filtración en continuo sin relax.

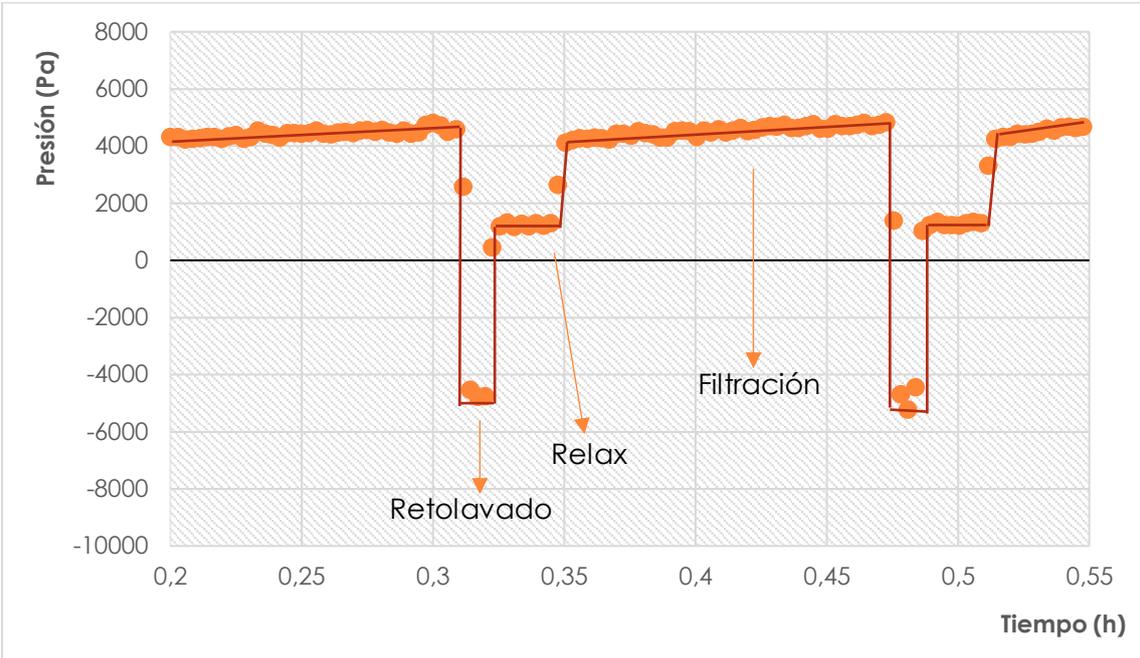


Figura 4.27. Forma típica de los experimentos de filtración en continuo con relax.

Por otro lado, a medida que el experimento va avanzando, va incrementándose el ensuciamiento de la membrana, esto ocurre por la colmatación de sólidos en suspensión en la superficie de la membrana y, por qué el tratamiento físico aplicado no permite eliminar toda la suciedad que se va incrustando a lo largo del tiempo. Otra diferencia clara es la variación de la presión: en el experimento sin relax (fig. 4.28), observamos que la presión llega a valores mayores (en torno a 6741,6 (Pa)) que en el experimento con relax (en torno a 6126,3 (Pa)) (fig. 4.29). Cabe destacar que esta diferencia ya es apreciable en las primeras 12 horas de trabajo y, a medida que transcurre el tiempo, la diferencia será mayor. Esto ocurre debido a que, al añadir el relax, se está realizando una mayor limpieza física al módulo de membranas. Esto ocurre puesto que el relax permite re-dispersar parte de la materia orgánica depositada en la superficie de la membrana, gracias al gradiente de concentración y al efecto de la gravedad [31].

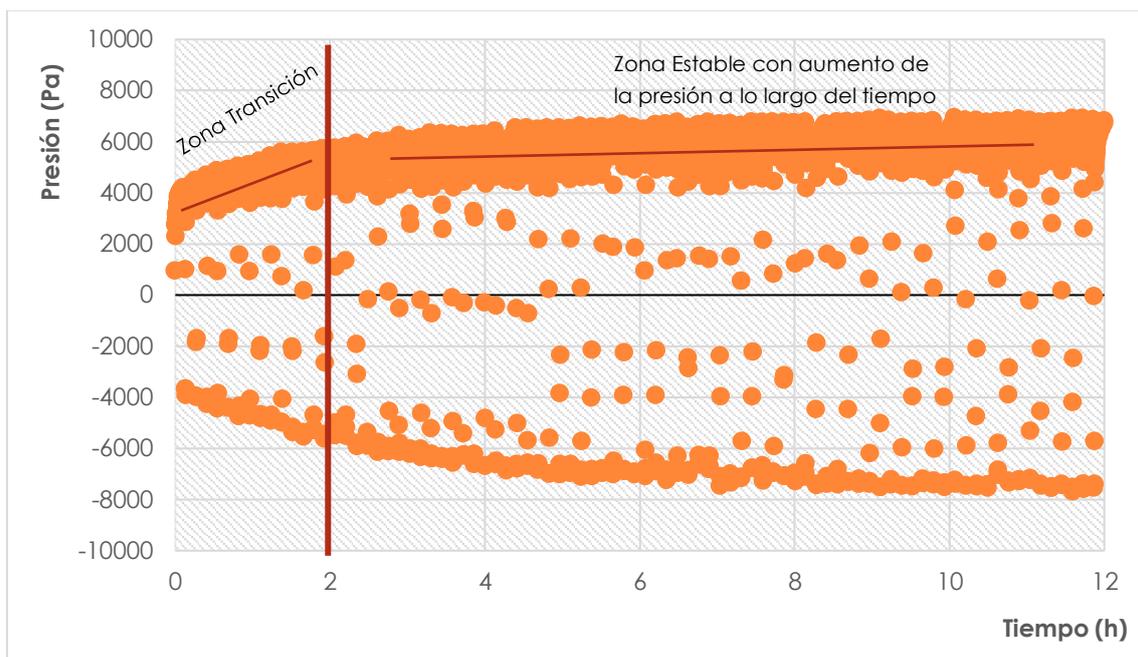


Figura 4.28. Experimento continuo (primeras 12 horas) con giro del módulo de membranas solamente en la realización del retrolavado, sin relax.

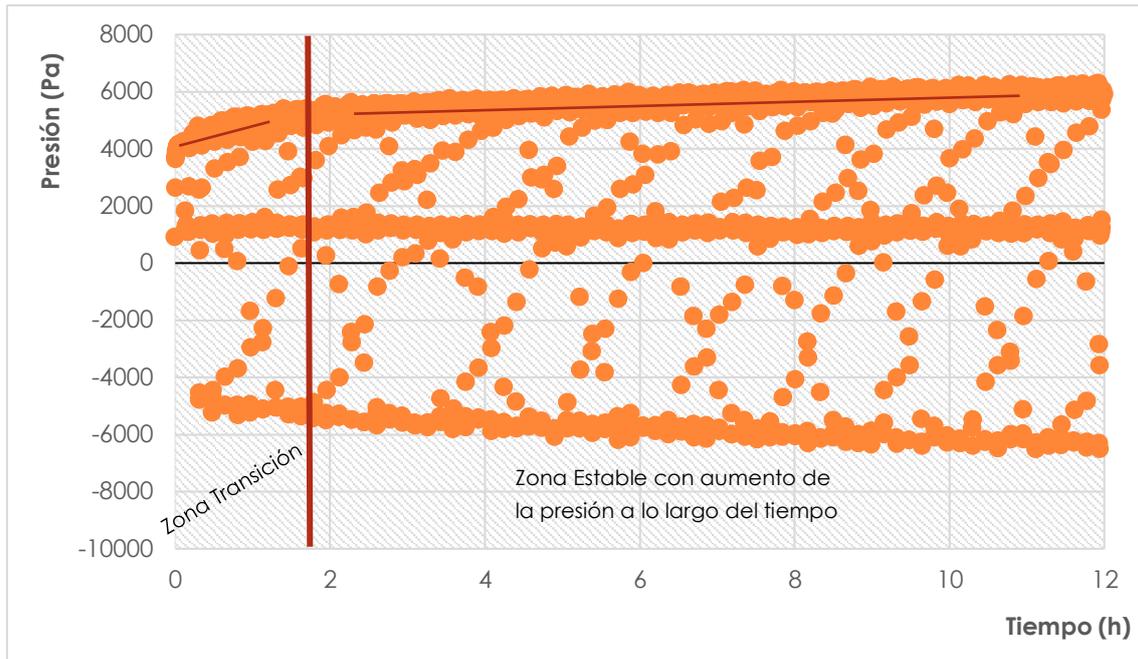


Figura 4.29. Experimento continuo (primeras 12 horas) con giro del módulo de membranas en el retrolavado y en el relax (1,5 min).

Un aspecto importante a tener en cuenta en los experimentos continuos es el flujo neto (J_{NETO}). Este parámetro se establece con el fin de saber cuánto es el flujo real de permeado que se está obteniendo, ya que pone en relación el flujo de permeado establecido y el flujo que se está perdiendo debido a la aplicación del retrolavado y del relax. El J_{NETO} viene establecido por:

$$J_{NETO} = \frac{(J \cdot t_F) - (J_B \cdot t_B)}{t_F + t_B + t_R}$$

Ecuación 4.3.

Donde: J es el flujo de permeado, t_F es el tiempo de filtración, J_B es el flujo de retrolavado, t_B es el tiempo de retrolavado y t_R es el tiempo de relax.

Se trata de un parámetro bastante importante sobre todo a la hora de trasladar un proceso experimental, de escala laboratorio a escala piloto o industrial. Esto es debido a trabajar con flujos predeterminados. Es decir, que para lograr el flujo deseado habrá que adaptar las características de filtración, retrolavado y relax, así como la superficie de la membrana a utilizar para lograr tratar el caudal de agua residual previsto o requerido por la explotación.

Para concretar:

- $J = 24 \text{ (L/h.m}^2\text{)}$.
- $t_F = 450 \text{ (s)} = 0,125 \text{ (h)}$.
- $J_B = 60 \text{ (L/h.m}^2\text{)}$.
- $t_B = 30 \text{ (s)} = 8,33 * 10^{-3} \text{ (h)}$.
- $t_R = 5 \text{ (min)} = 0,083 \text{ (h)}$; $3 \text{ (min)} = 0,05 \text{ (h)}$; $1,5 \text{ (min)} = 0,025 \text{ (h)}$.

Por lo que los J_{NETO} resultantes para los experimentos en continuo son:

Para el caso de los experimentos sin relax:

$$J_{NETO} = \frac{(J*t_F)-(J_B*t_B)}{t_F+t_B} = \frac{(24*0,125)-(60*8,33*10^{-3})}{0,125+8,33*10^{-3}} = 18,76 \left(\frac{L}{h*m^2} \right).$$

Para el caso del experimento con relax de 1,5 min:

$$J_{NETO} = \frac{(J*t_F)-(J_B*t_B)}{t_F+t_B+t_R} = \frac{(24*0,125)-(60*8,33*10^{-3})}{0,125+8,33*10^{-3}+0,025} = 15,79 \left(\frac{L}{h*m^2} \right).$$

Para el caso del experimento con relax de 3 min:

$$J_{NETO} = \frac{(J*t_F)-(J_B*t_B)}{t_F+t_B+t_R} = \frac{(24*0,125)-(60*8,33*10^{-3})}{0,125+8,33*10^{-3}+0,05} = 13,64 \left(\frac{L}{h*m^2} \right).$$

Para el caso del experimento con relax de 5 min:

$$J_{NETO} = \frac{(J*t_F)-(J_B*t_B)}{t_F+t_B+t_R} = \frac{(24*0,125)-(60*8,33*10^{-3})}{0,125+8,33*10^{-3}+0,083} = 11,54 \left(\frac{L}{h*m^2} \right).$$

Con el objetivo de comparar los 5 experimentos continuos realizados, se han representado todos en la misma gráfica:

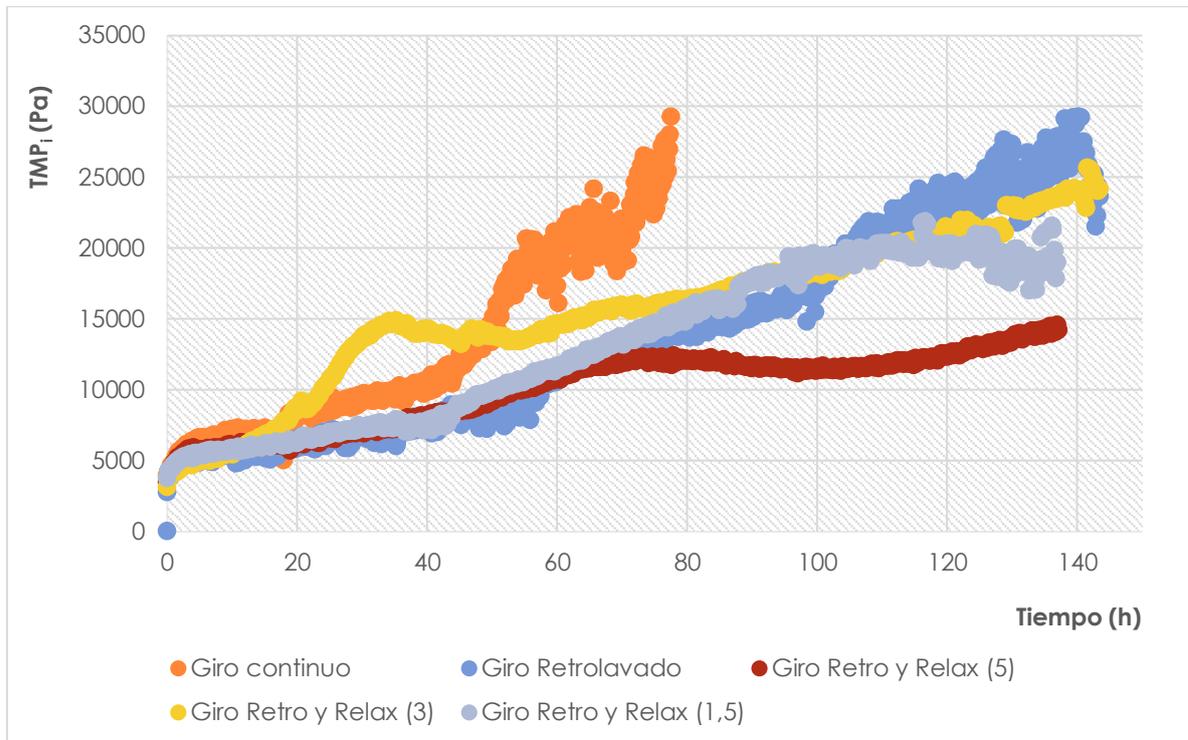


Figura 4.30. Representación de la TMP_i frente al tiempo para los 5 experimentos continuos realizados.

En la figura 4.30 se puede ver la diferencia en la variación de la TMP_i de un experimento con respecto a los demás.

Como bien se ha comentado con anterioridad en los experimentos escalonados, la TMP_i es un dato que nos da referencia del ensuciamiento que se da sobre y en la membrana y, por tanto, de la eficacia de la limpieza física del módulo en cada ensayo.

Pero la limpieza física aplicada durante el proceso de ultrafiltración no es suficiente, ya que hay una parte de la materia en suspensión presente en el agua residual que se quedará retenida en la membrana (ensuciamiento irreversible). Esto lo vemos en el aumento de la TMP_i a lo largo del tiempo, ya que se trabaja a flujos, tiempos de filtración, tiempos de retrolavado y tiempos de relax fijos. Entonces, el aumento de la presión transmembrana es debido a un aumento del ensuciamiento de la membrana puesto que con el tratamiento físico aplicado no

se logra eliminar todas las partículas que se quedan retenidas en la superficie de la membrana.

Analizando la gráfica 4.30, vemos que las condiciones más eficaces implican añadir el relax, ya que a parte del retrolavado y del giro, se está añadiendo un nuevo tipo de limpieza física. Y, además, cuanto más tiempo de relax, más eficaz con respecto a la limpieza. Esto se debe básicamente a que, al aumentar el tiempo de relax, se está aumentando a su vez el tiempo de limpieza sobre el módulo giratorio. Pero con respecto a la productividad, al añadir más tiempo de relax se ve afectado el flujo neto de filtración (disminuye), por lo que aumentar mucho este parámetro provocará la necesidad de plantas de tratamiento mayores para conseguir el flujo neto que se desee.

Además, tiene como punto negativo adicional, la necesidad de aumentar el tiempo de relax, está aumentando el coste energético del tratamiento, ya que el módulo de membranas se encuentra en movimiento durante el proceso de retrolavado y relax, produciendo un gasto mayor de energía.

4.4. Rendimiento de separación.

Para todos los experimentos en continuo, se ha llevado a cabo un análisis de las características del agua durante los mismos, con el fin de cuantificar el rendimiento de depuración proporcionado y analizar el cumplimiento de las normas de vertido a dominio público hidráulico (DPH) [3] o al mar [5]. Los resultados obtenidos se recogen en las siguientes tablas:

Tabla 4.8. Depuración del permeado con respecto al agua de entrada para el experimento continuo **(A)**.

Parámetros	Agua inicial	Permeado
DQO _s (mg/L)	238	87,15 ± 6,85
TOC (mg/L)	76,69	23,09 ± 0,085
Turbidez (NTU)	579	0,59 ± 0,025
pH	7,76	8,37 ± 0,075
Cond. (µS/cm)	1890	1665 ± 5

Tabla 4.9. Depuración del permeado con respecto al agua de entrada para el experimento continuo **(B)**.

Parámetros	Agua inicial	Permeado
DQO _s (mg/L)	319	84,45 ± 13,25
TOC (mg/L)	46,57	21,65 ± 5,4
Turbidez (NTU)	343	1,61 ± 1,4
pH	7,54	8,18 ± 0,23
Cond. (μS/cm)	1880	1675,5 ± 95,5

Tabla 4.10. Depuración del permeado con respecto al agua de entrada para el experimento continuo **(C)**.

Parámetros	Agua inicial	Permeado
DQO _s (mg/L)	71,2	35,93 ± 10,8
TOC (mg/L)	25,33	11,19 ± 4,2
Turbidez (NTU)	81,4	1,33 ± 1,3
pH	7,76	8,09 ± 0,13
Cond. (μS/cm)	985	966,75 ± 30

Tabla 4.11. Depuración del permeado con respecto al agua de entrada para el experimento continuo **(D)**.

Parámetros	Agua inicial	Permeado
DQO _s (mg/L)	252	91,95 ± 5,6
TOC (mg/L)	74,33	21,51 ± 4,8
Turbidez (NTU)	398	2,29 ± 1,3
pH	7,63	8,48 ± 0,1
Cond. (μS/cm)	2010	1860 ± 20

Tabla 4.12. Depuración del permeado con respecto al agua de entrada para el experimento continuo **(E)**.

Parámetros	Agua inicial	Permeado
DQO _s (mg/L)	210	79,35 ± 36

TOC (mg/L)	38,24	22,41 ± 6,7
Turbidez (NTU)	647	1,65 ± 1,45
pH	7,9	8,44 ± 0,10
Cond. (µS/cm)	1889	1706,5 ± 101,5

Los parámetros evaluados en el permeado cumplen los valores exigidos para vertido tanto a DPH como a mar.

5. Diseño de una planta piloto de ultrafiltración directa con coagulación previa.

Partiendo de los resultados obtenidos en el estudio del presente TFG, se ha desarrollado el diseño preliminar de una planta piloto de UFD para operar y experimentar en la EDAR de Valle-Guerra (Noreste de Tenerife).

Los datos de diseño considerados han sido los siguientes:

- Flujo Neto (J_{NETO}): 15,79 (L/h.m²).
- Tiempo de coagulación: 1 (min).
- Tiempo de floculación: 9 (min).
- Tiempo de sedimentación: 15 (min).
- Tiempo de retención hidráulico tanque de pretratamiento, TRH: 1+9+15 = 25 (min).
- TRH del tanque de membranas: $t_{filtración} + t_{retrolavado} + t_{relax} = 7,5 + 0,5 + 1,5 = 9,5$ (min).
- Altura del módulo de membrana: 0,5 (m).
- Área de la membrana = 0,9 (m²).

Para permitir el correcto giro del módulo, el tanque de membranas se ha diseñado de forma que tenga una capacidad de 60 (L) y un diámetro interno de 0,3 (m). Estos datos, y las características del módulo de membranas a emplear, se han determinado a partir de estudios anteriores [39]. En este estudio se eligió un depósito de 50 (L), pero por seguridad y para facilitar la operación se ha aumentado en 10 (L) es decir, 60 L de volumen.

Cálculos:

Considerando un depósito cilíndrico con diámetro de 0,3 (m) y un volumen de 60 (L), las dimensiones del tanque de membranas serán:

$$Sección_{Tanque} = \frac{\pi}{4} * D^2 = \frac{\pi}{4} * (0,3)^2 = 0,07 \text{ (m}^2\text{)}.$$

$$\begin{aligned} \text{Volumen necesario para el módulo} &= h_{mod} * Sección_{Tanque} = 0,5 \text{ (m)} * 0,07 \text{ (m}^2\text{)}. \\ &= 0,035 \text{ (m)}^3 = 35 \text{ (L)}. \end{aligned}$$

Partiendo del J_{NETO} y del área de membrana indicada:

$$Q_{alimentación} = J_{NETO} * Área = 15,79 \left(\frac{L}{h.m^2} \right) * 0,9 \text{ (m}^2\text{)} = 14,21 \left(\frac{L}{h} \right) \approx 15 \left(\frac{L}{h} \right).$$

Será necesario producir 15 (L/h) mediante el proceso de coagulación-floculación-sedimentación para alimentar el tanque de membranas. Por otra parte, como el volumen que ocuparía un módulo de membranas sería 35 L, de los 60 (L) del tanque se dispondrán 10 (L) en la parte inferior para el depósito de partículas sedimentables y 15 (L) en la parte superior del tanque, que serán los alimentados por el tanque de pretratamiento para que la membrana siempre esté sumergida.

$$h_{fondo} = \frac{Volumen_{fondo}}{Sección_{Tanque}} = \frac{0,01 (m^3)}{0,07 (m^2)} = 0,14 (m).$$

$$h_{cabeza} = \frac{Volumen_{cabeza}}{Sección_{Tanque}} = \frac{0,015 (m^3)}{0,07 (m^2)} = 0,21 (m).$$

$$Volumen_{Tanque} = \frac{\pi}{4} * D^2 * (0,14 + 0,5 + 0,21) = 0,060 (m^3).$$

Tanque de membranas:

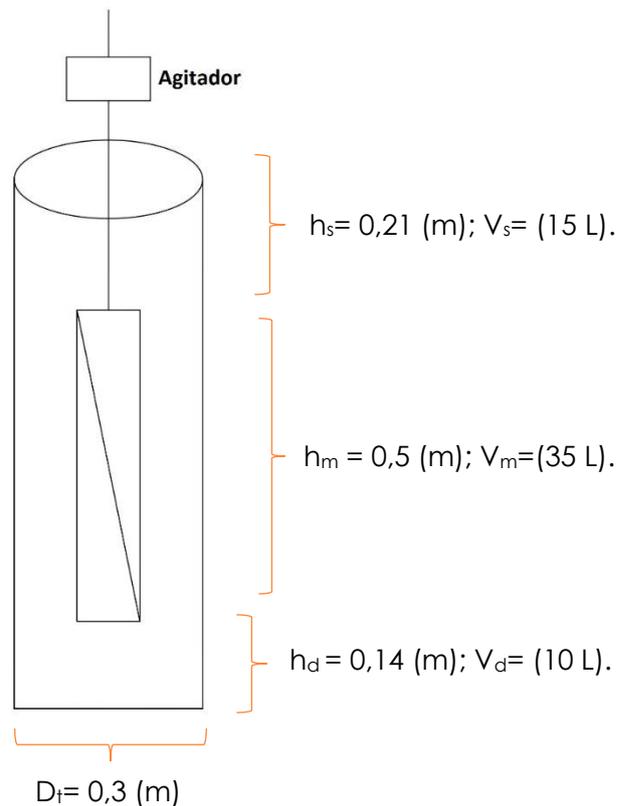


Figura 5.1. Dimensiones Tanque de membranas

Una vez que se ha dimensionado el tanque de membranas y determinado el caudal de alimentación necesario a dicho tanque, se ha de dimensionar el tanque de coagulación-floculación-sedimentación.

$$TRH = \frac{V}{Q}; 25 \text{ (min)} = 0,42 \text{ (h)} = \frac{V}{15 \left(\frac{L}{h}\right)}; V = 6,3 \text{ (L)}$$

A este volumen añadimos un sobredimensionamiento de 8 (L) por seguridad. Dado que en los experimentos de laboratorio se ha estimado que se produce una cantidad de lodos de un 20% del volumen total tratado:

$$V_{\text{lodos}} = 8 \text{ (L)} * 0,20 = 1,6 \text{ (L)} = 0,0016 \text{ (m}^3\text{)}.$$

$$V_{\text{(parte superior)}} = 8 \text{ (L)} - 1,6 \text{ (L)} = 6,4 \text{ (L)} = 0,0064 \text{ (m}^3\text{)}.$$

El tanque de coagulación-floculación-sedimentación tendrá una forma específica para facilitar la retirada efectiva de los lodos por la parte inferior del tanque.

Cálculo de las dimensiones del cubo superior del tanque de pretratamiento:

$$V_{\text{cubo}} = x^3 = 0,0064 \text{ (m}^3\text{)}; x = \sqrt[3]{0,0064} = 0,186 \text{ (m)}.$$

Cálculo de la zona de sedimentación (pirámide con base cuadrada):

$$V_{\text{pirámide}} = (L^2 \cdot h) / 3; 0,0016 \text{ (m}^3\text{)} = ([0,186]^2 \cdot h) / 3; h = 0,139 \text{ (m)}.$$

El diagrama de la unidad sería el siguiente:

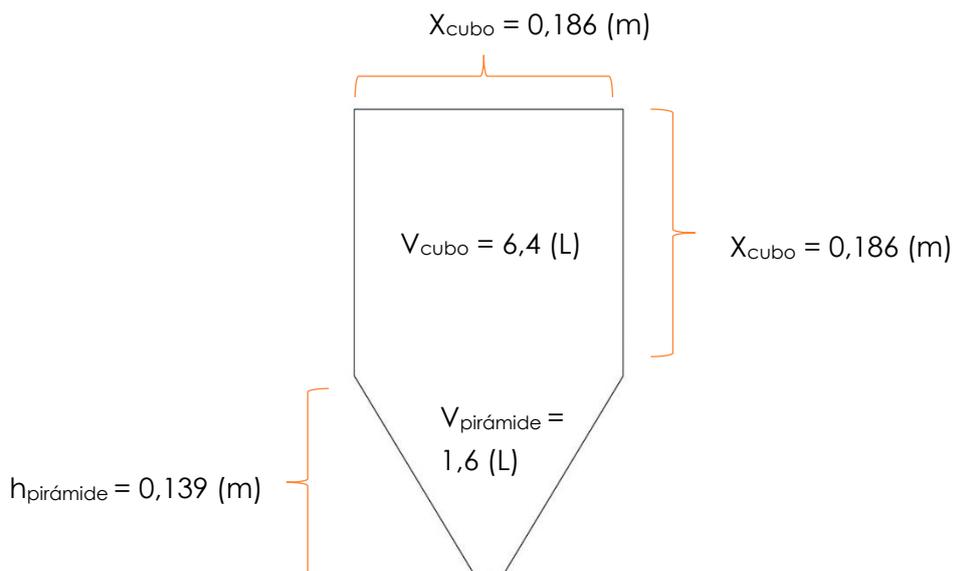


Figura 5.2. Dimensiones Tanque de Pretratamiento.

Diagrama completo:

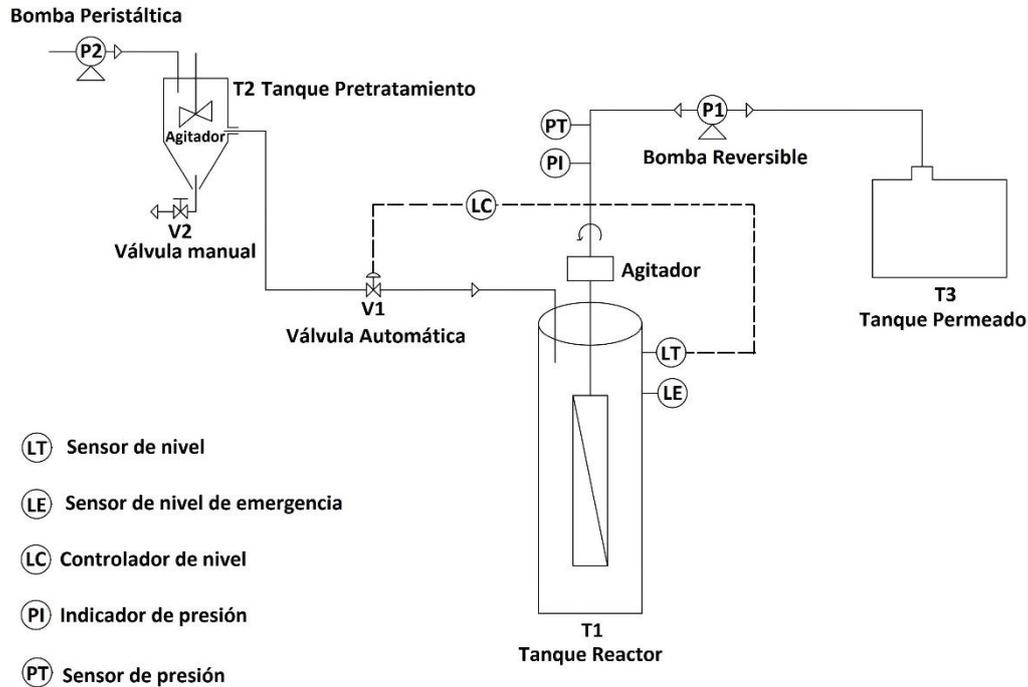


Figura 5.3. Diagrama de la planta piloto experimental diseñada.

La alimentación al T2 está controlada por una bomba peristáltica (P2), la cual cada 30 (min) llena dicho tanque para comenzar el pretratamiento por coagulación-floculación-sedimentación. Cuando este tratamiento ha finalizado, se abre una válvula manualmente (V2), por la cual se purgan los lodos generados y, por otro lado, por la acción de la gravedad pasa el sobrenadante al T1, en donde tendrá lugar el proceso de filtración.

El proceso de filtración se realizará a flujo constante ($J_{NETO} = 15,79 \text{ (L/h.m}^2\text{)}$) a través de una bomba reversible (P1) que permite tanto la filtración como el retrolavado. El permeado resultante se almacenará en el T3.

El sistema está controlado por sensores de presión y de nivel. Un sensor de presión (PT) que nos indica en todo momento la presión de la membrana y, con ello, el nivel de ensuciamiento que tiene. Un sensor de nivel (LT) que acciona una válvula automática (V1) para mantener la cantidad de agua necesaria en el T1. Además, este tanque tiene una alarma de nivel de seguridad (LE) que hará parar el sistema

cuando se active; esta alarma está presente para asegurar en todo momento que la membrana esté sumergida.

La limpieza y mantenimiento de los tanques y membrana se realizará de forma manual.

6. Conclusiones/Conclusions.

Conclusiones:

Partiendo de los experimentos realizados y los resultados obtenidos a lo largo del desarrollo del presente TFG, la ultrafiltración directa, con un pretratamiento previo de coagulación-floculación-sedimentación, se presenta como una tecnología que puede satisfacer de forma óptima las necesidades de depuración de pequeñas poblaciones.

Con respecto al pretratamiento, después de analizar tres coagulantes (FeCl_3 , $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ y DEFLOCAR) y 4 condiciones diferentes se puede concluir que:

- En base a las cantidades a usar y su efecto sobre los parámetros principales de calidad de las aguas, el coagulante con mejor comportamiento es el DEFLOCAR (0,4 mM). Además, el FeCl_3 y $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ provocan un aumento considerable de la conductividad eléctrica del agua, mientras que en los ensayos realizados con DEFLOCAR su valor disminuía ligeramente. Esto puede ocurrir debido a la suposición de que es una sustancia bastante estable, si bien al estar patentada su composición no se puede precisar la base de este comportamiento.
- Las mejores condiciones de clarificación por acción de DEFLOCAR son: 1 min de coagulación a 245 rpm; 9 min de floculación a 45 rpm; 15 min de sedimentación. Esto se debe, por un lado, a que son las condiciones que aportan el menor tiempo de retención hidráulico (TRH), concretamente un TRH de 25 (min). A la vez que proporciona buenos valores de calidad obtenidos en el sobrenadante para dichas condiciones (DQO, SST, TURBIDEZ...).

De los experimentos de corta duración se ha obtenido:

- A mayor velocidad de giro del módulo de membrana, mayor cantidad de materia en suspensión es dispersada. Esto supone que las altas velocidades de rotación proporcionan mayores efectos cortantes en la superficie de la membrana y, con ello, un mayor grado de limpieza. Se han experimentado diferentes velocidades en los experimentos escalonados con el fin de elegir el óptimo para los experimentos en continuo, concretamente 340 revoluciones por minuto (rpm).

- A partir de los ensayos de flujo escalonado se determinó el flujo crítico en 32 (L/h.m²) para un agua de alimentación ya pre-clarificada. A partir de este flujo, el ensuciamiento comienza a ser apreciable, por lo que se estableció como flujo de trabajo para los ensayos en continuo, un flujo inferior al crítico: 24 (L/h.m²).

De los experimentos de larga duración se concluye que:

- La aplicación de métodos de limpieza física adicional proporciona un nivel de ensuciamiento menor, aunque cuando va pasando el tiempo se llega al mismo nivel de ensuciamiento debido a que los tratamientos físicos aplicados no pueden eliminar el 100% de la materia que se va depositando sobre la membrana.
- El estudio de diferentes condiciones de operación durante las etapas de limpieza física con giro continuo ($w = 340$ rpm) permitió optimizar los tiempos de retrolavado y relax (30 y 90 segundos respectivamente). Bajo estas condiciones, el flujo neto de la instalación de laboratorio se mantuvo en 15,79 (L/h.m²).

Conclusions:

From the results of the experimental study carried out in the framework of this academic work is possible to sum up that direct ultrafiltration, with a pre-treatment of coagulation-flocculation-sedimentation, could be a suitable technology for satisfying wastewater reclamation goals of small populations.

Regarding to pretreatment, the three coagulants (FeCl_3 , $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ and DEFLOCAR) and the different conditions essayed enabled to conclude that:

- The best coagulant to clarify the domestic wastewater has been DEFLOCAR at 0.4 mM. In addition, FeCl_3 and $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ caused a significant increase of electrical conductivity of the water, while DEFLOCAR slightly decreased this parameter. This can be due to DEFLOCAR stability and the resulting floccules, although it is not sure since as DEFLOCAR composition is patented and therefore, unknown.
- The best clarification conditions with DEFLOCAR have been: 1 min coagulation at 245 rpm; 9 min of flocculation at 45 rpm; 15 min of sedimentation. These conditions provide the shortest hydraulic retention

time (HRT): 25 (min) and good quality effluent in terms of chemical oxygen demand (COD), total suspended solids (TSS) and turbidity.

Short-term experiments of direct ultrafiltration have showed as:

- At higher rotation rate of the membrane module, more matter in suspension is dispersed from its surface. Therefore, shear induced by rotating movement resulted efficient as membrane cleaning method being 340 rpm the optimal speed for continuous experiments.
- From the flux-step experimental runs, the critical flux has been established at 32 (L/h.m²) for pre-clarified domestic wastewater. To higher flux, membrane fouling begins to be appreciable, so it was established as workflow for continuous filtration studies: 24 (L/h.m²)

Long-term experiments led to the following conclusions:

- Additional physical cleaning methods as relax and backwashing contribute to lower level of membrane fouling in direct ultrafiltration process, although similar membrane fouling level seems to be reached for long working periods, since as physical treatments cannot remove 100% of matter deposited on the membrane.
- The optimal backwashing and relax times resulted 30 and 90 seconds, respectively. Under these conditions, the net flux of the laboratory membrane module remained at 15.8 (L/h.m²).

7. Bibliografía.

- [1] Metcalf & Eddy, Inc. *Ingeniería de Aguas Residuales. Tratamiento, vertido y reutilización*. 3ª edición (Vol. 1). McGraw-Hill (1995). (ISBN 978-0071241403).
- [2] Real Decreto Legislativo 1/2001, de 20 de Julio, por el que se aprueba el texto refundido de la Ley de Aguas. (BOE-A-2001-14276).
- [3] Decreto 174/1994, de 29 de Julio, por el que se aprueba el Reglamento de Control de vertidos para la protección del dominio público hidráulico. (B.O.C. 104, de 24.8.1994).
- [4] Ley 22/1988, de 28 de Julio, de costas. (BOE-A-1988-18762).
- [5] Blasco, A.; Prada, L.; Gutiérrez, B.; Morán, P.; Betancort, J.R.; Rodrigo, M. *Guía explicativa para la solicitud de autorización de VERTIDOS desde TIERRA al MAR*. Consejería de Política Territorial, Sostenibilidad y Seguridad del Gobierno de Canarias (2017).
- [6] Real Decreto 509/1996, de 15 de marzo, de desarrollo del Real Decreto-ley 11/1995, de 28 de diciembre, por el que se establecen las normas aplicables al tratamiento de las aguas residuales urbanas. (BOE-A-1996-7159).
- [7] Real Decreto 1341/2007, de 11 de octubre, sobre la gestión de la calidad de las aguas de baño. (BOE-A-2007-18581).
- [8] Trapote, M.C.; Martínez, B. *Regeneración y reutilización de las aguas residuales* (2012).
- [9] Solís, C.A.; Vélez, C.A.; Ramírez-Navas, J.S. Tecnología de membranas: Ultrafiltración. *Entre Ciencia e Ingeniería*. Vol. 11, número 22 (2017). Páginas 26-36.
- [10] Vera, L. *Ingeniería Ambiental. Material de la asignatura de 4º año de Ingeniería Química Industrial* (ULL) (2018).
- [11] Díaz, C. *Fundamentos de Ingeniería y Tecnología Ambiental (FITA)*. Material de la asignatura de 3º año de Ingeniería Química Industrial (ULL) (2018).
- [12] Iglesias, R.; Ortega, E.; Martínez, A.; Simón, P.; Moragas, L.; Robusté, J.; García, E.B.; Rodríguez-Roda, I. *Guía técnica para la implantación de biorreactores de membrana*. Centro de publicaciones, Secretaría General Técnica, Ministerio de Fomento y CEDEX (2014). (Depósito legal M-25758-2014).
- [13] Osorio, F.; Torres, J.C.; Sánchez, M. *Tratamiento de aguas para la eliminación de microorganismos y agentes contaminantes. Aplicación de procesos industriales a la reutilización de aguas residuales*. Díaz de Santos Editorial (2010). (ISBN 978-84-996-9020-9).

- [14] Andía, Y. *Tratamiento de agua: Coagulación y Floculación*. SEDAPAL, evaluación de plantas y desarrollo tecnológico (2000).
(http://www.sedapal.com.pe/c/document_library/get_file?uuid=2792d3e3-59b7-4b9e-ae55-56209841d9b8&groupId=10154)
- [15] Aguilar, M.I.; Sáez, J.; Lloréns, M.; Soler, A.; Ortuño, J.F. *Tratamiento físico-químico de aguas residuales. Coagulación-Floculación*. 1º edición. Editum, Ediciones de la Universidad de Murcia (2002). (ISBN 848371308-X).
- [16] Walter, J.; Weber, J.R. *Control de la calidad del agua. Procesos fisicoquímicos*. 1º edición. Editorial Reverté (1979). (ISBN 978-84-291-7522-6).
- [17] Zapata Montoya, José Edgar. *Efecto de la limpieza química en la permeabilidad de membranas cerámicas de ultrafiltración*. Tesis doctoral inédita, Universidad de Granada (2006). (ISBN 978-84-338-4111-7).
- [18] Palacio, Laura. *Caracterización estructural y superficial de membranas microporosas*. Tesis doctoral, Universidad de Valladolid (1998).
- [19] Vera Peña, Luisa María. *Microfiltración de agua residual depurada. Mejora del flujo de permeado por inyección de gas*. Universidad de la Laguna (2002). (ISBN 84-7756-526-0).
- [20] Ures, P.; Jácome, A.; Suárez, J. *Filtración en membranas y ósmosis inversa (FT-TER-005)*. Fichas técnicas de etapas de proceso de plantas de tratamiento de aguas residuales de la industria textil, Universidad da Coruña (2015).
- [21] García, Raquel. *Estado del arte del ensuciamiento, limpieza y modificación de la superficie de las membranas de filtrado para el tratamiento de las soluciones acuosas*. Proyectos 2011, Máster universitario en hidrología y gestión de los recursos hídricos. Universidad de Alcalá y Universidad Rey Juan Carlos.
- [22] Wu, Bing. Membrane-based technology in greywater reclamation: A review. *Science of the total environment*. Vol. 656, (2019). Pag. 184-200.
- [23] Audrey, L. *Membranes for industrial wastewater. Recovery and Re-use*. Chapter 3. 1º edition, Elsevier Science (2003). (ISBN 978-00-804-7938-5).
- [24] Solís, C.A.; Vélez, C.A.; Ramírez, J.S. *Tecnología de membranas. Desarrollo histórico*. Universidad católica de Pereira (2016). (ISBN 0-7923-0979-0).
- [25] Baker, Richard W. *Membrane technology and applications*. 2º edition, John Wiley & Sons, Ltd (2004). (ISBN 978-04-708-5445-7).
- [26] Zeman, L.J.; Zydney, A. *Microfiltration and ultrafiltration: principles and applications*. 1º edition, CRC Press (1996). (ISBN 978-08-427-9735-5).

[27] Judd, S.; Judd, C. *The MBR book. Principles and applications of membrane bioreactors for water and wastewater treatment*. 2^o edition, HB (2011). (ISBN 978-00-809-6767-7).

[28] Le-Clech, P.; Chen, V.; Fane, T.A.G. Fouling in membrane bioreactors in wastewater treatment. *Journal of membrane Science*. Vol. 284 (1-2) (2006) Pag. 17-53.

[29] Drews, Anja. Membrane fouling in membrane bioreactors. Characterization, contradictions, cause and cures. *Journal of membrane Science*. Vol. 363 (1-2) (2010). Pag. 1-28.

[30] Wang, Z.; Ma, J.; Tang, C.Y.; Kimura, K.; Wang, Q.; Han, X. Membrane cleaning in membrane bioreactors. A Review. *Journal of membrane Science*. Vol. 468 (2014). Pag. 276-307.

[31] Vanyacker, L.; Declerck, P.; Bilad, M.R.; Vankelecom, I.F.J. Biofouling on microfiltration membranes in MBRs: Role of membrane type and microbial community. *Journal of membrane Science*. Vol. 453 (2014). Pág. 394-401.

[32] Corbatón, María José. *Limpieza de membranas de ultrafiltración aplicadas a la industria alimentaria por medio de técnicas no convencionales y caracterización del ensuciamiento de las membranas*. Tesis doctoral inédita, Universidad Politécnica de Valencia (2015).

[33] Lee, E.J.; Kwon, J.S.; Park, H.S.; Ji, W.H.; Kim, H.S.; Jang, A. Influence of sodium hypochlorite used for chemical enhanced backwashing on biophysical treatment in MBR. *Desalination*. Vol. 316 (2013). Pag. 104-109.

[34] Andrew D. Eaton, American Public Health Association, American water Works Association, Water environment Federation. *Standard Methods for the examination of water and wastewater*. APHA (2005). (ISBN 978-08-755-3047-5).

[35] Le-Clech, P.; Jefferson, B.; Chang, I.S.; Judd, S.J. Critical flux determination by the flux-step method in a submerged membrane bioreactor. *Journal of membrane Science*. Vol. 227 (1-2) (2003). Pag. 81-93.

[36] Field, R.W.; Wu, D.; Howell, J.A.; Gupta, B.B. Critical flux concept for microfiltration fouling. *Journal of membrane Science*. Vol. 100 (3) (1995). Pag. 259-272.

[37] Howell, John A. Sub-critical flux operation of microfiltration. *Journal of membrane Science*. Vol. 107 (1-2) (1995). Pag. 165-171.

[38] Ruigómez, I.; Vera, L.; González, E.; Guerra, S.; Rodríguez-Gómez, L.E. Evaluation of a novel physical cleaning strategy based on HF membrane rotation

during the backwashing/relaxation phases for anaerobic submerged MBR. *Journal of membrane Science*. Vol. 526 (2017). Pag. 181-190.

[39] Ruigómez, I; Vera, L; González, E; Rodríguez-Sevilla, J. Pilot plant study of a new rotating hollow fibre membrane module for improved performance of an anaerobic submerged MBR. *Journal of membrane Science*. Vol. 514 (2016). Pág. 105-113.