

Escuela Superior de Ingeniería y Tecnología

Departamento de Ingeniería Química y Tecnología Farmacéutica

# **BIORREACTOR DE MEMBRANAS FOTOTRÓFICO PARA EFLUENTES DE MICROFILTRACIÓN**

GRADO EN INGENIERÍA QUÍMICA INDUSTRIAL  
TRABAJO FIN DE GRADO

CURSO 2021/2022

**Autora:** Chaxiraxi Dorta Ramos

**Tutores:** Luisa M<sup>a</sup> Vera Peña e Ignacio Ruigómez Sempere

## Índice

1. Resumen/ Abstract	Pág. 2
2. Introducción	Pág. 2
2.1 Antecedentes históricos en la depuración de aguas residuales	Pág. 4
2.2 Tecnologías básicas del tratamiento de aguas residuales	Pág. 5
2.3 Principios básicos de la filtración por membranas	Pág. 7
2.3.1 Caracterización del proceso de filtración por membranas	Pág. 11
2.3.2 Factores que limitan el flujo de permeado	Pág. 12
2.3.2.1 Concentración de polarización	Pág. 12
2.3.2.2 Ensuciamiento	Pág. 13
2.4 Microfiltración	Pág. 14
2.4.1 Características	Pág. 15
2.4.2 Aplicaciones de la microfiltración	Pág. 16
2.5 Fotobiorreactores	Pág. 16
2.5.1 Factores que condicionan el crecimiento de microalgas	Pág. 19
2.5.1.1 Luz	Pág. 19
2.5.1.2 Temperatura	Pág. 19
2.5.1.3 pH	Pág. 19
2.5.1.4 Salinidad	Pág. 20
2.5.1.5 Disponibilidad de nutrientes	Pág. 20
2.5.1.6 Oxígeno disuelto	Pág. 20
2.5.2 Condiciones de operación y parámetros de diseño de los fotobiorreactores	Pág. 21
3. Objetivos	Pág. 25
4. Materiales y Métodos	Pág. 27
4.1 Metodología	Pág. 27
4.1.1 Descripción de la unidad experimental	Pág. 27
4.1.1.1 Unidad de membrana porosa multitubular	Pág. 27
4.1.1.2 Unidad de membrana porosa monocanal	Pág. 28
4.1.1.3 Fotobiorreactor de membrana	Pág. 29
4.1.2 Agua bruta	Pág. 31
4.2 Membranas	Pág. 31
4.2.1 Caracterización de la membrana	Pág. 31
4.2.2 Caracterización y condiciones de la membrana cerámica	Pág. 31
4.2.3 Condiciones de operación del fotobiorreactor de membrana	Pág. 32
4.2.4 Protocolo de limpieza de las membranas	Pág. 33
4.3 Métodos analíticos	Pág. 33
4.3.1 pH	Pág. 33
4.3.2 Conductividad	Pág. 33
4.3.3 Turbidez	Pág. 34
4.3.4 Demanda química de oxígeno total (DQO <sub>T</sub> ) y soluble (DQO <sub>S</sub> )	Pág. 34
4.3.5 Carbono orgánico total (TOC)	Pág. 34
4.3.6 Sólidos suspendidos totales (SST)	Pág. 34
4.3.7 Sólidos suspendidos volátiles (SSV)	Pág. 35
4.3.8 Cromatografía iónica	Pág. 35
5. Resultados y discusión	Pág. 37
5.1 Microfiltración de agua residual doméstica	Pág. 37

5.1.1	Estudio del ensuciamiento de la membrana	Pág. 37
5.1.2	Eficacia de depuración de agua residual por medio de la microfiltración	Pág. 40
5.2	Operación en continuo del fotobiorreactor de membrana	Pág. 42
5.3	Evolución del grado de depuración alcanzado por el MPBR	Pág. 44
6.	Conclusiones	Pág. 52
7.	Bibliografía	Pág. 53

# RESUMEN

## **1. Resumen**

En la última década, los volúmenes y niveles de contaminación de las aguas residuales domésticas han aumentado significativamente, haciendo indispensable el tratamiento y depuración de las mismas antes de su vertido. Por otra parte, la actual crisis climática y el inminente riesgo de desertificación hace necesaria la regeneración de las aguas residuales depuradas para ser reutilizadas, y todo ello debe hacerse con las garantías físico-químicas y sanitarias correspondientes.

Los nutrientes como el nitrógeno y el fósforo han de ser eliminados de los efluentes convencionales de las depuradoras antes de su vertido, ya que pueden provocar eutrofización en el medio receptor, ser tóxicos para la vida acuática y un peligro para la salud pública en caso de entrar en contacto con las aguas destinadas a uso potable (Schullehner, Stayner, & Hansen, 2017). La aplicación de microalgas ha demostrado un gran potencial para la eliminación de ambos nutrientes, además de metales pesados y patógenos, al incorporarlos y bioasimilarlos (Armengol Nadal, 2017).

En el presente trabajo se ha evaluado de manera muy preliminar, el cultivo de microalgas en el seno de un fotobiorreactor de membranas capaz de depurar agua residual doméstica sometida previamente a un proceso de microfiltración por membrana, que es capaz de retener los sólidos suspendidos, pero no la materia orgánica disuelta o los nutrientes. Además de depurar las aguas residuales, el cultivo de microalgas podría impulsar su utilización como materia prima en procesos para obtención de biocombustibles, productos fitosanitarios y fuente de nutrientes para alimentación animal.

### **Abstract**

In the last decade, the volumes and levels of contamination associated with municipal wastewater have increased significantly, making necessary their treatment and reclamation before discharge. On the other hand, the current climate crisis and the imminent risk of desertification make necessary the water regeneration and reuse as tool for mitigate the effects of both phenomena. All this must be done under the corresponding physicochemical and sanitary guarantees.

Nutrients such as nitrogen and phosphorus have to be removed from conventional WWTP effluents before discharge, in order to avoid eutrophication process, toxic effects to aquatic life and public health hazard (Schullehner, Stayner, & Hansen, 2017). The application of microalgae has shown great potential for removing nutrients, heavy metals and pathogens, by incorporating and bioassimilating processes (Armengol Nadal, 2017).

In the present work, a novel and preliminar process based upon microalgae cultivation in a membrane photobioreactor for wastewater reclamation previously subjected to a membrane microfiltration process. Microfiltration is capable of retaining suspended solids, but not dissolved organic matter or nutrients. In addition, microalgae cultures could promote the development of biotechnological products as biofuels, phytosanitaries and animal food.

# INTRODUCCIÓN

## 2. Introducción

### 2.1 Antecedentes históricos en la depuración de aguas residuales

La llegada de la Revolución Industrial propició una transición demográfica hacia el modelo post-industrial que ha generado que, en los dos últimos siglos, la población mundial se haya incrementado de manera significativa. El agua es un recurso esencial para el desarrollo de la vida, y el crecimiento poblacional unido al fenómeno de la urbanización, ha planteado problemas de abastecimiento de agua y de gestión de las aguas residuales. La necesidad de dar solución a dichos problemas ha propiciado un desarrollo continuo de tecnologías enfocadas en ambas cuestiones.

En este capítulo se pretende hacer un recorrido en el desarrollo y la evolución histórica de los sistemas de saneamiento, y de cómo distintas civilizaciones y culturas han tratado de dar solución a estos problemas, hasta alcanzar las estrategias de gestión de las aguas residuales y las tecnologías que se aplican en la actualidad.

Si bien la gestión de las aguas residuales fue abordada por distintas culturas, los problemas vinculados a ésta en los centros poblacionales se mantuvieron vigentes a lo largo de los siglos, provocando grandes impactos en la salud y en el medioambiente. Este hecho es evidente si se tiene en cuenta el número de pandemias que azotaron Europa hasta el siglo XIX, y la correlación existente entre el agua contaminada y el desarrollo de determinadas enfermedades que quedó establecida con la epidemia de cólera de 1854 en Londres.

La humanidad comenzó a hacer frente a la recogida y tratamiento de las aguas residuales domésticas cuando se establecieron los primeros asentamientos permanentes. Según los registros históricos, la primera civilización en abordar los problemas relacionados con el saneamiento fue el Imperio Mesopotámico (3500-2500 a.C.). En las ruinas de Babilonia y Ur se han hallado restos de casas conectadas por un sistema de desagüe bastante primitivo para evacuar el agua residual. Sin embargo, sólo una parte de la población gozaba de este privilegio, provocando que el resto vertiera el agua residual a las calles, para posteriormente taparlas con arcilla.

Un gran avance en esta temática fue llevado a cabo por la Civilización Hindú (1700-26 a.C.), la cual no permitía verter aguas residuales a las calles sin un tratamiento previo, que consistía en una red de drenaje que desembocaba en un sumidero que actuaba de sedimentador.

Sin embargo, fueron los griegos los verdaderos precursores de los sistemas de saneamiento modernos. Esta civilización (300 AC – 500 DC) poseía letrinas públicas conectadas por un sistema de alcantarillado para transportar las aguas residuales fuera de la ciudad y utilizarlas para regar los cultivos de la zona.

El Imperio Romano mejoró y perfeccionó el sistema de drenaje diseñado y construido por los griegos, además de gestionar el ciclo del agua. Pero el final del imperio condujo al deterioro de los acueductos y sistemas de saneamiento, marcando el comienzo de un periodo que duró más de mil años y supuso un retroceso en la historia. El vertido incontrolado de las aguas residuales causó el surgimiento de nuevas enfermedades y epidemias. A pesar de la Revolución Industrial en el siglo XVIII, no fue hasta el XIX cuando comenzó a resurgir la conciencia sobre la gestión de las aguas residuales, dando paso a la gran revolución en el siglo XX, pues fue a partir de 1912 cuando se comenzaron a construir estaciones depuradoras en las principales ciudades europeas, aunque su desarrollo se vio frenado por el estallido de la 1ª y 2ª Guerra Mundial.

A partir de los años 60, términos como “contaminación del agua” o “protección del medio ambiente” pasaron a ser comunes. Se fue extendiendo el concepto de depuración, el cual incluye “un conjunto de tratamientos a los que es sometida el agua para alcanzar unas características óptimas para su vertido o posterior uso” (BOE-A-1996-7159). A lo largo del siglo XX, como se ha mencionado anteriormente, se desarrollaron las primeras tecnologías convencionales que conocemos hoy en día.

## **2.2 Tecnologías básicas del tratamiento de agua residuales**

Las tecnologías para la depuración de aguas se pueden clasificar en dos grupos:

- Tecnologías extensivas: fosa séptica; zanjas, lechos y pozos filtrantes, etc.
- Tecnologías intensivas: lodos activos, biorreactor de membranas (MBR en inglés), filtro percolador, biofiltros rotativos, etc.

La diferencia principal entre ambos grupos de tecnologías reside en la necesidad de superficie para implantarlas. Además, en el caso de las tecnologías extensivas el consumo energético es menor, así como su producción de fangos. El inconveniente es que sólo pueden emplearse para un determinado tipo de vertidos, pues han de ser totalmente degradables. Por este motivo se implantan en pequeños municipios, ya que se adaptan mejor a las singularidades de éstos. En el caso de municipios de tamaño medio o grande, la tecnología convencional implantada en las estaciones depuradoras ha sido los lodos activos, una tecnología intensiva de tratamiento biológico de aguas residuales. Dicha tecnología consiste en la degradación biológica de la materia orgánica bajo condiciones aeróbicas en un reactor de biomasa suspendida. Este tratamiento presenta como principales inconvenientes, la generación de una importante cantidad de fango debido al gran crecimiento bacteriano y un elevado coste energético para mantener las condiciones aerobias del reactor biológico.

En todos los métodos de depuración intervienen procesos físicos, químicos y biológicos que se desarrollan según las siguientes etapas: pretratamiento, tratamiento primario, secundario y terciario.

1. *Pretratamiento*: su objetivo es proteger los equipos y los procesos posteriores de elementos gruesos que puedan ocasionar daños o inhibir el proceso biológico. Algunos de los procesos presentes en esta etapa son: desbaste, desarenado, separación de aceites y grasas, homogeneización.
2. *Tratamiento primario*: en esta etapa se elimina la fracción de sólidos en suspensión que no fueron eliminados en el pretratamiento y la materia orgánica asociada a dichos sólidos, así como grasas y aceites. La operación principal es la decantación primaria que reduce los sólidos por acción de la gravedad. Además, se pueden adicionar coagulantes para aumentar la eficacia de la separación de sólidos del agua residual.
3. *Tratamiento secundario*: el efluente procedente del tratamiento primario contiene una alta concentración de materia orgánica coloidal y disuelta. Por tanto, la finalidad de esta etapa es eliminar los compuestos orgánicos biodegradables (cuantificados como DBO) presentes en el agua. Dicha acción se lleva a cabo mediante un proceso biológico que consiste, en el caso de lodos activos, en el cultivo de microorganismos en suspensión para transformar la materia orgánica carbonosa en productos no contaminantes. Estos



organismos pueden ser bacterias, hongos, algas, incluso protozoos, rotíferos o crustáceos.

4. *Tratamiento terciario*: en esta fase se eliminan los agentes patógenos, lo que causa una disminución notable de coliformes. Asimismo, algunas tecnologías como el intercambio iónico, la ósmosis inversa, o procesos para la eliminación de nitrógeno y fósforo son incorporados en la etapa de tratamiento terciario para mejorar la calidad final del efluente depurado.

Sin embargo, el aumento de la población y el uso del agua para diferentes actividades han incrementado los niveles de contaminación, además de propiciar la aparición de contaminantes de emergente preocupación. Éstos y otros factores, como la necesidad de protección del medio ambiente y de los recursos hídricos, conllevan la continua búsqueda de tecnologías que mejoren los procesos de depuración existentes y propicien la reutilización del agua.

En la actualidad, las tecnologías de tratamiento se enfocan en eliminar la materia orgánica, los sólidos suspendidos y los patógenos presentes en el agua residual. Como añadido, en muchos casos se incluye una etapa de regeneración que permite adecuar la calidad del agua según el uso al que se destine, con el fin de utilizar un recurso alternativo en áreas de escasez y déficit hídrico. En España esta actividad está regulada por el Real Decreto 1620/2007, de 7 de diciembre, que establece el régimen jurídico de la reutilización de aguas depuradas (BOE-A-2007-21092).

Una de las técnicas más empleadas en los últimos años para la mejora de la calidad del agua depurada es la aplicación de tecnologías de separación por medio de membranas, cuyos principios básicos se desarrollan en el siguiente capítulo.

Entre las tecnologías de depuración por membranas destacan los biorreactores de membrana (MBR) que son el resultado de combinar el tratamiento biológico responsable de la depuración, con una separación física de la biomasa por membranas, eliminando la necesidad de una clarificación posterior al reactor biológico. Por tanto, esta tecnología se compone de dos partes principales: un reactor que contiene la biomasa encargada de producir la biodegradación de los compuestos presentes en el agua residual, y un módulo de membranas (Díaz López, 2016). En este tipo de reactores se propicia el crecimiento de organismos heterótrofos que se alimentan de compuestos orgánicos como fuente de carbono. Una gran ventaja de esta tecnología es la elevada concentración de biomasa con la que trabaja el reactor, gracias a la presencia de membranas que evitan el paso de bacterias y otros microorganismos. Además, posee otras características que lo sitúan entre las tecnologías más destacadas, como:

- Una contención más eficaz de los sólidos suspendidos y compuestos más solubles, lo que proporciona un efluente de mayor calidad.
- La retención de bacterias y virus, consiguiendo de este modo eliminar la necesidad de procesos de desinfección.
- La ausencia de un clarificador permite el desarrollo de bacterias de crecimiento lento y que persisten en el biorreactor.
- La mayor parte de las estaciones MBR operan a edades de lodo de 40 días, lo que supone una reducción del 40% de la producción de éstos.

A la hora de seleccionar un tipo de membrana, la composición del agua de alimentación juega un papel fundamental. Asimismo, para obtener un rendimiento óptimo, las membranas

utilizadas deben ser inertes y biodegradables, fáciles de limpiar y regenerar, ser resistentes a los agentes químicos y a las presiones y temperaturas elevadas, así como ser duraderas.

Por otro lado, entre las tecnologías de depuración en fase de experimentación y desarrollo se encuentran:

- La aplicación de técnicas de fotocatalisis solar para la desinfección y eliminación de contaminantes emergentes.
- El empleo de nanomateriales en tecnologías de tratamiento de aguas residuales basadas en procesos de filtración.
- El uso de sistemas de cogeneración usando biogás como combustible en instalaciones de tratamiento de aguas residuales.

La tendencia actual en la depuración-regeneración de aguas residuales es la recuperación de nutrientes específicos como nitrógeno y fósforo, de la materia orgánica y la reutilización del agua. Por ello, a lo largo de este trabajo se presentan y evalúan los fotobiorreactores de membranas (MPBRs), que son un tipo de MBR, cuya finalidad se basa en el cultivo de microalgas para la eliminación de nutrientes, utilizando la luz como fuente de energía, y su separación del efluente depurado mediante procesos de membrana.

A continuación, se desarrollan los aspectos principales de la filtración con membranas por su papel fundamental en la operación de los MBRs y los MPBRs.

### **2.3 Principios básicos de la filtración por membranas.**

En los últimos años, la tecnología de separación por membranas ha cobrado gran importancia en los procesos de separación gracias a sus características. Su principio básico es que actúa como una barrera selectiva entre dos fases homogéneas. El intercambio de materia entre ambas fases lo controla la membrana, donde una de las especies presentes en la mezcla se intercambia preferentemente a las otras (Vera Peña, 1998). Para permitir que dichas sustancias atraviesen la membrana se aplican varios métodos como mantener una alta presión, un gradiente de concentración en ambos lados de la membrana o la introducción de un potencial eléctrico.

En un principio, la tecnología de membrana estaba limitada y sólo se usaba como un añadido en el proceso convencional. Los principales factores que limitaron su desarrollo fueron el elevado coste de inversión y de operación, además del inadecuado conocimiento de las ventajas potenciales de las membranas en el tratamiento de aguas residuales. Sin embargo, la aparición de módulos de membranas menos costosos y más efectivos, junto con el endurecimiento de los requisitos de vertido, hicieron que se volviera a poner el foco de interés en esta tecnología.

Según su naturaleza química, las membranas se dividen en dos grupos: orgánicas e inorgánicas. En el caso de las primeras, la capa activa está fabricada de un polímero o co-polímero orgánico. Los más utilizados son la celulosa y las poliamidas, aunque también se fabrican de poliacrilonitrilo, polisulfonas, polietersulfonas, etc. Por otro lado, están las inorgánicas, fabricadas fundamentalmente, con materiales cerámicos y que poseen un campo de aplicación más amplio.

Las primeras en aparecer en el mercado fueron las orgánicas, las cuales están bastante desarrolladas en la actualidad (Vera Peña, 1998). Sin embargo, en los últimos años las membranas inorgánicas han evolucionado debido al interés creciente que han generado, a fin

de solventar los problemas que presentan las poliméricas en ciertas condiciones de trabajo. Algunas ventajas que presentan son su alta resistencia en entornos químicamente agresivos, mayor estabilidad a altas temperaturas y presiones, rigidez estructural, insensibilidad a la acción bacteriana, mayor duración, etc. Es cierto que el precio de fabricación de éstas es más elevado que el de las membranas orgánicas pero resulta económico para su uso durante periodos de tiempo largos (Benito, Conesa, & Rodríguez, 2004), y es que entre sus características destaca su capacidad para soportar disolventes y oxidantes, a pesar de las variaciones de pH. Además, son fáciles de limpiar y desinfectar, lo que contribuye al aumento de la vida de la membrana. En el presente trabajo se han utilizado ambos tipos de membranas, cuyas características se explicarán en los apartados correspondientes de esta memoria.

Por otro lado, las membranas pueden fabricarse bajo cuatro configuraciones: tubular, arrollamiento en espiral, fibra hueca y placa-bastidor.

- *Tubulares*: la membrana se aloja en una carcasa cilíndrica diseñada para operar a presiones bajas. La alimentación se bombea por el interior del tubo, produciéndose un flujo lateral de permeado a través de la pared porosa de la membrana. En la primera generación de membranas tubulares, el principal problema de esta configuración estaba ligado a su alto coste operacional ante la baja relación superficie/volumen, solventándose con la aparición de las membranas multitubulares.



Figura 1. Membrana tubular (Calvo & Prádanos)

- *Arrollamiento en espiral*: las láminas de membranas son arrolladas entre sí en forma de espiral, encerrando entre ellas un soporte poroso para el flujo de permeado. Las paredes exteriores de la membrana se encuentran separadas por una malla que permite que la alimentación fluya a través de ellas. Este sistema permite superficies de filtración altas.

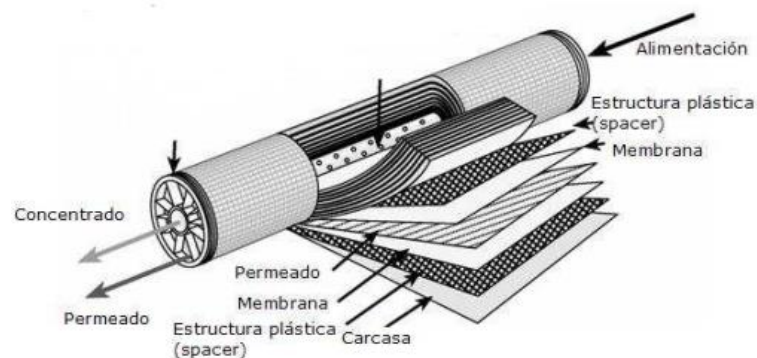


Figura 2. Membrana arrollamiento en espiral. (Soto Díaz, 2018)

- *Fibra hueca*: en este caso la alimentación entra presurizada a través de un distribuidor que la conduce hacia el centro de la unidad y fluye radialmente a través de la pared, de manera que el permeado obtenido se recoge en el exterior de la unidad si la capa activa de la membrana está en el interior (Vera Peña, 1998) o bien, opera bajo succión si la capa activa de filtración se encuentra en el exterior de la membrana (Ruigómez Sempere, 2017)



Figura 3. Membrana fibra hueca. (Calvo & Prádanos)

- *Placa-bastidor*: las membranas se disponen en bastidores separados por placas y la alimentación circula a través de ellas. Las placas deben ser corrugadas por el lado de la alimentación para aumentar la transferencia de masa. Las unidades permiten trabajar a alta presión y se desmontan fácilmente, lo que facilita la limpieza y sustitución de las membranas. Sin embargo, presentan una baja área superficial por unidad de volumen. (Ures Rodríguez, Jácome Burgos, & Suárez López, 2015)

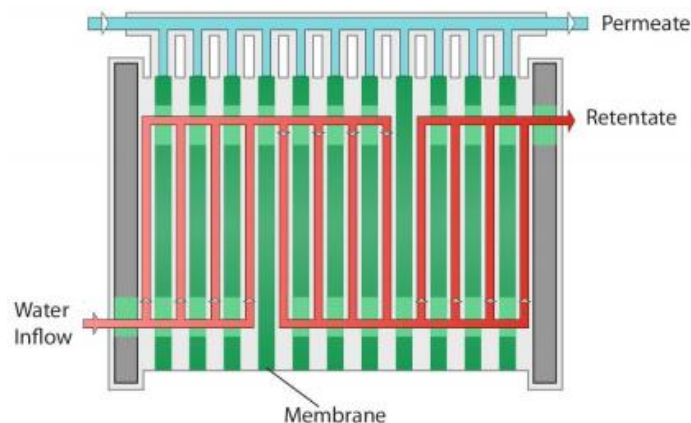


Figura 4. Módulo placa-bastidor. (Ures Rodríguez, Jácome Burgos, & Suárez López, 2015)

Los procesos de membranas más utilizados son la microfiltración (MF), la ultrafiltración (UF), la nanofiltración (NF) y la ósmosis inversa (OI). Los dos primeros se caracterizan por el hecho de que la fuerza impulsora que facilita el paso de sustancias a través de la membrana es el gradiente de presión y que el proceso de selección viene determinado principalmente, por el tamaño de poro de la membrana. Las tres primeras se emplean en el tratamiento de aguas superficiales

destinadas a consumo humano, así como en tratamientos de aguas residuales urbanas e industriales. La ósmosis inversa se aplica con mayor extensión, en procesos de desalación (García Pacheco, 2011).

- Microfiltración y ultrafiltración: la principal diferencia entre ambos procesos es el tamaño de poro, lo que determina qué sustancias pueden ser eliminadas. En el caso de la microfiltración el tamaño está comprendido entre 0.02 – 10  $\mu\text{m}$ , eliminando partículas, algas, bacterias y protozoos principalmente. Por otro lado, la ultrafiltración es capaz de eliminar coloides y virus, ya que el tamaño de poro está comprendido entre 1  $\mu\text{m}$  y 500 nm. La productividad de ambos procesos es alta, aunque la permeabilidad es mayor en las membranas de microfiltración.
- Nanofiltración: se caracteriza por ser un proceso de selectividad intermedia entre la UF y la OI. Puede retener partículas con un tamaño de 0.1 nm – 0.001  $\mu\text{m}$ , como materia orgánica disuelta y algunos iones divalentes.
- Ósmosis inversa: retiene sales disueltas y compuestos orgánicos. La principal característica es que el rechazo o soluto no ocurre mediante filtración, sino que el mecanismo de transporte es disolución-difusión, es decir, el proceso de separación se debe a la diferente solubilidad y difusividad en la membrana de los distintos componentes de la solución acuosa. (Ures Rodríguez, Jácome Burgos, & Suárez López, 2015).

Por otro lado, la filtración en membrana puede realizarse de manera frontal o tangencial. En la frontal, el flujo es perpendicular a la superficie filtrante y la fuerza impulsora es la caída de presión a través de la membrana. Las especies retenidas se acumulan en la interfase membrana-solución en una capa cuya resistencia se opone a la fuerza impulsora. En consecuencia, el flujo de permeado disminuye si la diferencia de presión se mantiene constante, por lo que dicho proceso debe ser parado periódicamente para el lavado de la membrana. En el caso de la filtración tangencial, la suspensión fluye tangencialmente a la superficie de la membrana. El movimiento del fluido permite disminuir la acumulación de materia sobre la pared, provocando que la resistencia a la transferencia de materia aumente hasta un límite menor que en el caso anterior.

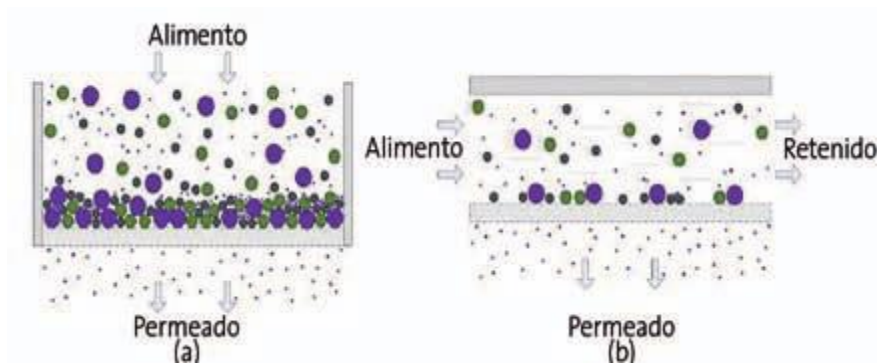


Figura 5. (a) Filtración frontal, (b) filtración tangencial. (García)

La separación con membranas ofrece diversas ventajas frente a otros procesos de separación más convencionales como:

- La separación puede llevarse a cabo de forma continua, ya que las membranas están adaptas para funcionar de ese modo.
- El consumo energético suele ser menor porque la separación ocurre a temperatura ambiente sin cambio de fase.
- Se puede combinar e instalar fácilmente con otros procesos.
- El paso a mayor escala no presenta problemas.
- Generalmente, la separación no necesita la adición de productos químicos, dando calidad al producto y generando menos residuos contaminantes.
- La operación se lleva a cabo bajo condiciones de temperaturas no agresivas para los productos presentes en la alimentación.

Sin embargo, presenta inconvenientes como el ensuciamiento de las membranas y el fenómeno de la polarización por concentración (Pineda Santos, 2005).

### **2.3.1 Caracterización del proceso de filtración por membranas**

La efectividad de un proceso de filtración por membranas viene determinada por dos parámetros: la permeabilidad y la selectividad. Ambos están relacionados con la naturaleza de la membrana y con las interacciones entre éstas y las especies que se desean separar.

La permeabilidad está sujeta a la cantidad de disolvente que atraviesa la membrana. Este parámetro es cuantificado por medio de la densidad de flujo de permeado, que se define como el caudal volumétrico por unidad de superficie que atraviesa la membrana (Vera Peña, 1998). El flujo se ve afectado por diferentes variables como la presión, la temperatura, la velocidad tangencial y la composición de la alimentación.

Cuando se somete a filtración un disolvente puro se observa una variación lineal de flujo ( $J$ ) con respecto a la diferencia de presión, lo que permite ver la membrana como un medio poroso al que se le puede aplicar la Ley de Darçy:

$$J = \frac{1}{A_m} \frac{dV}{dt} = \frac{\Delta P}{\mu (R_m + R_f)} \quad [1]$$

Donde:  $J$  = densidad de flujo de permeado,  $L T^{-1}$

$\Delta P$  = presión transmembrana,  $M L^{-1} T^{-2}$

$\mu$  = viscosidad dinámica,  $M L^{-1} T^{-1}$

$R_m$  = resistencia específica de la membrana,  $L^{-1}$

$R_f$  = resistencia ensuciamiento,  $L^{-1}$

A través de dicha ecuación se reflejan los parámetros que afectan al rendimiento de la filtración: la resistencia hidráulica,  $R_m$ , corresponde a la que ejerce la propia membrana. Mientras que la resistencia por ensuciamiento se debe a los materiales acumulados en la superficie de la membrana, que aumenta a medida que lo hace la torta formada, provocando una disminución del flujo de permeado.

En el caso de disoluciones, el flujo de disolvente se ve influenciado por la presión osmótica ( $\Delta\pi$ ), la cual detiene el paso de un fluido a través de la membrana, la presión transmembrana y la polarización de concentración. A medida que  $\Delta P$  aumenta, el flujo crece pero la polarización de concentración y  $\Delta\pi$  aumentan exponencialmente.

$$J = \frac{1}{A_m} \frac{dV}{dt} = \frac{\Delta P}{\mu R_m} = \frac{\Delta P - \Delta\pi}{\mu (R_m + R_f)} \quad [2]$$

El término de selectividad de la membrana respecto a una especie es cuantificado por la tasa de rechazo ( $R$ ), que relaciona las concentraciones de esa especie en la alimentación y en el permeado:

$$R = \frac{C_r - C_p}{C_r} \quad [3]$$

Donde:  $C_p$  = concentración en el permeado,  $M L^{-3}$

$C_r$  = concentración en el rechazo,  $M L^{-3}$

Los valores extremos de la tasa de rechazo corresponden a:  $R = 1$ ;  $C_p = 0$ , barrera total y  $R = 0$ ;  $C_p = C_r$ , retención nula.

### **2.3.2 Factores que limitan el flujo de permeado**

En los procesos de separación mediante membranas el soluto que se pretende separar se acumula en la superficie de la membrana debido a la polarización por concentración o a un fenómeno de ensuciamiento (como la obstrucción de poros, adsorción, etc.). Ambos mecanismos pueden provocar un deterioro de la membrana y una reducción en el caudal de permeado, que se traduce como una disminución en el rendimiento del proceso.

#### **2.3.2.1 Concentración de polarización**

Este fenómeno está relacionado con la acumulación de especies en las proximidades de la capa activa de la membrana. Cuando el disolvente la atraviesa, se incrementa la concentración de soluto en el lado de la alimentación formándose el fenómeno de polarización por concentración.



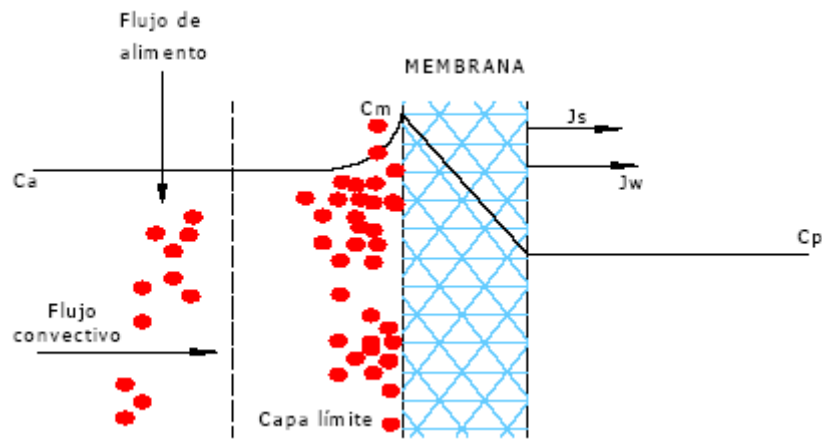


Figura 6. Fenómeno de polarización por concentración. (Simpliciano, 2013)

Al aplicar una presión externa a la corriente de alimentación con una concentración  $C_a$ , el disolvente pasa a través de ésta. Una parte del soluto es rechazado, el cual se va acumulando en la superficie creándose un perfil de concentración. Como consecuencia, el flujo neto de filtración disminuye. En la cara del permeado aparece una concentración final de soluto en la corriente de permeado  $C_p$ .

### 2.3.2.2 Ensuciamiento

El ensuciamiento de una membrana es debido a la deposición de sustancias disueltas, coloidales o suspendidas sobre su superficie externa o en sus poros. Supone un impedimento para el desarrollo y operación de esta tecnología por ser un fenómeno inevitable que provoca un aumento de la resistencia a la transferencia de materia que implica una disminución del caudal de permeado, además de un incremento de la presión transmembrana. La precipitación de macromoléculas poliméricas y la concentración de sólidos rechazados sobre la superficie que contribuyen al aumento de la resistencia de la membrana provocan paradas periódicas en las plantas para limpiar las membranas con tratamientos físicos y químicos que perjudican su vida útil (Díaz López, 2016).

El ensuciamiento puede presentarse por diversos mecanismos (Flores Lebrón, 2020):

- Adsorción: interacción entre la membrana y los solutos de dimensiones menores o similares al tamaño de poro de la membrana que pueden penetrar dentro de éstos reduciendo su tamaño efectivo.
- Formación de torta: las partículas se acumulan creando una capa sobre la superficie de la membrana hasta la formación de una torta. En este caso el ensuciamiento es reversible por lo que puede eliminarse con una limpieza física (Ortega Pérez, 2020).
- Bloqueo de poros: la deposición de partículas en los poros de la membrana produce un taponamiento que provoca el bloqueo de éstos. Este tipo de ensuciamiento se conoce como residual y puede eliminarse con una limpieza química. En otros casos el ensuciamiento sobre la membrana es permanente, no se puede eliminar (Ortega Pérez, 2020).
- Formación de una capa gel: este fenómeno se debe a la concentración de polarización, ya que provoca la formación de una capa de gel en el caso de ciertas macromoléculas.



Por otro lado, los tipos de ensuciamiento más frecuentes son:

- Ensuciamiento orgánico: la materia orgánica es una mezcla de componentes orgánicos naturales como sustancias húmicas, proteínas y polisacáridos, segregados por microorganismos del agua a tratar. En general, es causado por la adsorción molecular entre partículas y la superficie de la membrana.
- Ensuciamiento ligado a sustancias inorgánicas: la precipitación de sales inorgánicas a lo largo de la superficie de la membrana tiene lugar al superar su límite de solubilidad. Por ello, se deben conocer los valores críticos para evitar su deposición sobre ésta.
- Bioensuciamiento: causado por el crecimiento de microorganismos como algas, bacterias u hongos.

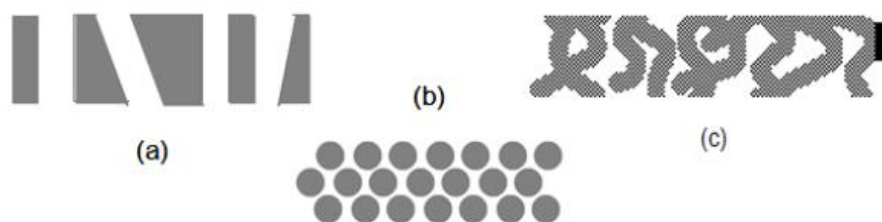
Por tanto, hay diversos factores que afectan al ensuciamiento. El agua de alimentación juega un papel importante ya que el ensuciamiento aparece por la interacción entre la membrana y la suspensión/alimentación a filtrar (Ortega Pérez, 2020). La concentración de sólidos, por ejemplo, se relaciona con propiedades como la viscosidad. Además, hay que tener en cuenta la hidrofobicidad de la membrana porque puede interactuar con los solutos y los microorganismos de diferentes maneras. Generalmente, el ensuciamiento es mayor en las membranas hidrofóbicas que en las hidrofílicas (Díaz López, 2016).

## 2.4 Microfiltración

La microfiltración es una de las primeras técnicas de filtración utilizada en los laboratorios desde principios del siglo XX. Hasta 1963 los microfiltros eran de nitrocelulosa o de una mezcla de celulosa (Romero González, 2010). La necesidad de mejorar la resistencia química y la estabilidad calorífica incentivó la investigación en nuevos materiales y métodos de fabricación.

La microfiltración utiliza en muchos casos, membranas porosas simétricas, es decir, presentan geometrías de poro diferentes, así como la misma estructura en todo su espesor. La totalidad de éste determina la resistencia a la transferencia. (Guizard, 1999). Estas efectúan la separación a modo de tamiz, es decir, se basa fundamentalmente en la relación entre el diámetro de partículas y el de los poros. Se fabrican con materiales orgánicos, como el teflón, polipropileno, etc., o inorgánicos tales como cerámica, metales, vidrios.

El tamaño de poro de 0.1  $\mu\text{m}$  proporciona una elevada eliminación de sólidos en suspensión, bacterias, virus y macromoléculas. En este proceso la presión de trabajo se mantiene baja, siendo inferior a 2 bares.



a) poros cilíndricos, b y c. poros de geometría compleja.

*Figura 7. Geometría de poros. (Galvis Castinlanco, 2014)*

La microfiltración es la respuesta a varios tipos de problemas en los cuales los equipos existentes de separación líquido-sólido convencionales no tienen las prestaciones deseadas (Galvis Castinlanco, 2014).

El precio de estas membranas ha disminuido notablemente debido al incremento de la competencia, la mejora del diseño y el menor coste de fabricación. Como resultado, los campos de aplicación de esta tecnología son cada vez más amplios: en el tratamiento de aguas residuales se aplica para filtrar disoluciones coloidales, en química fina para recuperar sales metálicas cristalizadas, en biotecnología para separar substratos.

En otros casos, la microfiltración presenta ventajas adicionales al permitir trabajar en circuito cerrado, como al tratar con productos tóxicos o líquidos explosivos. (Romero González, 2010)

#### **2.4.1 Características**

- **Membranas inorgánicas**

Se distinguen tres tipos: metálicas, de vidrio y cerámicas, utilizando las últimas en este trabajo.

Las metálicas se obtienen por sinterizado de polvos metálicos de wolframio, níquel, hierro, oro, etc. Estas membranas se producen tanto en láminas planas como en módulos en espiral. Se han comercializado también membranas tubulares de acero inoxidable con tamaños de poro entre 0.001 y 1  $\mu\text{m}$ .

Las membranas de vidrio se preparan a partir de óxidos de silicio, y en función de los aditivos añadidos en su preparación las propiedades pueden ser distintas. La ventaja de las membranas de vidrio es que se pueden formar fácilmente los capilares (fibras huecas), pudiéndose modificar igual que se hace con las fibras huecas porosas.

Por último, las cerámicas son las más desarrolladas. Se fabrican por combinación de un metal con un no metal, formando óxidos, nitruros o carburos. Se caracterizan por su gran estabilidad química, mecánica y térmica. Concretamente, las membranas cerámicas son capaces de soportar temperaturas de hasta 800 °C, límite muy por encima del de las membranas orgánicas, las cuales, como mucho, pueden llegar a 300 °C. Esta resistencia térmica aumenta las posibilidades de trabajo con estas membranas. Además, son estables frente a variaciones de pH, siendo capaces de soportar casi todos los disolventes orgánicos.

- **Membranas orgánicas**

Se dividen en dos tipos, de acuerdo con su estructura: porosas y densas. En el caso de las primeras, su selectividad está determinada por el método de fabricación de la membrana. Sin embargo, la naturaleza del polímero sólo afectará a propiedades como la adsorción física o química y a su estabilidad. Por otro lado, las propiedades de transporte en las membranas densas (solubilidad y difusividad) dependen del material de la membrana y de la naturaleza del permeado, y sobre todo de la interacción entre ellos.

### **2.4.2 Aplicaciones de la microfiltración**

Gracias al tamaño de poro y al desarrollo que tienen en la actualidad, las áreas de aplicación de las membranas de microfiltración han aumentado notablemente desde que se utilizaron por primera vez.

La purificación del agua es uno de los segmentos principales del mercado. Sin embargo, se emplean membranas como tratamiento de efluentes, biorreactores, recuperación de metales, en la industria de fermentación, médica, electrónica, incluso de alimentos y bebidas (Osada & Nakagawa, 1992).

La MF es un proceso que ofrece clarificar y desinfectar simultáneamente (Vera Peña, 1998), además de proteger contra el ensuciamiento o evitar que materiales en la fase sólida entren en el tratamiento de agua por procesos de membrana.

Una de las principales aplicaciones de la MF es la eliminación de turbidez en el agua, ya que dispone de un peso importante en la eliminación de partículas y microorganismos de los suministros de agua potable. También se utiliza como pretratamiento a otro tipo de procesos de membranas como la ósmosis inversa, la ultrafiltración o la nanofiltración, para evitar su ensuciamiento inmediato. Otros usos incluyen la deshidratación de lodos y la eliminación de partículas coloidales (Pineda Santos, 2005). Algunos ejemplos de aplicaciones de la microfiltración son:

- Esterilización por frío de bebidas y productos farmacéuticos.
- Aclaramiento de zumo de frutas, vinos y cerveza.
- Separación de bacterias del agua.
- Tratamiento de efluentes.
- Separación de emulsiones de agua y aceite.
- Separación sólido-líquido para farmacias e industrias alimentarias.

### **2.5 Fotobiorreactores**

Un fotobiorreactor es cualquier sistema capaz de cultivar microorganismos fototróficos mediante un aporte de luz, al mismo tiempo que soporta un entorno biológicamente activo.

La diferencia entre un biorreactor de membranas y un fotobiorreactor radica en el cultivo de distintos organismos dentro del reactor, ya que en este caso se favorece el crecimiento de seres autótrofos, los cuales tienen la capacidad de sintetizar sus propias sustancias a partir de elementos inorgánicos. Dichos organismos se clasifican en función de la fuente de energía utilizada, por lo que se encuentran los fototróficos y los quimiotróficos. En este caso se favorecerá el crecimiento de los primeros, ya que utilizan la luz como fuente de energía, la cual transforman en energía química gracias a la presencia de pigmentos. Además, son capaces de crecer con CO<sub>2</sub> como única fuente de carbono.

Se conocen dos formas principales de fototrofia: fotosíntesis oxigénica, en la que se produce oxígeno (cianobacterias y algas), y la fotosíntesis anoxigénica, no se produce oxígeno (bacterias rojas y verdes). Las cianobacterias son importantes en el ciclo de nitrógeno marino, siendo los únicos procariontes que en condiciones aeróbicas pueden fijar el CO<sub>2</sub> igual que las algas eucariotas y plantas. (Ramírez Mérida, Queiroz Zepka, & Jacob-Lopes, 2013)

Las microalgas se pueden definir como microorganismos que tienen como pigmento fotosintético la clorofila-a, capaces de eliminar los nutrientes de las aguas residuales que sirven como sustrato para la formación de biomasa. Sin embargo, algunas especies son capaces de crecer empleando materia orgánica como fuente de energía. Según esto, la producción de microalgas se divide en (Romero González, 2010):

- Fotoautótrofa: obtienen la energía del Sol y el carbono de compuestos inorgánicos.
- Fotoheterótrofa: obtienen la energía del Sol y emplean compuestos orgánicos como fuente de carbono.
- Mixotrófica: son capaces de desarrollarse bajo procesos autótrofos como heterótrofos.
- Heterótrofa: su fuente de carbono y energía son los compuestos orgánicos, es decir, pueden desarrollarse en ausencia de luz.

Además pueden clasificarse de acuerdo a diversos criterios como el contenido de pigmentos, naturaleza química de los productos de almacenamiento fotosintético, estructura de las paredes celulares, etc. (Niizawa, 2014)

En general, las microalgas son de vida libre y los tiempos de generación suelen ser superiores a 24 horas, aunque algunas cepas son capaces de duplicar sus células en menos de 8 horas. Esto se debe principalmente a que tienen un acceso más eficiente al agua, al CO<sub>2</sub> y a los nutrientes durante su crecimiento.

Los nutrientes como el nitrógeno y el fósforo han de ser eliminados de los efluentes porque pueden provocar problemas de eutrofización. Las elevadas concentraciones de nitrógeno en efluentes tratados tienen diversos factores negativos como la reducción de oxígeno disuelto en las aguas receptoras, toxicidad para la vida acuática, efectos negativos sobre la efectividad de la desinfección con cloro, peligro para la salud pública, etc. El uso de microalgas ha demostrado un gran potencial para la eliminación de ambos, además de metales pesados, patógenos, coliformes o *Escherichia coli* (Armengol Nadal, 2017).

El cultivo mixto de bacterias y microalgas ha sido objeto de estudio durante la última década porque además de su capacidad para eliminar la contaminación en el agua, supone una excelente materia prima para la obtención de biocombustibles, productos farmacéuticos y como fuente de nutrientes en la alimentación humana y animal.

Sin embargo, el crecimiento de microalgas está condicionado por diversos factores como las condiciones ambientales, los factores operativos, la accesibilidad y concentración de los nutrientes, el pH, temperatura, relación CO<sub>2</sub>/O<sub>2</sub>, suministro de luz (Romero González, 2010). Todos ellos deben encontrarse entre unos límites óptimos, ya que, por ejemplo, si la cantidad de luz irradiada no es suficiente disminuirá la velocidad de crecimiento de microorganismos. Por el contrario, una exposición excesiva puede provocar fotoinhibición, fenómeno donde los fotosistemas del microorganismo se dañan e inactivan los procesos de transporte celular. Se han demostrado eficiencias de conversión luz-biomasa entre 1-4 % en sistemas abiertos y aún mayores en PBR cerrados. Por otro lado, el pH se controla mediante aireación o adición de CO<sub>2</sub> para mantenerlo entre 7-9. Las variaciones en la temperatura pueden afectar los procesos metabólicos de las microalgas, así como su actividad enzimática, a pesar de que gran variedad de ellas son capaces de desarrollarse en un amplio rango de temperaturas. Por tanto, a la hora de diseñar un fotobiorreactor hay que tener en cuenta dichos parámetros, por ello se estudian en el siguiente apartado.

Además, destacar que no todas las microalgas poseen la misma capacidad para eliminar los nutrientes. Por ello es necesario controlar la densidad durante el proceso, porque un exceso puede conducir a la acumulación de autoinhibidores y la disminución de la eficiencia fotosintética.

Para la producción de organismos fotoautótrofos existen dos diseños básicos, cultivos abiertos, donde la biomasa está expuesta a las condiciones medioambientales y cultivos cerrados, con poco o ningún contacto con el exterior.

En cuanto a los cultivos abiertos, se pueden clasificar en sistemas naturales, como lagunas, lagos y estanques, siendo éste último el sistema de producción de microalgas más común, o artificiales (inclinados, circulares, canales). En este sistema de cultivo es difícil mantener una sola especie de microalga, debido a la facilidad de contaminación biológica. Además, el control de la temperatura es complejo debido a las oscilaciones diarias, ya que la evaporación ejerce efecto de refrigeración, pero a su vez provoca cambios en la composición iónica del medio de cultivo. Otros problemas surgen por la falta de CO<sub>2</sub> y limitación de la luz en capas inferiores, así como la dificultad de un mezclado eficiente. Para maximizar la productividad de la biomasa, se ha de optimizar el mezclado y la profundidad del estanque. Por tanto, las principales desventajas que presenta son la pérdida de agua por evaporación, la difusión del CO<sub>2</sub> a la atmósfera y la contaminación del medio.

Por otro lado, están los sistemas cerrados, denominados fotobiorreactores. Se diseñan para solventar los problemas de los sistemas abiertos. Unas de las principales ventajas es la facilidad de mantener un monocultivo durante largos periodos, ya que la contaminación biológica es poco frecuente. Además, la productividad alcanzada es mayor respecto a los abiertos, por lo que requieren mucho menos espacio y disminuyen los costes de recolección de la biomasa generada. Aun así, presentan mayor coste de inversión, operación y mantenimiento (Niizawa, 2014).

Uno de los primeros diseños de estos sistemas fueron los fotobiorreactores planos, cuya ventaja principal es la gran superficie expuesta a la radiación solar, ya que están diseñados para hacer un uso eficiente de la luz. La agitación puede ser por burbujeo de aire por uno de sus lados o por rotación mecánica a través de un motor. Este sistema es adecuado para un cultivo masivo de algas debido a la baja acumulación de oxígeno disuelto y la alta eficiencia fotosintética. Además, poseen una elevada productividad y son de fácil limpieza.

Los tubulares son más adecuados para el cultivo al aire libre ya que exponen una mayor superficie a la luz. Se encuentran en dos configuraciones, vertical y horizontal. Los primeros están formados por tubos verticales transparentes de vidrio o polietileno. Para una buena mezcla, el rociador se sitúa en el fondo del vaso dosificando pequeñas burbujas, suministro de CO<sub>2</sub> suficiente y remoción de oxígeno. En relación a los horizontales, la transferencia de gas se lleva a cabo en las conexiones de los tubos o en una unidad especial dedicada al intercambio de gas. Estos sistemas pueden manejar grandes volúmenes ya que son menos susceptibles a la contaminación. Además, son económicos y compactos. Sin embargo, pueden generar cantidades considerables de calor. (Ramírez Mérida, Queiroz Zepka, & Jacob-Lopes, 2013)

Entre los reactores helicoidales destaca el Biocoil, compuesto por un set de tubos de polietileno enrollados en un armazón circular abierto, acoplado a una torre de intercambio de gas y a un intercambiador de calor. Una bomba centrífuga hace llegar el medio de cultivo hasta la torre de intercambio de gas.

El tanque agitado es el tipo de reactor más convencional. La agitación se realiza mecánicamente por un impulsor y los deflectores reducen el efecto torbellino. Por el fondo se introduce la fuente de carbono, aire enriquecido con CO<sub>2</sub>. Una desventaja es la baja relación superficie/volumen que provoca la disminución de eficiencia fotosintética.

Por último, están los reactores híbridos, que combinan un sistema airlift y uno tubular con recirculación externa, colocados de manera horizontal en una piscina con agua temperada. La disposición tubular de la recirculación ofrece una elevada relación superficie/volumen para la recolección de luz y control de temperatura. El sistema airlift funciona como un desgasificador y controlador de velocidad del flujo a través del circuito.

## **2.5.1 Factores que condicionan el crecimiento de microalgas**

### **2.5.1.1 Luz**

El crecimiento de las microalgas es proporcional a la intensidad de luz recibida, así como el suministro de ésta, ya que es la fuente de energía que utilizan para convertir el carbono inorgánico en carbono orgánico. Sin embargo, la cantidad de luz irradiada debe situarse por debajo de un valor máximo porque a partir de éste, los sistemas fotosintéticos receptores se dañan y se inhibe la fotosíntesis.

Las algas varían el contenido de clorofila-a en sus células para adaptarse a los cambios de luz, siendo las adaptadas a bajos niveles de luminosidad las que presentan una respuesta más rápida a cambios en la intensidad lumínica frente a las que están adaptadas a intensidades de luz altas (Ruiz Martínez, 2011). Por otro lado, si se busca una producción continua se puede recurrir a la iluminación artificial, aunque supone un coste económico y energético mayor.

### **2.5.1.2 Temperatura**

La temperatura influye en la velocidad de crecimiento de las algas, así como en la actividad enzimática, y a pesar de que gran variedad de microalgas son capaces de desarrollarse en un amplio rango de temperaturas, todas ellas presentan un valor en el cual se inhiben o se destruyen (Ruiz Martínez, 2011). En general, el rango medio se sitúa entre los 10 y 35°C (Flores Lebrón, 2020).

En sistemas abiertos de cultivo el incremento de la temperatura se compensa gracias a la evaporación del agua, regulándose así la temperatura máxima. En el caso de los sistemas cerrados, se necesita una refrigeración adicional en zonas cálidas, donde la relación entre el nivel de luz y temperatura puede afectar a la biomasa (Ruiz Martínez, 2011).

### **2.5.1.3 pH**

El proceso fotosintético de fijación de CO<sub>2</sub> provoca un aumento gradual del pH en el medio debido a la acumulación de OH<sup>-</sup> (Moreno Marín, 2008). Estas variaciones pueden ocasionar cambios que influyen al crecimiento bacteriano. Por ello, mediante una buena aireación o adición de CO<sub>2</sub> los valores de este parámetro deben mantenerse entre 7 - 9, con un óptimo entre 8.2 - 8.7 (Ruiz Martínez, 2011).

#### **2.5.1.4 Salinidad**

Los cambios en la salinidad del medio perjudican las tasas de fotosíntesis, respiración, crecimiento y composición de las microalgas (Adriana Velasco et al., 2009). Este parámetro afecta de diferentes maneras si se encuentra en altas o bajas concentraciones en el medio. Mientras que la exposición a bajas salinidades ocasiona el hinchamiento de las células e incluso su explosión, la presencia de altas concentraciones de salinidad puede provocar una reducción o inhibición del tamaño celular como respuesta a la incapacidad de resistir en dichas condiciones (Ojeda Rodríguez, Sacristán, & Afonso, 1985)

#### **2.5.1.5 Disponibilidad de nutrientes**

En los fotobiorreactores se propicia el crecimiento de algas autótrofas que captan del medio una serie de nutrientes que son necesarios para su desarrollo: carbono, nitrógeno y fósforo.

Las microalgas obtienen el carbono del  $\text{CO}_2$  presente en el medio, así como de los iones bicarbonato  $\text{HCO}_3^-$  gracias a una enzima llamada anhidrasa carbónica, aunque algunos sistemas de cultivo inyectan aire enriquecido con  $\text{CO}_2$  porque el presente no es suficiente para reemplazar el consumido por los microorganismos. Ese consumo está condicionado por la especie, así como por la concentración de  $\text{CO}_2$  disponible, temperatura, configuración del reactor, medio de cultivo o intensidad de la luz (Ruiz Martínez, 2011). Los límites máximos y mínimos de  $\text{CO}_2$  no están bien definidos, pero en la práctica se usa comúnmente aireación con 5 – 15 % de  $\text{CO}_2$ , aunque esto varía en función de la especie microbiana. Una ventaja de los fotobiorreactores respecto a los sistemas abiertos es un menor escape de  $\text{CO}_2$  a la atmósfera.

El nitrógeno se considera el nutriente más beneficioso en el crecimiento de las microalgas. Su contenido puede suponer desde un 1% hasta más del 10% de la biomasa, y se puede presentar de las siguientes formas: urea, amonio, nitrato, nitrito, nitrógeno gas y óxidos de nitrógeno en algunos casos (Ruiz Martínez, 2011). A pesar de ello, el nitrógeno en forma de amonio, cuyo equilibrio de disociación depende de la temperatura y el pH del medio, inhibe el crecimiento de las microalgas porque en general es tóxico para los organismos fotosintéticos (Flores Lebrón, 2020).

Otro nutriente fundamental es el fósforo, el cual se requiere en forma de fosfatos solubles. Se debe suministrar grandes cantidades, ya que no todos los compuestos de este elemento son biodisponibles para las microalgas y su deficiencia en el medio de cultivo es uno de los limitantes en el crecimiento de éstas (Flores Lebrón, 2020). Además, existen factores que ralentizan la toma de fosfatos por parte de las algas, como un pH excesivamente alto o bajo, o la ausencia de iones como potasio, sodio o magnesio (Ruiz Martínez, 2011), y es que además de los nutrientes mencionados, las microalgas necesitan otros oligoelementos como magnesio, hierro, calcio, potasio, manganeso, zinc, cobre, níquel, cobalto, boro y molibdeno.

#### **2.5.1.6 Oxígeno disuelto**

La acción fotosintética de las microalgas, principalmente de las algas verdes, provoca un gran aumento de la concentración de oxígeno disuelto, que debe ser controlado para evitar una disminución de la productividad, ya que las altas concentraciones de oxígeno pueden inhibir la



fijación del carbono. Es más, muchas especies de microalgas no son capaces de sobrevivir en un medio sobresaturado de oxígeno más de 2 ó 3 horas (Moreno Marín, 2008)

### **2.5.2 Condiciones de operación y parámetros de diseño de los fotobiorreactores**

El crecimiento de las microalgas está condicionado por los factores mencionados en el apartado anterior, que al estar evidentemente interrelacionados deben ser considerados a la hora de diseñar un MPBR, ya que de lo contrario afectaría a la producción de biomasa. Además, las condiciones de operación influyen en el rendimiento del fotobiorreactor:

- *Tiempo de retención hidráulico (TRH)*: es una condición operativa clave que afecta la productividad de las microalgas. Los TRH más cortos aumentan la carga de nutrientes que promueven el crecimiento de microalgas, mientras que los más largos pueden conducir a una mayor eficiencia de eliminación de nutrientes. Sin embargo, un TRH prolongado provoca un aumento de concentración de biomasa, lo que conlleva a una disminución en la eficiencia de absorción de luz, además de afectar negativamente a la penetración de luz.

La selección del tiempo de retención hidráulico óptimo depende de diversos factores como las características de las aguas residuales, los objetivos del tratamiento y las condiciones climáticas. Además, varía de forma considerable en función de la especie de microalga, lo que se asocia con la tasa de crecimiento específica de la especie. Por ello, los TRH que se utilizan oscilan entre 6 horas y 5 días (Luo, Le-Clech, & Henderson, 2016).

- *Tiempo de retención de sólidos (TRS)*: el desacoplamiento del TRH y el TRS permite que los MPBR produzcan concentraciones de biomasa 3,5 veces más altas que los fotobiorreactores convencionales. Además, permite trabajar con un TRS largo, mientras se opera con un TRH corto, lo que propicia el mantenimiento de una población estable de nitrificantes en el proceso. Sin embargo, los TRS demasiado largos pueden causar una acumulación significativa de materia orgánica derivada de las algas, que puede ser fuente de carbono para el crecimiento de otros microorganismos (Flores Lebrón, 2020), lo que conduce a una disminución en la productividad de la biomasa debido a la baja proporción de alimento.

Investigaciones recientes sugieren que el TRS ideal en MPBR es de 18 días, pero puede variar dependiendo de otras condiciones operativas, como la carga de nutrientes o la intensidad lumínica, por ello se establece un rango de 15 a 20 días (Luo, Le-Clech, & Henderson, 2016).

- *Iluminación*: las microalgas necesitan energía lumínica para su crecimiento por lo que la disponibilidad y accesibilidad de luz es fundamental. Por este motivo los sistemas de cultivo se diseñan para maximizar la relación superficie/volumen de manera que se fomente la utilización de luz.

La principal fuente de radiación es el Sol, pero su disponibilidad es limitada debido a las condiciones climáticas, la estación del año, la hora del día u otros factores. Sin embargo, se utilizan fuentes de radiación artificial para controlar las condiciones lumínicas como lámparas de tungsteno o halógenos, diodos emisores de luz (LED), lámparas fluorescentes, fibra óptica y láser. En general, en los MPBR se emplean lámparas fluorescentes y luces multi-LED.



La intensidad de la luz varía en función de las especies o las concentraciones de biomasa: a altas concentraciones la penetración de luz puede estar limitada, ya que es absorbida por una pequeña capa de biomasa cercana a la superficie. Por este motivo hay que tener en cuenta la distribución de la luz, ya que la cantidad de energía disponible para cada célula individual determina la actividad fotosintética. Por otro lado, la aplicación de un ciclo luz/oscuridad beneficia el crecimiento de microalgas, ya que la iluminación continua no necesariamente favorece el proceso y permite una reducción del consumo de energía (Luo, Le-Clech, & Henderson, 2016).

Por último, la longitud de onda es otro de los factores clave. El uso de fuentes de luz monocromática a diferentes longitudes de onda puede conducir a diferentes tasas de absorción de luz por célula. En general, las regiones rojas (600 – 700 nm) y azules (400 – 500 nm) son las más beneficiosas para la producción de microalgas (Luo, Le-Clech, & Henderson, 2016).

- *Aireación y acumulación de oxígeno*: el objetivo principal de la aireación en un MPBR es proporcionar una fuente de carbono para las microalgas, además de reducir el ensuciamiento de la membrana y proporcionar la agitación necesaria para la homogenización del cultivo evitando la sedimentación de éste y permitiendo una exposición uniforme a la luz. También con una aireación moderada se propicia la eliminación de amoníaco a través de la extracción, así como la reducción de O<sub>2</sub> acumulado en el sistema, que es producto de la fotosíntesis y provoca un efecto inhibitorio en la eficiencia de ésta (Luo, Le-Clech, & Henderson, 2016).

La elección de la tasa de aireación debe tener en cuenta el crecimiento celular, la tolerancia celular a los gases tóxicos y las condiciones hidrodinámicas necesarias para que no se reduzca la permeabilidad de la membrana, ya que un déficit o exceso de aireación puede perjudicar esta tecnología.

Además de la aireación, la inyección de CO<sub>2</sub> proporciona el carbono necesario para el crecimiento de las microalgas. Se introduce en forma de burbujas en la parte inferior del fotobiorreactor por inyección continuo o intermitente. De este modo se incrementa la eficacia y evita las pérdidas de este gas a la atmósfera.

- *pH*: es un parámetro clave en el crecimiento y la recolección de biomasa. Las actividades fotosintéticas de las microalgas pueden conducir a un aumento significativo del pH. Este incremento supone una ventaja para la desinfección de las algas, ya que las bacterias son muy sensibles a los cambios de pH (Moreno Marín, 2008). Además, favorece la precipitación de metales pesados en forma de hidroxácidos. Sin embargo, los niveles de pH superiores a 10 pueden provocar un descenso en la eficacia de la eliminación de contaminantes orgánicos.

Según datos de bibliografía, el pH óptimo para el crecimiento de la mayoría de microalgas en un MPBR está entre 7- 8. Para mantenerlo se puede aplicar una aireación enriquecida de CO<sub>2</sub> o añadir un ácido o una base (Luo, Le-Clech, & Henderson, 2016).

- *Temperatura*: puede afectar significativamente a los procesos metabólicos de las microalgas, así como a la actividad enzimática. Además afecta a la capacidad de estos organismos para eliminar contaminantes, como nutrientes y microcontaminantes de las aguas residuales (Luo, Le-Clech, & Henderson, 2016).

En los fotobiorreactores cerrados normalmente se requieren sistemas de enfriamiento como el sombreado, el rociado de agua o la inmersión en baños de agua. Otra

alternativa es la utilización de microalgas con características similares pero con crecimiento óptimo a temperatura ambiente (Moreno Marín, 2008). Sin embargo, los MPBR sufren un descenso en su eficacia a bajas temperaturas. Por ello, se ha establecido que la temperatura óptima para el crecimiento de la mayoría de microalgas es entre 25 – 30 °C. El control de temperatura también es importante porque afecta al rendimiento de las membranas, por ejemplo, si se utiliza una polimérica sensible a la temperatura.

- *Flujo permeado*: el valor del flujo de permeado en un MPBR está directamente relacionado con la tasa de ensuciamiento de la membrana, que se ve afectado por las especies de microalgas, las características de la biomasa, las condiciones de operación y las propiedades de la membrana (Luo, Le-Clech, & Henderson, 2016).

La materia orgánica derivada de las microalgas (AOM) puede colmatar la membrana provocando un ensuciamiento similar a los producidos por las sustancias poliméricas extracelulares y los productos solubles microbianos en los biorreactores de membrana. La AOM comprende carbohidratos, compuestos portadores de nitrógeno (como aminoácidos, péptidos, proteínas y ácidos nucleicos), lípidos y ácidos orgánicos. Sin embargo, las diferentes especies, el TRH y el TRS pueden afectar la composición de la AOM (Flores Lebrón, 2020).

# OBJETIVOS

### 3. Objetivos

En la bibliografía se encuentran pocos estudios de MPBR llevados a cabo con aguas residuales reales y consorcios de microalgas y bacterias, pues la mayoría de los estudios se realizan con cultivos puros y/o agua sintética.

Por ello, el presente trabajo fin de grado ha analizado la operación de un MPBR a escala laboratorio, para tratar aguas residuales urbanas sometidas previamente a microfiltración por membranas.

En el desarrollo de este estudio se han propuesto los siguientes objetivos específicos:

- Optimizar las condiciones de operación (TMP y velocidad tangencial) en la etapa de microfiltración del agua residual.
- Evaluar las condiciones de operación en el MPBR para minimizar el ensuciamiento de la membrana y maximizar el crecimiento de microalgas y la eliminación de nutrientes.
- Analizar y definir los mecanismos de ensuciamiento implicados.

En cuanto al estudio experimental llevado a cabo para la elaboración de este trabajo de fin de grado, este ha constado de dos etapas principales como se ha intentado esquematizar en la *figura 8*:

- La primera etapa corresponde al proceso de microfiltración, donde se somete, al agua residual proveniente de una EDAR, a una filtración con una membrana cerámica. El efluente resultante se utilizará para alimentar el MPBR. En esta etapa, se evalúa la eficacia de depuración del agua residual por medio de la microfiltración, además de estudiar el ensuciamiento de la membrana.
- La segunda fase del trabajo experimental corresponde al estudio del MPBR. Este se alimenta con el efluente resultante de la microfiltración (agua alimentación), que será depurado gracias al consorcio de microalgas y bacterias presentes en el fotobiorreactor. El objetivo es analizar la calidad del efluente depurado, así como evaluar el crecimiento de microalgas. Además, se controla el ensuciamiento de la membrana a través del estudio de la evolución de la presión transmembrana a lo largo del tiempo.



*Figura 8. Esquema del proceso experimental desarrollado en el TFG.*

# MATERIALES Y MÉTODOS

#### 4. Materiales y métodos

##### 4.1 Metodología

##### 4.1.1 Descripción de la unidad experimental

La parte experimental de este trabajo se ha realizado en una instalación a escala laboratorio que consta de tres unidades: dos instalaciones de filtración y una instalación fotobiorreactor de membrana.

A continuación, se detalla las características de cada unidad experimental.

##### 4.1.1.1 Unidad de membrana porosa multitubular

La instalación experimental de membrana inorgánica multitubular empleada en el estudio está compuesta por los siguientes elementos:

- Un depósito de alimentación y *Clean In Place-CIP* de 20 L de capacidad
- Medidor de nivel
- Resistencia calefactora de inmersión
- Bomba de alimentación/recirculación centrífuga dotada de variador de frecuencia
- Rotámetro para el control de caudal de recirculación.
- Cartucho L-1 Likuid para membranas de 300 mm de acero inoxidable
- Membrana cerámica Lukuid con cut-off de 500 kDa de 19 canales de 300 mm de longitud altamente hidrofílicas con una superficie filtrante unitaria de 0.062 m<sup>2</sup>
- Manómetros analógicos a la entrada y salida del módulo de membranas y en la salida de permeado
- Válvula de regulación de volante
- Cuadro e instalaciones eléctricas

Las características principales de la membrana alojada en la unidad son las siguientes:

<b>Membrana</b>	
Material de membranas	TiO <sub>2</sub> – hidrofílico
Configuración	Multitubular (19 canales)
Diámetro externo/longitud de membrana	25 mm / 300 mm
Presión máxima de operación	5 bar
Diámetro de canal	3,5 mm
Diámetro nominal de poro	0,1 μm
Rango pH	1 – 14

*Tabla 1. Características de la membrana porosa multitubular.*

La alimentación es impulsada por la bomba hacia la membrana para que ocurra el proceso de filtración y el rechazo es devuelto al tanque de alimentación.

El permeado recogido se almacena para alimentar posteriormente, al fotobiorreactor de membrana.

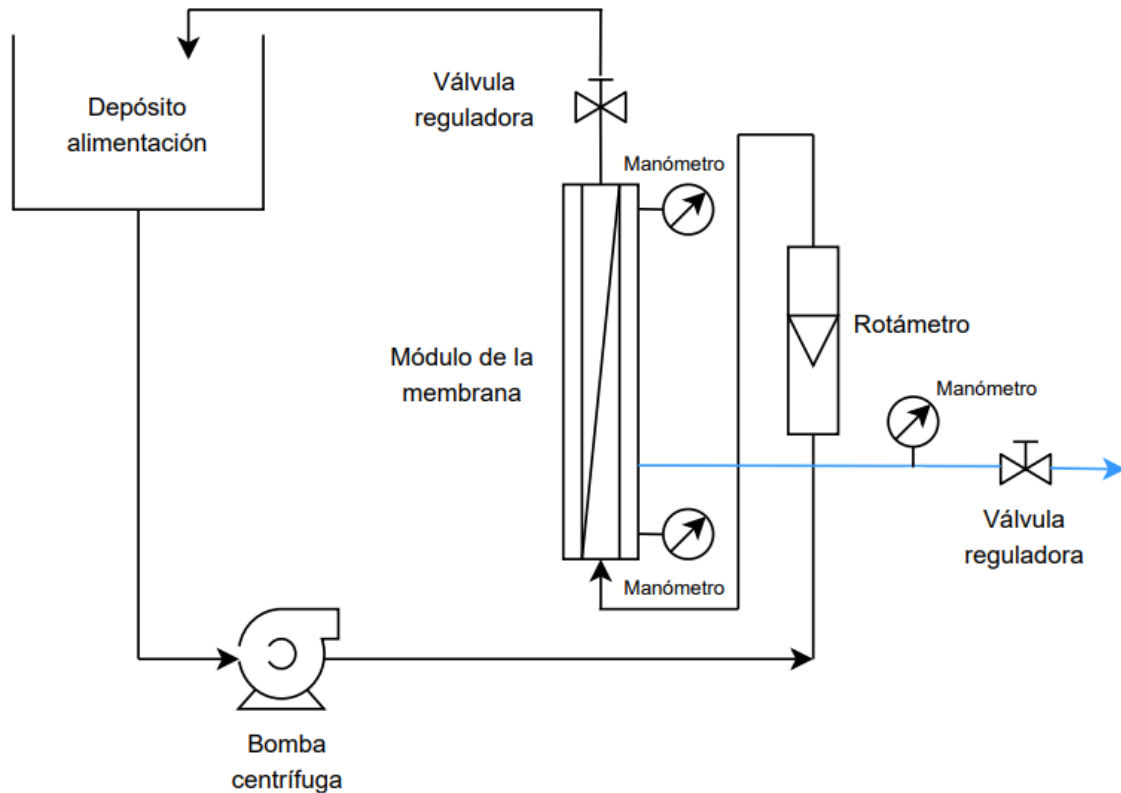


Figura 9. Unidad experimental microfiltración a través de membrana multitubular.

#### 4.1.1.2 Unidad de membrana porosa monocanal

El estudio de filtración se ha llevado a cabo en una instalación compuesta por:

- Un depósito de alimentación de 25 L de capacidad
- Una bomba de tornillo sin fin (0 a 2 m<sup>3</sup>/h bajo 4 bares) compuesta por dos engranajes interiores helicoidales: el rotor y el estator, entre los cuales existen dos volúmenes cerrados que se desplazan siguiendo las hélices. El rotor es de acero y el estator de caucho sintético
- Carcasa tubular de filtración Micro-Carbosep 40 de acero inoxidable con un diámetro interno de 10,35 mm y 530 mm de longitud
- Una válvula reguladora para controlar la presión que someto en el módulo de filtración
- Dos manómetros, a la entrada y salida del módulo
- Membrana cerámica tubular monocanal Lukuid con cut-off de 500 kDa de 300 mm de longitud altamente hidrofílicas con una superficie filtrante unitaria de 0.062 m<sup>2</sup>
- Balanza electrónica Cobos TXB4201L (capacidad máxima 4200 g y una precisión de 0.1 g)
- Ordenador para registrar los datos de la balanza a través de la interfase correspondiente

Las características principales de la membrana alojada en la unidad son las siguientes:

Membrana	
Material de membranas	TiO <sub>2</sub> – hidrofílico
Diámetro externo/longitud de membrana	10 mm / 400 mm
Presión máxima de operación	8 bar
Diámetro nominal de poro	0,01 µm
Rango pH	1 – 14

Tabla 2. Características de la membrana porosa monocanal.

Esta instalación es similar a la unidad anterior, con la diferencia que la membrana es monocanal en lugar de multitubular.

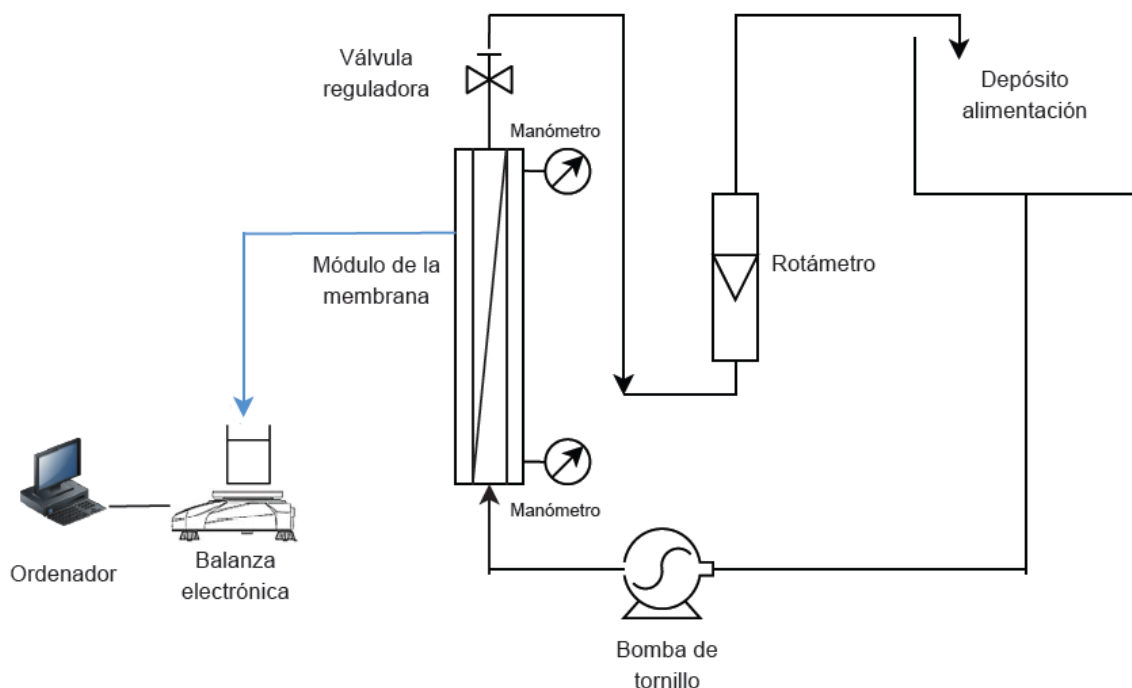


Figura 10. Unidad experimental microfiltración a través de membrana monotubular.

#### 4.1.1.3 Fotobiorreactor de membrana

Esta unidad es alimentada con el permeado procedente de las instalaciones anteriores. Dicha unidad cuenta con los siguientes elementos:

- Bomba de alimentación de pulso Prominent® ALPa-0612 (0 – 15 L/h).
- Bomba de purga easy-load Masterflex model 7518-00
- Bomba de permeado Micropump modelo DG-D24.H2R2P5.M.B
- Compresor para aireación membrana Resun AC-9603 air-pump.
- Compresor para agitación de fondo Resun LP-60 air-pump.
- Depósito de alimentación de 30 L de capacidad.
- Depósito de purga.
- Depósito de metacrilato de 3 L para el cultivo de microalgas.
- Matraz Kitasato para la recogida de permeado.



- Dos rotámetros.
- Lámpara 20 W Aquatlantis EasyLED, Portugal.
- Membrana orgánica de polifluoruro de vinilideno (PVFD) de fibra hueca con un diámetro de poro de 0,04  $\mu\text{m}$  (haz de 97 fibras) conectadas a un cabezal superior. Cada fibra tiene 8 cm de longitud y 1,9 mm de diámetro externo.
- Sensor para controlar el nivel de agua en el reactor para el correcto trabajo de la membrana.
- Software de control DAQFactory (AzeoTech®, Inc., USA) que registra los datos de presión transmembrana (TMP) y flujos de permeado de la unidad, y permite establecer los valores de las variables el sistema. Además, dispone de un sistema de adquisición de datos analógicos y digitales Labjack U12.

Las características principales de la membrana alojada en la unidad son las siguientes:

Membrana	
Valor máximo TMP	62 KPa
Rango operación TMP	10 – 50 KPa
Temperatura máxima	40 °C
Rango pH	5 – 9
TMP máx. retrolavado	55 KPa
Concentración máx. OCl <sup>-</sup>	1000 mg/L

Tabla 3. Características de la membrana orgánica de PVFD.

El permeado alimentado al fotobiorreactor, procedente de las unidades de microfiltración, es incorporado al fotobiorreactor donde se desarrolla la biomasa (microalgas-bacterias) y la membrana. Esta biomasa crece gracias a la luz irradiada por las lámparas que envuelven el reactor y a la carga orgánica presente en el agua de alimentación. Además, cuenta con un sistema de aireación en el fondo para homogeneizar la mezcla. La membrana alojada en el interior del reactor permite la producción de un efluente final o permeado que es impulsado por una bomba hasta el matraz Kitasato, desde el cual se devuelve una fracción al reactor en el retrolavado. A su vez, la unidad cuenta con una aireación central para limpiar la membrana.

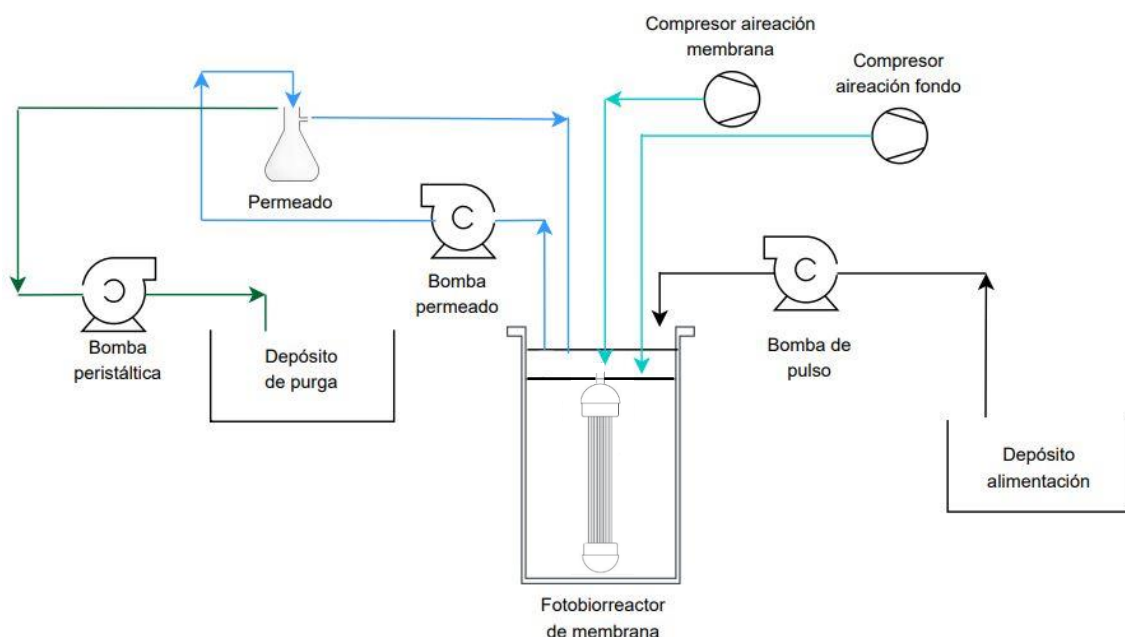


Figura 11. Unidad experimental fotobiorreactor de membrana.

#### 4.1.2 Agua bruta

El agua procedente de una estación depuradora de agua residuales urbanas que comprende un pretratamiento con las siguientes etapas: desarenador, desengrasador y tamiz de retención de sólidos menores se utiliza para producir el agua micro filtrada que alimenta el fotobiorreactor de membranas. Las muestras se recogen antes de la entrada al primario en garrafas de 8 litros, las cuales se mantienen refrigeradas hasta el momento de su utilización.

Dicha agua se emplea para alimentar las dos unidades de microfiltración. Se analiza su calidad antes y después de dicho proceso.

### 4.2 Membrana

#### 4.2.1 Caracterización de la membrana

Antes de cada ensayo de filtración se deben determinar las características iniciales de la membrana, ya que estas deben ser similares al inicio de los ensayos para poder comparar los resultados experimentales entre sí y obtener conclusiones claras.

Generalmente, la medida de la permeabilidad al agua es el parámetro empleado para caracterizar el estado de referencia de la membrana, ya que está ligada a la cantidad de disolvente que la atraviesa.

Para ello, se determina la resistencia inicial de la membrana, que debe presentar el mismo orden de magnitud antes del comienzo de cada experimento. Se pone en funcionamiento la instalación con agua blanca, en este caso agua de grifo, registrando la masa de permeado obtenida a diferentes presiones de operación. Posteriormente, se calcula el flujo de permeado a partir de la Ley de Darcy:

$$J \left( \frac{m^3}{s \cdot m^2} \right) = \frac{\Delta V}{\Delta t \cdot Sf} \quad [4]$$

Donde  $\Delta V$  se calcula a partir de la densidad y la masa de permeado recogida y la superficie (Sf) a través del diámetro y longitud de la membrana.

La pendiente de la recta obtenidas al representar J frente a P permite determinar el parámetro  $\mu \cdot Rm$ . La resistencia será el cociente entre la pendiente y la viscosidad del agua.

$$Rm = \frac{1}{\mu \cdot m} \quad [5]$$

#### 4.2.2 Caracterización y condiciones de operación de la membrana cerámica

Los ensayos de caracterización de la membrana cerámica de microfiltración, se realizaron con agua blanca (agua de grifo), con la finalidad de calcular la resistencia de la membrana y así observar el grado de recuperación de ésta tras el protocolo de limpieza descrito en el apartado

4.2.2. Dichos experimentos se desarrollaron a presión constante (1, 2 y 3 bares) y a una velocidad tangencial de paso de 2 m/s.

La resistencia hidráulica de la membrana se ha obtenido a partir de la representación gráfica de los valores alcanzados por el flujo límite o flujo estacionario al cabo de 30 minutos en función de la presión transmembrana y la aplicación de la ley de Darçy.

En los ensayos de microfiltración de agua residual se establecieron como con condiciones de operación, una velocidad tangencial de caso de 2 m/s y 3 presiones transmembrana: 2, 3 y 4 bares. Estos valores de presión difieren de los utilizados para agua blanca debido a limitaciones de la unidad experimental que impedía operar a 1 bar en el momento en que se realizó esta parte del plan experimental.

#### 4.2.3 Condiciones de operación del fotobiorreactor de membrana

Esta parte del estudio tiene una duración de aproximadamente 80 días, en los cuales se opera en continuo. La filtración de la membrana se ejecuta en ciclos temporizados de filtración y retrolavado, con una duración de 450 segundos y 30 segundos, respectivamente.

El tratamiento del agua residual procedente de la microfiltración se lleva a cabo en esta unidad bajo las condiciones detalladas en la *tabla 4*. Estos valores se han establecido en base a la bibliografía disponible (Luo, Le-Clech, & Henderson, 2018)

Parámetros	
Volumen reactor	2,84 L
Flujo de filtración	10 L/h m <sup>2</sup>
Tiempo de filtración	450 s
Flujo de retrolavado	30 L/h m <sup>2</sup>
Tiempo de retrolavado	30 s
Tiempo de aireación	10 s
Tiempo sin aireación	30 s

*Tabla 4. Condiciones de operación MPBR*

Además, el tiempo de residencia hidráulico (TRH) y el tiempo de retención de sólidos (TRS) son parámetros vitales en los sistemas MPBR, ya que determinan la carga de nutrientes y la capacidad de tratamiento de un biorreactor. Una ventaja de los MPBR frente a los PBR convencionales es que tienen la capacidad de trabajar a TRH menores (Luo, Le-Clech, & Henderson, 2018). En este estudio se fija en 0,75 días. Para conseguir este valor, se establece un caudal de permeado ( $Q_p$ ) que se calcula a través de la ecuación [6].

$$TRH = \frac{V}{Q_p} \quad [6]$$

Donde V es el volumen de reactor.

Durante los primeros 43 días se analiza el crecimiento de las microalgas, por lo que se establece un TRS infinito, es decir, no se purga la suspensión. Una vez transcurrido ese tiempo, el TRS se establece en 40 días, realizando una purga manual de 70 mL de suspensión al día. Esta purga manual se suspende tras 11 días al detectarse una disminución considerable de la biomasa, por lo que se decide volver a las condiciones iniciales para recuperar el cultivo de microalgas.

#### **4.2.4 Protocolos de limpieza de las membranas**

La limpieza de la membrana es muy importante porque el ensuciamiento de ésta modifica las características de partida de las membranas antes de cada ensayo.

La membrana inorgánica cerámica utilizada en los ensayos de microfiltración debe regenerarse después de su uso, por medio de un lavado químico que consta de los siguientes pasos:

1. Enjuagar con agua de red 10 minutos.
2. Lavado estático con hipoclorito sódico ( $[\text{NaClO}] = 120 \text{ mg/L}$ ) durante 30 minutos a  $40^\circ\text{C}$ .
3. Lavado estático con ácido nítrico al 0,8% en volumen a  $50^\circ\text{C}$  durante 20 minutos.
4. Sumergir la membrana en agua destilada durante 10 minutos. En caso de no utilizarla en ese momento, se deja sumergida en agua de red.

Por su parte, la membrana orgánica dispuesta en el MPBR también se somete a un lavado cuando la PTM alcanza las 10 atm para evitar una colmatación irrecuperable de la misma.

1. Para la filtración tras el retrolavado.
2. Medir la PTM en agua de grifo.  $J = 30 \text{ LMH}$
3. Enjuagar con agua de red a presión.
4. Medir la PTM en agua de grifo.  $J = 30 \text{ LMH}$
5. Sumergir la membrana en  $500 \text{ mg/L}$  de hipoclorito sódico durante 4 horas.
6. Medir la PTM en agua de grifo.  $J = 30 \text{ LMH}$
7. Sumergir en  $6 \text{ g/L}$  de cítrico durante 2 horas.
8. Medir la PTM en agua de grifo.  $J = 30 \text{ LMH}$

### **4.3 Métodos analíticos**

Las muestras de alimentación del MPBR, el licor mezcla y el permeado producido en el MPBR han sido recogidas y analizadas tres veces por semana. Además, se ha analizado el agua bruta procedente de la EDAR, antes de ser microfiltrada.

#### **4.3.1 pH**

El pH es una escala que se utiliza para medir la acidez o basicidad de una disolución acuosa. Para analizar este parámetro se ha utilizado un pH-metro conforme a lo establecido en el método electrométrico 4500-H+ B del Standard Methods, que consiste en determinar la actividad de los iones de hidrógeno por mediciones potenciométricas. Para ello se utilizan dos electrodos, uno de vidrio y el otro de referencia.

#### **4.3.2 Conductividad**

A través de la conductividad se cuantifica la cantidad de sustancias que permiten el paso de la electricidad en el agua. La medida se ha realizado bajo el método 2510 B (STM,2005) con un conductímetro modelo COND51 (XS instruments).

#### **4.3.3 Turbidez**

La turbidez mide el grado de transparencia que pierde el agua por la presencia de partículas en suspensión. Esta medición se realiza con un turbidímetro portátil HACH 2100 P bajo el método nefelométrico SM-2130 B, que se basa en comparar la intensidad de la luz dispersada en un ángulo de 90° de una muestra y una solución estándar en unas condiciones determinadas. Dicha solución será la formacina con una turbidez de 40 NTU. Además, este equipo tiene una sensibilidad de  $\pm 0,01$  NTU y permite realizar mediciones en un rango entre 0,01 y 1000 NTU.

#### **4.3.4 Demanda química de oxígeno total (DQO<sub>T</sub>) y soluble (DQO<sub>S</sub>)**

La DQO cuantifica el oxígeno disuelto consumido durante el proceso de oxidación química de la materia orgánica e inorgánica susceptible de oxidación y para su cuantificación se hace uso de un agente químico fuertemente oxidante. Su medición se ha realizado bajo el método colorimétrico a reflujo cerrado 5220 D (Standard Methods – STM; 2005).

El análisis consiste en agregar 2,5 mL de la muestra en un tubo de ensayo. Posteriormente se añade 1,5 mL en solución de digestión de dicromato potásico ( $K_2Cr_2O_7$ ) y 3,5 mL de reactivo de ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ). Al mismo proceso se someten 2,5 mL de agua destilada que se emplean como blanco en la medida de la DQO. Una vez preparadas las disoluciones se tapan, se agitan y se introducen en un digestor a 150 °C durante 2 horas. Tras finalizar el proceso, se pasan a otro vial para que reposen durante 1 hora. Por último, se mide la concentración de DQO con un espectrofotómetro HACH DR 5000 que posee una longitud de onda de 600 nm.

Para analizar la DQO soluble se siguen los mismos pasos señalados, con la diferencia que la muestra debe filtrarse antes con un filtro de 0,45  $\mu m$ .

#### **4.3.5 Carbono orgánico total (TOC)**

El carbono orgánico total es la cantidad de carbono asociado a un compuesto orgánico y se usa frecuentemente como un indicador de calidad del agua. Se mide a través del método de combustión – infrarrojo 5310 B STM (2005).

La muestra se filtra para evitar el paso de partículas mayores a 0,45  $\mu m$  al equipo y esta se introduce en el analizador TOC-V CSH de la marca Shimadzu, donde tiene lugar un proceso de combustión por oxidación catalítica. Para ello, se elimina el agua de la muestra por vaporación y el carbono es oxidado formándose  $CO_2$  y  $H_2O$ . El  $CO_2$  es medido por un detector infrarrojo no dispersivo.

#### **4.3.6 Sólidos suspendidos totales (SST)**

Para medir los sólidos suspendidos que se encuentran en el agua se utiliza el método gravimétrico SM-2540 D del Standard Methods (APHA, 2005).

Los pasos a seguir son los siguientes: se pesa un filtro de fibra de vidrio con un tamaño de poro de 0,45  $\mu m$  para conocer su masa antes de utilizarlo. Después se toma un volumen de muestra, bien homogeneizada, y se filtra. Al finalizar, el filtro junto con el residuo retenido se introduce

en una estufa a 105 °C durante 1 hora. Transcurrido ese tiempo, se vuelve a pesar el filtro que contiene las partículas deshidratadas.

Para obtener el valor de los SST se realiza el siguiente cálculo:

$$STT \left( \frac{mg}{l} \right) = \frac{\text{Peso filtro después de estufa} - \text{Peso inicial del filtro}}{\text{Volumen del agua filtrada}} \quad [7]$$

#### **4.3.7 Sólidos suspendidos volátiles (SSV)**

Los sólidos suspendidos volátiles son aquellos sólidos que se volatilizan tras someterlos a un proceso de incineración. Para su obtención, se introduce el filtro resultante del método SM-2540 D en una mufla a 550 °C durante 20 minutos. Posteriormente, se lleva el filtro a un desecador donde se enfría a temperatura ambiente en una atmosfera seca, y finalmente se pesa.

Se realiza el siguiente cálculo para obtener los SSV:

$$STV \left( \frac{mg}{l} \right) = \frac{\text{Peso filtro después de mufla} - \text{Peso filtro después de estufa}}{\text{Volumen del agua filtrada}} \quad [8]$$

#### **4.3.8 Cromatografía iónica**

La cromatografía iónica permite analizar aniones y cationes. En nuestro caso se empleó el cromatógrafo iónico de METROHM Professional IC 882 que consta de una bomba de propulsión, un detector de conductividad y las columnas intercambiables aniónica y catiónica.

Este equipo se basa en el uso de resinas de intercambio iónico: la muestra atraviesa las columnas y los iones presentes se separan, debido a las diferentes retenciones que sufren al interactuar con la fase fija de las columnas analíticas. Una vez separadas, la muestra pasa a través de un detector de conductividad donde registra la señal obtenida respecto al tiempo de retención. El resultado son unos cromatogramas donde la posición de los máximos nos indica el ión presente y el área bajo la curva del cromatograma, la cantidad existente.

En este caso se analizó  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{HCO}_3^-$ ,  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ .

# RESULTADOS Y DISCUSIÓN

## 5. Resultados y discusión

### 5.1 Microfiltración de agua residual doméstica

#### 5.1.1 Estudio del ensuciamiento de la membrana

El estudio del ensuciamiento de la membrana de microfiltración se realizó a partir de experimentos de corta duración.

En la siguiente gráfica (*figura 12*), y a modo de ejemplo, se muestra la evolución del flujo de permeado obtenido al microfiltrar agua de grifo (agua blanca) a lo largo del tiempo, bajo las condiciones indicadas en el apartado 4.2.3 el día 21/11/2019.

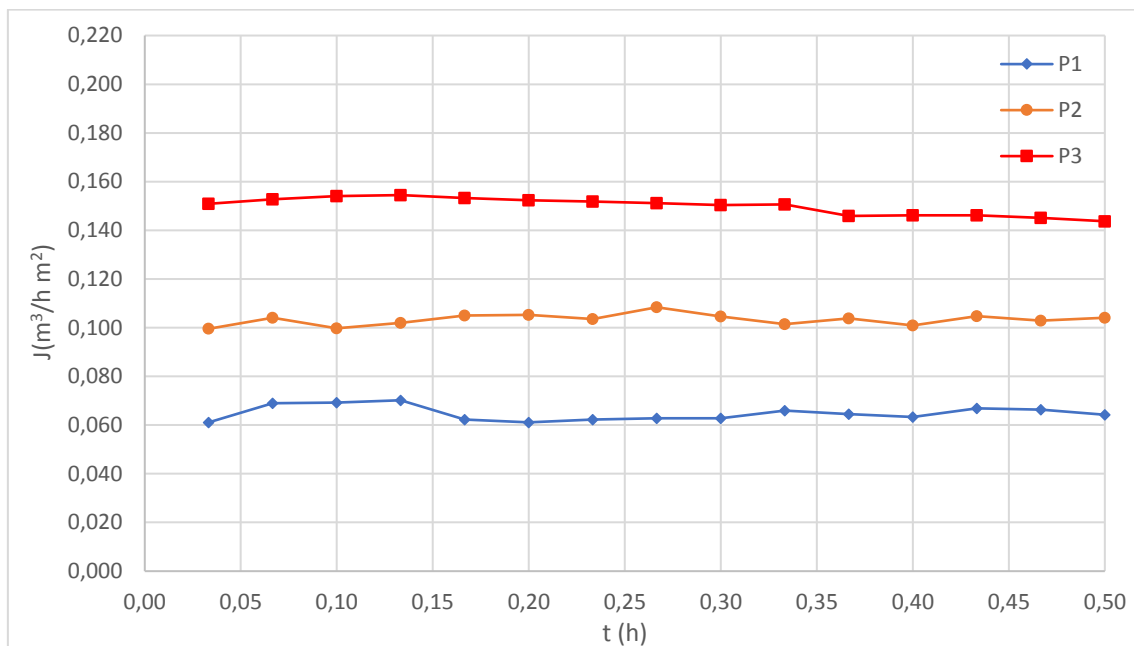


Figura 12. Evolución del flujo en el tiempo a diferentes presiones para la microfiltración de agua blanca (velocidad tangencial,  $U=2$  m/s).

Al tratarse de un agua blanca, sin materia coloidal ni suspendida y dado el valor del diámetro medio de poro exhibido por la membrana, la evolución del flujo observado es lineal a lo largo del tiempo y es función de la presión transmembrana aplicada (*figura 13*). Por tanto, esta tendencia del flujo de permeado estacionario responde a la expresión de Darcy [9]:

$$J \left( \frac{m^3}{s \cdot m^2} \right) = \frac{TMP}{\mu \cdot R_m} \quad [9]$$



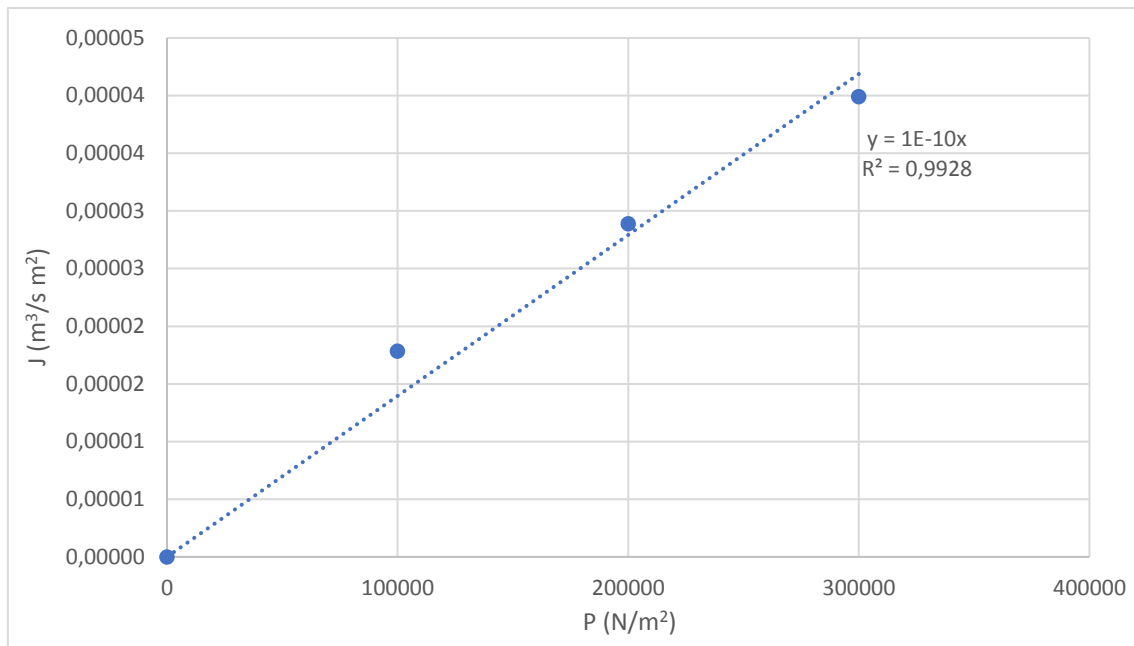


Figura 13. Flujo crítico frente a la presión.

A través del ajuste de los datos experimentales a la ecuación de Darcy, se determina la resistencia de la membrana, la cual depende únicamente del material y su geometría, teniendo en cuenta que la pendiente de la recta resultante (*figura 13*) es igual a  $1/\mu \cdot R_m$ . Además, se ha considerado la temperatura del agua prácticamente constante a lo largo de los ensayos e igual a la temperatura ambiente ( $15 - 18 \text{ }^\circ\text{C}$ ). Esto ha permitido establecer el valor de la resistencia de la membrana en  $9,49 \cdot 10^{+12} \text{ m}^{-1}$ .

En el caso de la microfiltración de agua residual, el comportamiento de la evolución del flujo de permeado ha sido diferente, ante la presencia de materia coloidal y suspendida en el agua residual. Dicha materia se va depositando gradualmente en la superficie de la membrana durante las experiencias de microfiltración, generando un ensuciamiento de la membrana que provoca una resistencia a la transferencia de materia a través de la membrana y adicional a esta. Dicha resistencia debida al ensuciamiento es diferente para cada una de las condiciones experimentales ensayadas.

El desarrollo del ensuciamiento de la membrana conlleva una evolución temporal del flujo del permeado tal y como la que se observa en la *figura 14*, donde se observa una caída del flujo a medida que dicho ensuciamiento se construye. Asimismo, se observa que el flujo alcanza un valor pseudo-estacionario estable que se denomina flujo crítico ( $J_c$ ), que responde a “aquel flujo que permite un ensuciamiento sostenible de la membrana a medio-largo plazo”.

A partir de los valores de flujo estacionario obtenidos para cada una de las presiones de operación, se puede establecer una relación similar a la ley de Darcy modificada, en cuyo denominador se incorpora, en lugar de la resistencia de membrana, el concepto de resistencia total de ensuciamiento [10]. Esta resistencia total añade la resistencia hidráulica de la membrana y la resistencia debida al ensuciamiento para cada condición experimental.

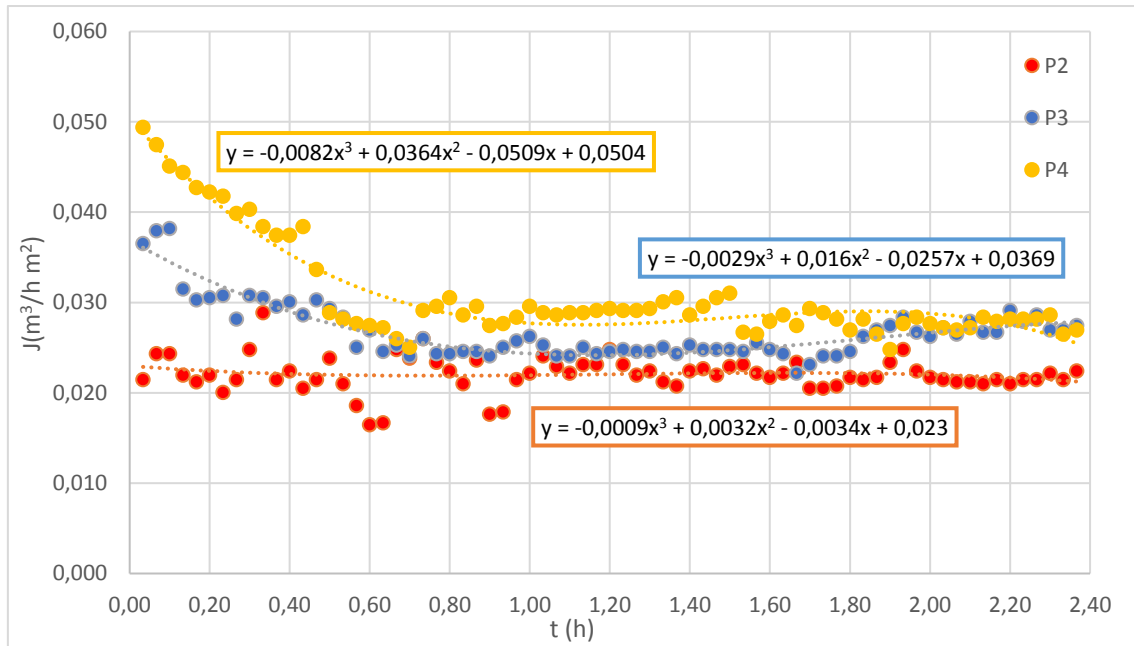


Figura 14. Evolución del flujo en el tiempo a diferentes presiones para la microfiltración de agua residual (velocidad tangencial,  $U=2$  m/s).

$$J \left( \frac{m^3}{s \cdot m^2} \right) = \frac{TMP}{\mu \cdot (R_m + R_f)} \quad [10]$$

Los valores obtenidos para la resistencia del ensuciamiento producido para cada condición experimental se recogen en la *tabla 5*.

P (N/m <sup>2</sup> )	t (h)	Jc (m <sup>3</sup> /h m <sup>2</sup> )	Jc (m <sup>3</sup> /s m <sup>2</sup> )	Rf (m <sup>-1</sup> )
200000	2,2	0,0214	5,951E-06	2,24E+13
300000	2,2	0,0269	7,478E-06	2,86E+13
400000	2,2	0,0273	7,578E-06	4,06E+13

Tabla 5. Resistencia debida al ensuciamiento para cada condición experimental

Debido a la singularidad de este estudio y a la limitada bibliografía existente sobre trabajos experimentales de microfiltración de agua residual doméstica por medio de membrana cerámica, los resultados obtenidos en la caracterización de la membrana de MF son comparados con los alcanzados en los experimentos de (Vera, et al., 2014), (Hernández Navarro, 2015), (Vera Peña, 1998). Si bien son llevados a cabo con membrana cerámica de otra naturaleza química, se puede concluir que el valor obtenido de la  $R_m$  se encuentra dentro del rango habitual. Por otro lado, los valores de  $R_f$  dependen directamente de la suspensión y la concentración en materia coloidal y soluble, observándose como a medida que aumenta la presión, también lo hace  $R_f$ , debido al incremento de ensuciamiento y colmataciones sobre la membrana.

La representación gráfica de los flujos críticos para cada presión transmembrana muestra la existencia de un flujo límite, para el cual el incremento de la presión transmembrana de operación es incapaz de mejorar la permeabilidad de la membrana, por la deposición de sólidos en forma de torta.

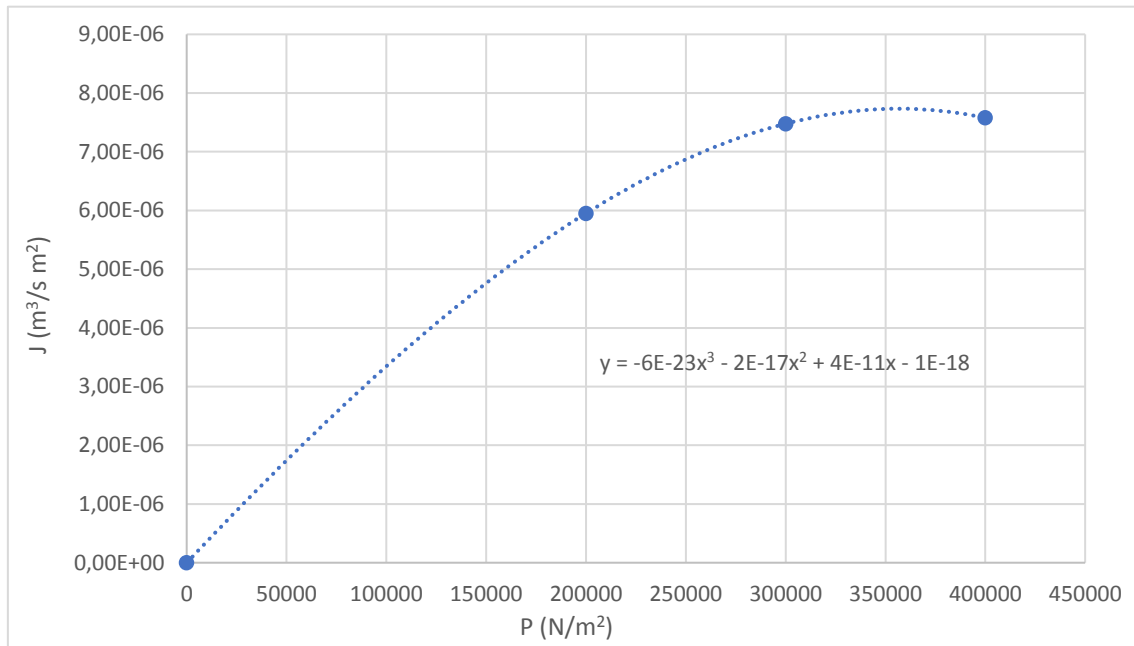


Figura 15. Flujo estacionario en función de la presión transmembrana.

Para el caso en estudio, el flujo límite ronda los 27 l/h m<sup>2</sup> ( $7,5 \cdot 10^{-6}$  m<sup>3</sup>/s m<sup>2</sup>).

### 5.1.2 Eficacia de depuración de agua residual por medio de la microfiltración

La producción de un agua microfiltrada para alimentar la unidad MPBR obligó al desarrollo de experimentos de larga duración aplicando una velocidad tangencial de paso en la membrana cerámica de 2,5 m/s y una presión transmembrana de 3 bares, identificadas previamente, como las condiciones óptimas de operación para producir un flujo límite sostenible en la unidad experimental y para el agua residual objeto de este estudio.

Los resultados obtenidos en cuanto a la depuración lograda por la unidad de microfiltración, para el agua residual, se resumen en las tablas 6 y 7.

Las membranas de microfiltración son capaces de separar contaminantes de pequeño diámetro, incluso bacterias y quistes (Déniz Quintana, 2010). Por este motivo, se utilizan principalmente para la eliminación de partículas y sólidos. El agua residual con la que se trabaja en este estudio, contiene una gran cantidad de materia suspendida, como reflejan parámetros cuantificados vinculados con este tipo de materia: DQO<sub>T</sub>, turbidez o SST. La membrana de MF ha sido capaz de retener la mayor parte de la materia particulada, dando lugar a unas eficacias de depuración superiores al 91% en DQO y SST. En cuanto a la DQO<sub>s</sub>, la eficacia no es tan notable debido a que está asociada a materia capaz de pasar a través de la membrana.

Por otro lado, se ha observado una ligera eliminación de amonio que puede deberse a la conversión de éste a nitrito, que rápidamente se transforma a su vez a nitrato, lo que explicaría el aumento de concentración de estos dos últimos. En relación al fósforo, medido como fosfato, también se obtienen eficacias baja de eliminación, pues el proceso de filtración no afecta en gran medida a dicho anión.

	AGUA BRUTA	AGUA ALIMENTACIÓN	EFICACIA	AGUA BRUTA	AGUA ALIMENTACIÓN	EFICACIA	AGUA BRUTA	AGUA ALIMENTACIÓN	EFICACIA	AGUA BRUTA	AGUA ALIMENTACIÓN	EFICACIA
FECHA	DQO <sub>T</sub>	DQO <sub>T</sub>	ε %	DQO <sub>S</sub>	DQO <sub>S</sub>	ε %	SST	SST	ε %	TURBIDEZ	TURBIDEZ	ε %
09/01/2020		105			66		675	4,67	99,31	792	6,28	99,21
17/01/2020	817	90	88,98	343	75	78,13	300	7	97,67	294	3,36	98,86
21/01/2020		183,63		648	114,97	82,26	700	49,33	92,95	867	24,28	97,20
28/01/2020		72		229	52,50	77,07	412	117	71,60	282	4,9	98,26
04/02/2020	1340	72,67	94,58	234	56	76,07	960	24,27	97,47	862	2,48	99,71
<b>Valor medio</b>	1078,50	104,66	<b>91,78</b>	363,50	72,89	<b>78,38</b>	609,40	40,45	<b>91,80</b>	619,40	8,26	<b>98,65</b>

Tabla 6. Eficacia de depuración del agua residual por medio de la microfiltración

	AGUA BRUTA	AGUA ALIMENTACIÓN	EFICACIA	AGUA BRUTA	AGUA ALIMENTACIÓN	AGUA BRUTA	AGUA ALIMENTACIÓN	AGUA BRUTA	AGUA ALIMENTACIÓN	EFICACIA
FECHA	N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	ε %	N-NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	N-NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	N-NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	N-NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	P-PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	P-PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	ε %
09/01/2020		47,23		0,008	0,172	0	0	11,611	7,81	32,74
17/01/2020	95,044	68,25	28,19		0,031		0,01		8,66	
21/01/2020	67,838	51,28	24,41	0,067	0,03	0,023	0	11,149	9,42	15,51
28/01/2020	73,928	55,81	24,51	0	21,201	0	0,56	15,311	7,92	48,27
04/02/2020	72,512	55,1	24,01	0,112	7,985	0	0,34	8,299	6,77	18,42
<b>Valor medio</b>	77,33	55,53	<b>25,28</b>	0,05	5,88	0,01	0,18	11,59	8,12	<b>28,74</b>

Tabla 7. Eficacia de depuración del agua residual por medio de la microfiltración

## 5.2 Operación en continuo del fotobiorreactor de membrana

Como ya se ha indicado previamente en el apartado 4.2.3, el fotobiorreactor de membrana operó en continuo, siendo alimentado con agua residual microfiltrada, durante aproximadamente, 80 días. A lo largo de este período, se ha evaluado el ensuciamiento sufrido por la membrana de fibra hueca a través de la variación de la presión transmembrana (TMP por sus siglas en inglés).

El término TMP se define como la diferencia de presión que hay a ambos lados de la membrana. De manera habitual, los estudios que utilizan módulos de fibra hueca sumergida, trabajan con ciclos temporizados de filtración y retrolavado. La  $TMP_i$  hace referencia a la presión inicial de ciclo de filtración, y está asociada con la resistencia de la membrana y con el ensuciamiento residual que no puede ser eliminado mediante limpiezas físicas (retrolavado, relax, etc.). Por otro lado, la membrana también se ve afectada por el ensuciamiento reversible, causado por la deposición de materia sobre la superficie de la membrana. Su valor se obtiene de la diferencia entre la  $TMP_i$  y la presión al final del ciclo de filtración ( $TMP_f$ ).

En la *figura 16* se observan dos ciclos de filtración, uno a 200 y otro a 400 horas de operación. En las primeras horas de estudio, el consorcio de microalgas-bacteria está en fase de crecimiento, por lo que no se observa una alta concentración de materia. Esto deriva en un ensuciamiento bajo en la membrana, asociado a presiones bajas durante los ciclos de filtración. Sin embargo, a medida que se acumulan los sólidos sobre la superficie de la membrana, aumenta  $R_f$ .

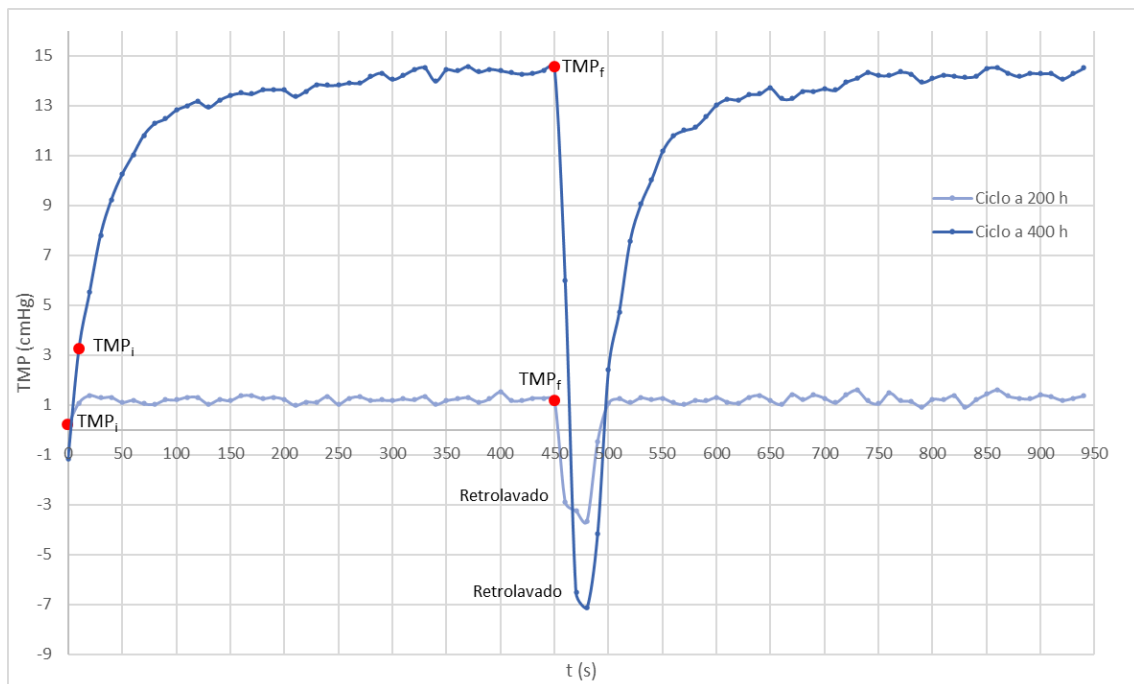


Figura 16. Ciclos de filtración a 200 y 400 horas.

En la siguiente figura se observa la evolución de la TMP inicial y final a lo largo del experimento, que consta de tres etapas diferenciadas. La primera etapa tiene una duración de 1000 h (43 días), donde se puede observar la influencia del crecimiento de las microalgas sobre la presión transmembrana. En la siguiente etapa, en la que se realiza una purga diaria de biomasa a fin de establecer un TRS de 40 días, las presiones transmembrana son notablemente inferiores, poniendo de manifiesto la importancia de la concentración de sólidos en el seno del biorreactor sobre el ensuciamiento. No obstante, la pérdida de biomasa fototrófica en el biorreactor obligó a restablecer las condiciones iniciales a partir de 1200 h.

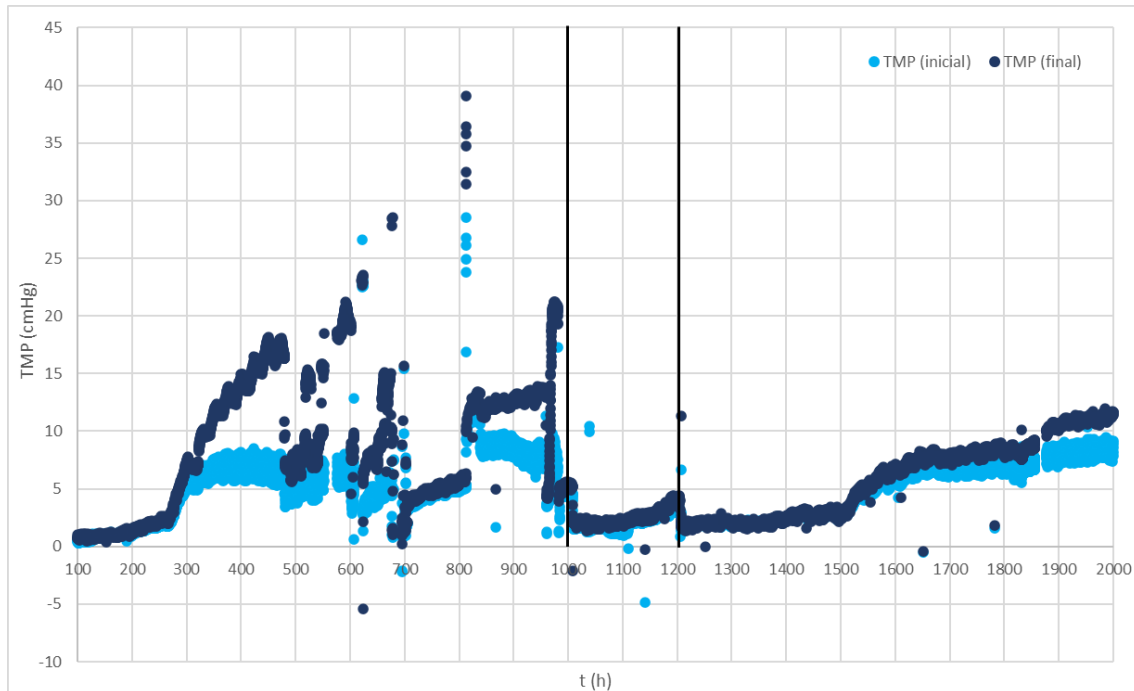


Figura 17. Evolución de la TMP con el tiempo

Durante las primeras 260 horas aproximadamente, la diferencia entre las presiones iniciales y finales fue casi nula. En esta primera etapa, se observa un crecimiento lineal del ensuciamiento reversible, debido a la lenta construcción de éste. A medida que transcurre el tiempo, aumenta la población de microalgas y la concentración de sólidos, por lo que las deposiciones sobre la superficie de la membrana son mayores. Los niveles de ensuciamiento son cada vez más elevados, lo que conduce a la obstrucción de los poros de la membrana y a un aumento abrupto de la TMP, ya que se ejerce mayor presión para mantener el flujo de permeado (Ruigómez Sempere, 2017). Este hecho se observa a partir de las 300 horas, donde la gran diferencia entre las TMP indica que la membrana necesita ser limpiada, si bien parte de ese ensuciamiento, se elimina con el retrolavado.

Por otra parte, se observó que la presión transmembrana tiende a aumentar en las horas de oscuridad, y a disminuir en las que incide luz coincidiendo con la actividad fotosintética (Ortega Pérez, 2020)

Entre las 500 y 1000 horas, los datos de presión transmembrana han sido algo irregulares, debido a imprevistos en la instalación experimental, tales como paradas de bombas de alimentación o cortes del suministro eléctrico, si bien se observa un continuo aumento del ensuciamiento reversible.

Debido a las altas presiones alcanzadas, asociadas al ensuciamiento de la membrana, y que llegan a alcanzar la presión de seguridad de la membrana, a las 900 horas aproximadamente, se procedió a la limpieza química de la membrana, de acuerdo con lo establecido en el apartado 4.2.4.



*Imagen 1. Membrana sucia.*



*Imagen 2. Membrana después de limpieza.*

En la *imagen 1* se observa un gran ensuciamiento de la membrana, debido a la presencia de microalgas y materia coloidal sobre ésta. Después de la limpieza (*imagen 2*) la membrana recupera prácticamente, su estado inicial.

Tras las 1200 h de operación, la supresión de la purga permitió la recuperación de la biomasa y la TMP mostró una evolución similar a la reportada al comienzo de este estudio, aunque con ciertas diferencias. La principal de estas diferencias es que el ensuciamiento reversible aumentó de manera más lenta, y la diferencia entre la  $TMP_i$  y  $TMP_f$  fue cada vez mayor, debido al aumento del ensuciamiento. Asimismo, se observó que la acumulación de agua residual microfiltrada en el tanque de alimentación al fotobiorreactor favorecía la nitrificación del agua alimentada al MPBR. Además, la agitación del licor mezcla del MPBR por inyección de aire incentivó este fenómeno relacionado con el incremento de bacterias nitrificantes en relación a las microalgas en la transformación del nitrógeno amoniacal. Esta disminución en la población de microalgas, junto al incremento de materia excretada por las mismas y su propia lisis celular dio lugar a incrementos significativos de la  $TMP_f$  y en consecuencia del ensuciamiento irreversible de la membrana.

### **5.3 Evolución del grado de depuración alcanzado por el MPBR**

En la *figura 18* se muestra la evolución de la  $DQO_T$  de la alimentación al MPBR que experimentó una reducción algo superior al 40% (*tabla 9*).

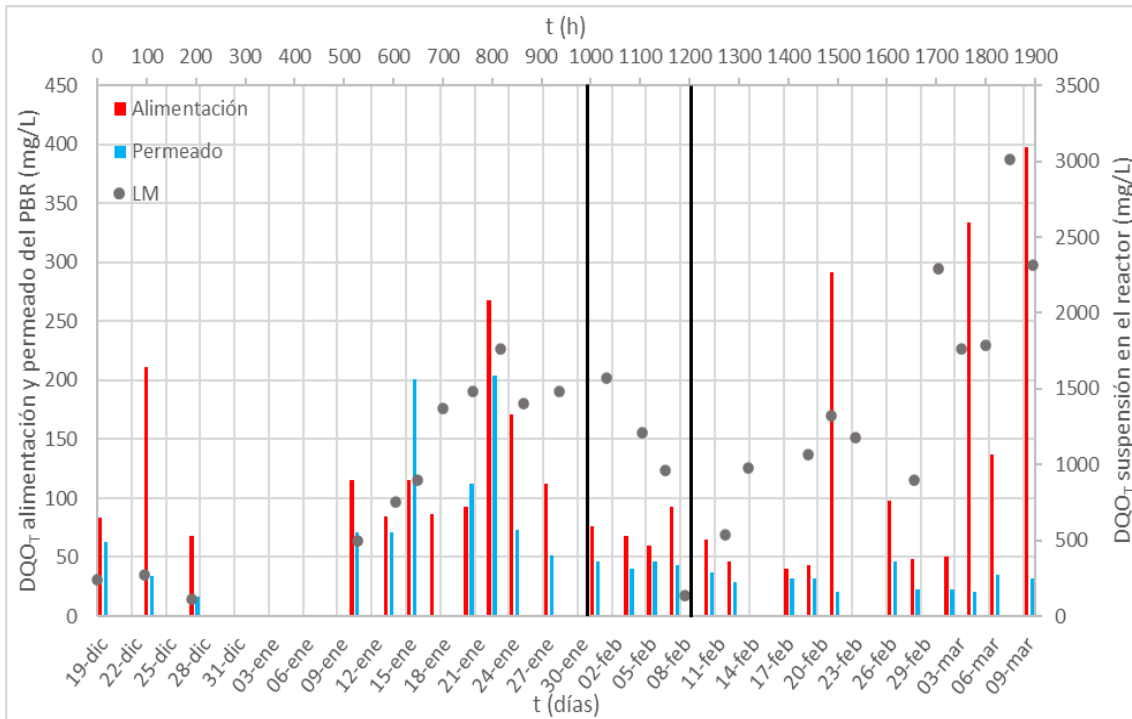


Figura 18. Evolución de la DQO en la alimentación, LM y permeado.

Por otro lado, la concentración de la biomasa expresada como sólidos en suspensión aumenta en el licor mezcla por el desarrollo principalmente, de microalgas y, de hecho, durante el periodo en que se efectuó purga de biomasa, esta, concentración de sólidos disminuyó, recuperándose al cesar las purgas.

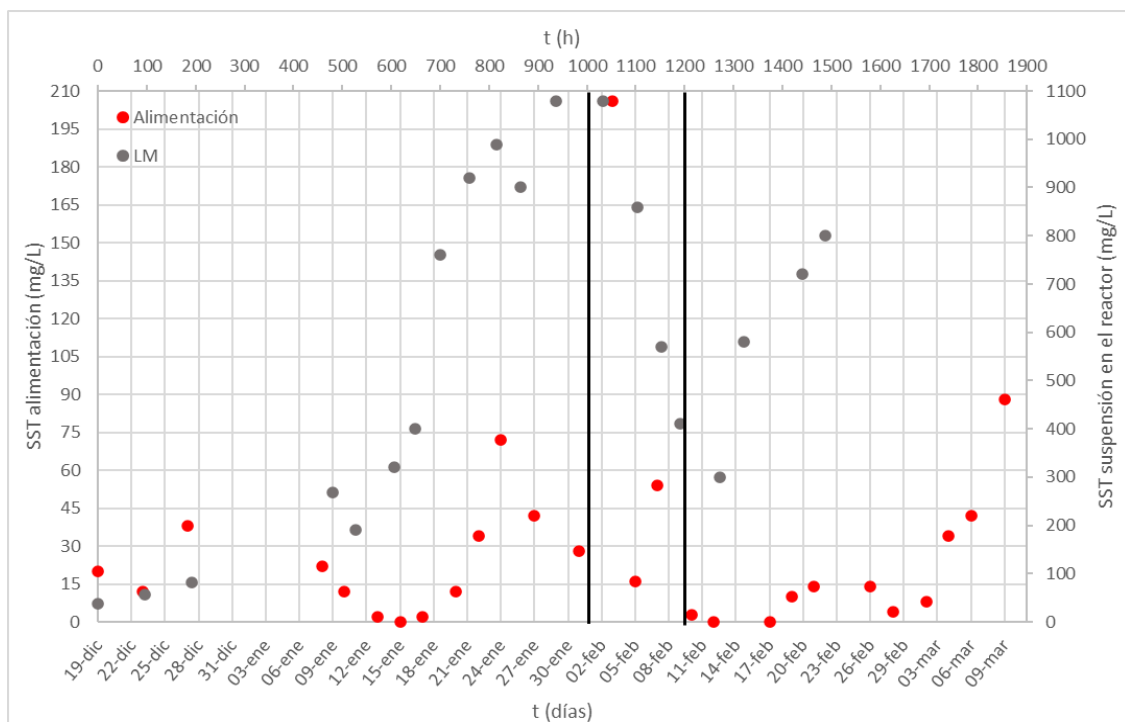


Figura 19. Evolución de los SST en la alimentación y en el reactor.



La relación entre crecimiento de microalgas concentración de SST queda patente en las imágenes siguientes (3,4 y 5) donde a simple vista se puede apreciar el aumento de biomasa, asociado a la intensidad del color verde del LM en el interior del reactor.



*Imagen 3. 19-12-2019*



*Imagen 4. 08/01/2020*



*Imagen 5. 16/01/2020*

La *imagen 3* corresponde al comienzo del estudio. La siguiente, *imagen 4*, fue tomada 20 días después, donde se observa una tonalidad verde que indica el desarrollo de las primeras microalgas. En la última (*imagen 5*), habían transcurrido 28 días respecto a la primera, en que se observa el Rápido crecimiento de microalgas, dando lugar a un aumento de los sólidos (*figura 19*). En este momento de la experimentación, la biomasa que se va adhiriendo a las paredes del depósito, impide el correcto paso de la luz hacia el interior. Esto puede ser un problema a la hora de promover la fotosíntesis, pues el acceso de luz está limitado para los individuos más alejados de las paredes. Además, hay que tener en cuenta que en la biomasa presente conviven varias especies: microalgas y bacterias, y algunas de ellas son capaces de acelerar el crecimiento de algas o bien, de ralentizarlo, por lo que la densidad óptica del LM es un factor a controlar con especial cuidado en los MPBRs.

En cuanto a la transformación/eliminación de nutrientes, la *figura 20* muestra la evolución experimentada por el nitrógeno total en las distintas corrientes presentes en el MPBR. Durante el periodo de purga, los niveles de nitrógeno en el permeado aumentaron, coincidiendo con la reducción de biomasa capaz de transformar y asimilar dicho nitrógeno. El principal mecanismo de eliminación de nitrógeno parece ser la asimilación por parte de las microalgas y su transformación por vía bacteriana. Por tanto, la tasa de eliminación dependerá del crecimiento de microalgas, y el tiempo de residencia hidráulico y de sólidos en el MPBR.

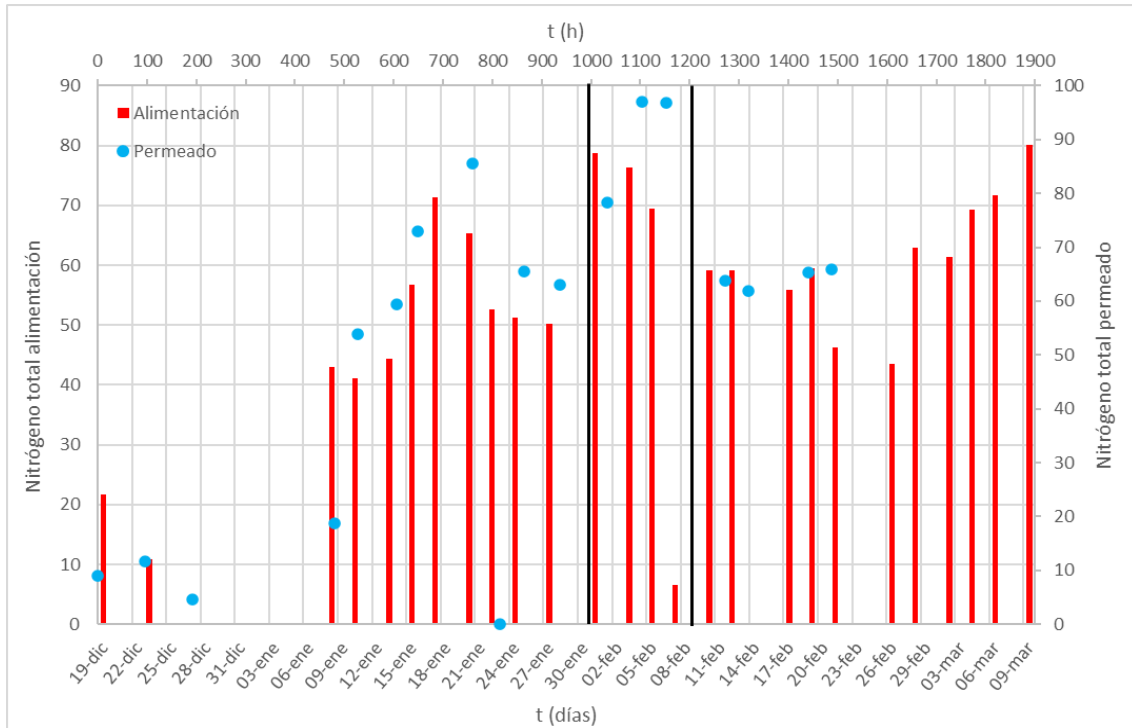


Figura 20. Evolución del nitrógeno total en la alimentación y permeado.

En la *figura 21* se observa la evolución de las especies de nitrógeno: amonio, nitritos y nitratos presentes en la alimentación y el permeado.

El amonio se redujo un 89%, mientras que la concentración de nitritos y nitratos aumentó. Este comportamiento corresponde al proceso natural de nitrificación, donde el amonio se oxida biológicamente para dar nitrito, seguido de la oxidación de éste a nitrato.

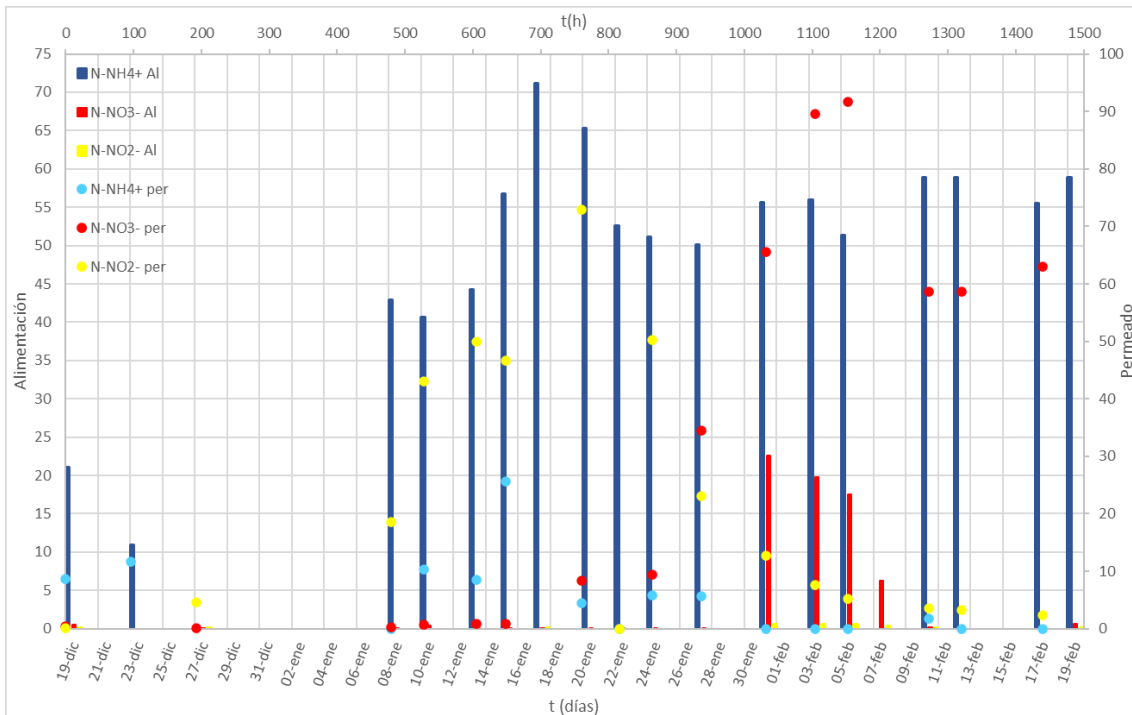


Figura 21. Evolución de las diferentes especies del nitrógeno presentes en la alimentación y permeado

Por otro lado, el contenido en fósforo de la alimentación no se vio afectado de manera significativa por la operación del MPBR. Incluso, en ocasiones, la concentración en el permeado fue superior al cuantificado en la alimentación. Esto último puede estar asociada a la liberación de fósforo orgánico y su transformación a fosfato que queda libre en el LM y que atraviesa la membrana, apareciendo en el permeado.

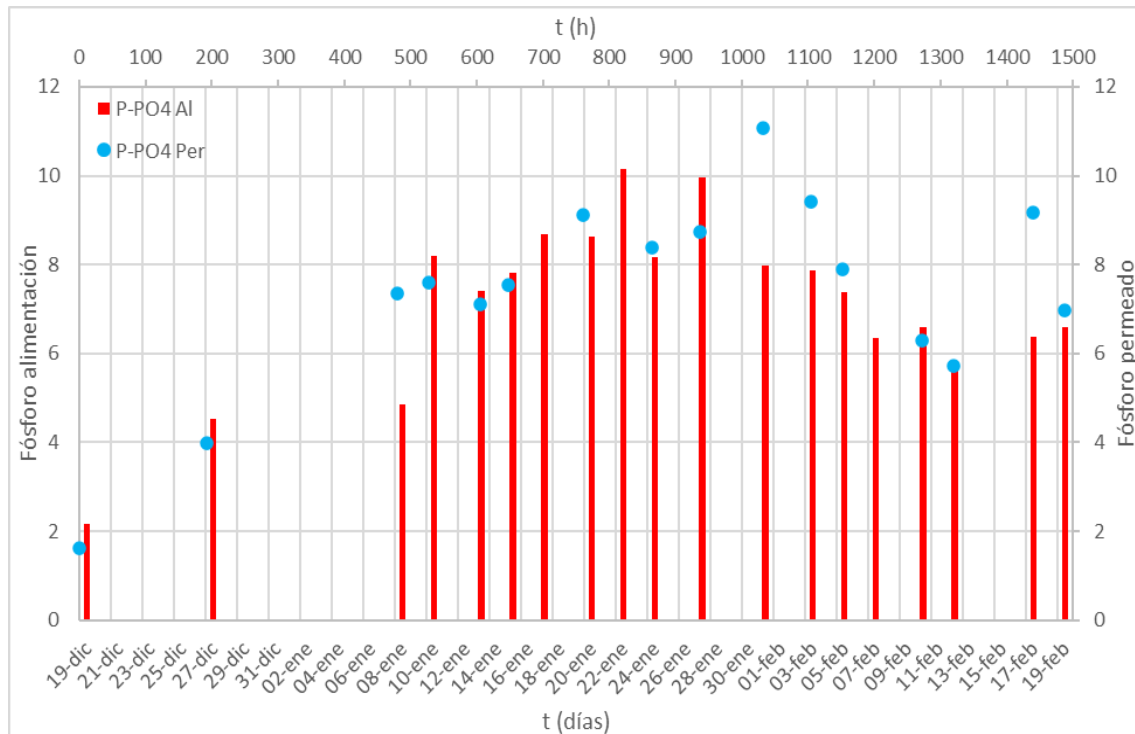


Figura 22. Evolución del fósforo en la alimentación y permeado

La evolución de la materia orgánica soluble cuantificada a través del carbono orgánico total, muestra una reducción del 33% en el MPBR.

A partir de este parámetro se puede estimar la concentración de clústeres biopoliméricos (BPCs), los cuales están relacionados con el ensuciamiento de la membrana. Según estudios previos, los polisacáridos son el componente principal de estos clústeres de biopolímeros, principal causa de las incrustaciones en membranas por su propiedad gelificante. La formación de una fina capa de gel en la superficie de la membrana puede aumentar significativamente la resistencia a la filtración, lo que también puede permitir que más bacterias se adhieran a la membrana (Meng, y otros, 2017).

La concentración de estos BPCs se calcula mediante la diferencia entre el TOC del licor mezcla y el del permeado, que muestra los biopolímeros orgánicos con un diámetro superior al poro de la membrana. En el caso del MPBR ensayado, los BPCs fueron inferiores a 15 mg/L, pero superior a 5 mg/L que en el caso de MBRs indican ensuciamiento importante de carácter irreversible (Díaz López, 2016).

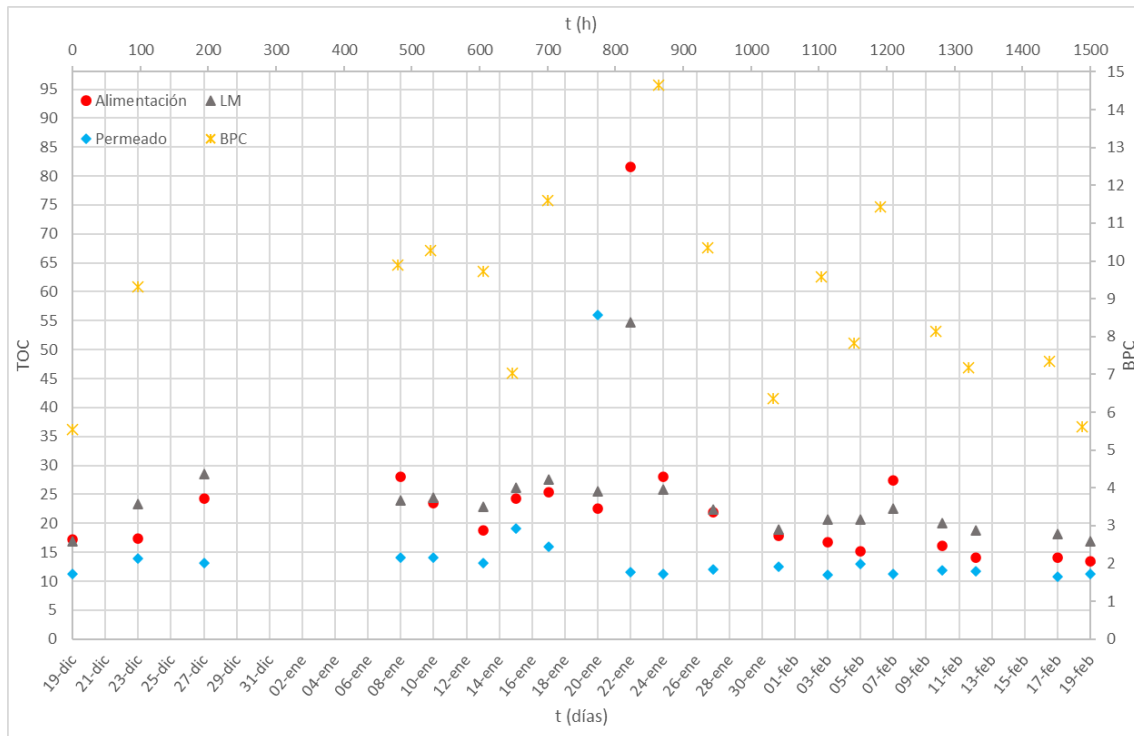


Figura 23. Evolución del carbono orgánico total

Los resultados obtenidos en cuanto a la depuración lograda por la unidad MPBR, para el agua residual, se reflejan en las siguientes tablas.

Por último, indicar que la experimentación se vio interrumpida de manera brusca por la declaración de emergencia sanitaria por COVID-19, limitando el alcance del estudio y no permitiendo llegar a alcanzar conclusiones más definitivas.

FECHA	AGUA ALIMENTACIÓN DQO <sub>T</sub>	AGUA ALIMENTACIÓN DQO <sub>5</sub>	EFLUENTE DQO <sub>T</sub> = DQO <sub>5</sub>	EFICACIA DQO <sub>T</sub> %	EFICACIA DQO <sub>5</sub> %	AGUA ALIMENTACIÓN TURBIDEZ	EFLUENTE TURBIDEZ	EFICACIA %	AGUA ALIMENTACIÓN TOC	EFLUENTE TOC	EFICACIA %
19-dic	83	77,2	62,8	24,34	18,65	17,6	0,5	97,16	17,14	11,29	34,13
23-dic	211,2	85	33,9	83,95	60,12	14,2	0,9	93,66	17,30	13,96	19,31
27-dic	68	46	17	75,00	63,04	16,9	0,97	94,26	24,35	13,20	45,79
08-ene						19,2	1,04	94,58	28,03	14,15	49,52
10-ene	115	73	71	38,26	2,74	9,73	0,87	91,06	23,45	14,11	39,83
13-ene	85	57	71	16,47	-24,56	5,08	0,81	84,06	18,77	13,08	30,31
15-ene	115	68	201		-195,59	4,03	0,89	77,92	24,23	19,16	20,92
20-ene	93	71	112		-57,75	3,38	0,58	82,84	22,49	15,95	29,08
22-ene	268	212	204	23,88	3,77	32,9	1,04	96,84	81,63	55,95	31,46
24-ene	170,6	81,7	73,4	56,98	10,16	30,2	0,64	97,88	27,99	11,53	58,81
27-ene	112,3	51,2	51,2	54,41	0,00	9,73	0,54	94,45	21,92	11,22	48,81
31-ene	76	51	46	39,47	9,80	6,55	0,42	93,59	17,88	12,01	32,83
03-feb	68	54	40	41,18	25,93	3,25	0,56	82,77	16,81	12,55	25,34
05-feb	60	40	46	23,33	-15,00	2,73	1,02	62,64	15,15	11,11	26,67
07-feb	93	71	43	53,76	39,44	2,13	0,47	77,93	27,43	12,91	52,93
10-feb	65	57	37	43,08	35,09	2,57	0,35	86,38	16,10	11,18	30,56
12-feb	46	40	29	36,96	27,50	2,91	1,26	56,70	14,00	11,93	14,79
17-feb	40	35	32	20,00	8,57	3,48	1,1	68,39	14,14	11,66	17,54
19-feb	43	37	32	25,58	13,51	2,12	0,57	73,11	13,41	10,84	19,16
<b>Valor medio</b>	<b>100,67</b>	<b>67,06</b>	<b>66,79</b>	<b>41,04</b>	<b>1,41</b>	<b>9,93</b>	<b>0,76</b>	<b>84,54</b>	<b>23,27</b>	<b>15,15</b>	<b>33,04</b>

Tabla 9. Eficacia depuración MPBR

FECHA	AGUA ALIMENTACIÓN N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	EFLUENTE N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	EFICACIA %	AGUA ALIMENTACIÓN N-NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	EFLUENTE N-NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	AGUA ALIMENTACIÓN N-NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	EFLUENTE N-NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	AGUA ALIMENTACIÓN P-PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	EFLUENTE P-PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>
19-dic	27,12	11,07	59,18	2,5	1,62	0,083	0,17	6,64	4,97
23-dic	14,07	15,02							
27-dic				0,16	0,661	0,093	14,912	13,90	12,217
08-ene	55,16	0	100,00	0,213	0,75	0	60,84	14,86	22,53
10-ene	52,27	13,17	74,80	1,659	2,81	0	141,25	25,15	23,29
13-ene	56,96	10,94	80,79	0,296	3,62	0	164,28	22,71	21,82
15-ene	72,95	32,91	54,89	0,324	3,96	0	152,98	23,95	23,14
20-ene	83,94	5,69	93,22	0,135	36,63	0	239,46	26,47	27,93
22-ene	67,58	0	100,00	0,039		0		31,12	
24-ene	65,74	7,41	88,73	0,26	41,58	0	165,27	25,03	25,68
27-ene	64,49	7,22	88,80	0,1	152,6	0	75,75	30,54	26,82
31-ene	71,5	0	100,00	100,1	290,34	1,88	41,73	24,46	33,98
03-feb	72,02	0	100,00	87,68	396,61	1,82	24,79	24,11	28,84
05-feb	65,99	0	100,00	77,68	405,91	1,84	16,92	22,60	24,23
07-feb				27,74		1,11		19,45	
10-feb	75,7	2,27	97,00	0,67	259,39	0,41	11,52	20,20	19,3
12-feb	75,79	0	100,00	0,782	259,95	0	10,601	17,76	17,53
17-feb	71,32	0	100,00	1,483	279,3	0	7,537	19,54	28,09
19-feb	75,72	0	100,00	2,609	276,94	0,059	11,17	20,22	21,37
<b>Valor medio</b>	<b>62,84</b>	<b>6,22</b>	<b>89,84</b>	<b>16,91</b>	<b>150,79</b>	<b>0,41</b>	<b>71,20</b>	<b>21,60</b>	<b>22,61</b>

Tabla 8. Eficacia depuración MPBR

# **CONCLUSIONES**

## 6. Conclusiones

Los resultados obtenidos en este trabajo, para la evaluación preliminar del grado de depuración de aguas residuales domésticas mediante un sistema MPBR permiten concluir lo siguiente:

- La microfiltración del agua residual doméstica ha permitido la producción de una corriente de alimentación al fotobiorreactor de membrana adecuada para su tratamiento por medio de esta tecnología, al eliminar la materia particulada que podría obstaculizar el desarrollo de organismos fototróficos, a la vez que permite mantener el nivel de nutrientes y materia orgánica necesaria para su desarrollo en el fotobiorreactor.
- Los tiempos de retención hidráulico y de sólidos aplicados si bien parecen adecuados para lograr una operación adecuada del MPBR, la eliminación de la oxigenación del reactor parece haber sido un aspecto limitante en la prevalencia de bacterias nitrificantes en relación a microalgas y otros organismos fototróficos. Por ello, en futuras experimentaciones sería recomendable, eliminar dicha aireación y sustituirla por agitación mecánica.
- La reducción de materia orgánica presente en la alimentación al MPBR fue significativa, pero la presencia de altas concentraciones de nitrato en el permeado obligaría a incorporar algún proceso de desnitrificación para alcanzar valores seguros de vertido y reutilización de dicho efluente.
- El ensuciamiento de la membrana de carácter reversible, está íntimamente relacionado con el desarrollo de las microalgas mientras el ensuciamiento de tipo irreversible se puede asociar a la presencia de BPCs cuya naturaleza no pudo ser claramente definida.

## Conclusions

The results from this work, focused on a preliminary assessment of membranephotobioreactor for microfiltered municipal wastewater reclamation, allow us to conclude the following ones:

- Microfiltration of domestic wastewater has allowed the production of a feed stream for the membrane photobioreactor suitable for successful treatment by this technology. This has allowed to remove particulate matter that could hinder the development of phototrophic organisms, and to maintain the level of nutrients and organic matter necessary for their development in the photobioreactor.
- Although the hydraulic and solids retention times applied seem adequate to achieve an adequate operation of the MPBR, the removal of oxygenation seems to have been a limiting aspect in the prevalence of nitrifying bacteria in relation to microalgae and other phototrophic organisms. Therefore, future experiments without aeration would be advisable.
- The organic matter present in the MPBR feed was significantly removed, but the presence of high nitrate concentrations in the permeate would make it necessary complementary denitrification process to ensure safe discharge and reuse of the final effluent.
- The reversible membrane fouling of the is closely related to the microalgae development, while the irreversible fouling can be associated with the presence of PCBs, although the nature of these ones could not be defined.

## 7. Bibliografía

- Adriana Velasco, L., Barros-Gómez, J., Ospina-Salazar, G. H., & Alberto Trujillo, C. (2009). Efecto de la intensidad lumínica, temperatura y salinidad sobre el crecimiento de la microalga. *Intropica*, 93-99.
- Armengol Nadal, M. C. (2017). Detección y cuantificación de patógenos en nuevos sistemas de tratamiento de aguas residuales. Reutilización de aguas y fangos (Trabajo Fin de Máster). Valencia: Universidad Politécnica de Valencia.
- Benito, J., Conesa, A., & Rodríguez, M. (2004). Membranas cerámicas. Tipos, métodos de obtención y caracterización. *Boletín de la sociedad española de cerámica y vidrio*, 43(5), 829-842.
- Brennan, L., & Owende, P. (2009). Biofuels from microalgae - A review of technologies for production, processing and extractions of biofuels and co-products. *Renew Sustain Energy Reviews*.
- BOE-A-1996-7159 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-2007-21092 Real Decreto 1620/2007, de 7 de diciembre, por el que se establece el régimen jurídico de la reutilización de las aguas depuradas.
- Calvo, J. I., & Prádanos, P. (s.f.). Caracterización de membranas de ultrafiltración. Estudio comparativo mediante porosimetría LLDP y análisis de imágenes SEM (TFM). Universidad de Valladolid.
- Contreras Flores, C., Peña Castro, J. M., Flores Cotera, L. B., & Cañizares Villanueva, R. O. (2003). Avances en el diseño conceptual de fotobiorreactores para el cultivo de microalgas. *Interciencia*, 450-456.
- Déniz Quintana, F. A. (Febrero de 2010). Análisis estadístico de los parámetros DQO, DBO5 y SS de las aguas residuales urbanas en el ensuciamiento de las membranas de ósmosis inversa. (Tesis Doctoral). Universidad de Las Palmas de Gran Canaria.
- Díaz López, O. (7 de Junio de 2016). Tecnología de biorreactores de membrana como tratamiento terciario de aguas residuales domésticas (Tesis Doctoral). San Cristóbal de La Laguna: Universidad de La Laguna .
- Flores Lebrón, C. E. (7 de Septiembre de 2020). Diseño de una planta piloto de un fotobiorreactor de membrana (Trabajo Fin de Máster). San Cristóbal de La Laguna: Universidad de La Laguna.
- Galvis Castinlanco, M. P. (2014). Estado del arte biorreactores de membrana (Tesis de maestría). Colombia: Escuela colombiana de ingeniería 'Julio Garavito' .
- García Pacheco, R. (20 de Junio de 2011). Estado del arte del ensuciamiento, limpieza y modificación de la superficie de membranas de filtración para el tratamiento de disoluciones acuosas (Trabajo de máster). Alcalá de Henares: Universidad de Alcalá y Universidad Rey Juan Carlos.



- García, R. (s.f.). 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.
- Guizard, C. (1999). Técnicas membranarias de filtración de líquidos. Venezuela: Universidad de Los Andes.
- Henry, J. G., & Heinke, G. W. (1999). *Ingeniería Ambiental*. Ciudad de México: Pearson Educación.
- Hernández Navarro, M. (Abril de 2015). Caracterización del ensuciamiento en membranas de ultrafiltración mediante parámetros de medida de resistencia en operación de flujo cruzado. (Tesis Doctoral) . Las Palmas de Gran Canaria : Universidad de Las Palmas de Gran Canaria.
- Hernández-Pérez, A., & I. Labbé, J. (2014). Microalgas, cultivo y beneficios. *Biología Marina y Oceanografía*, 157-173.
- Lofrano, G., & Brown, J. (2010). Wastewater management through the ages: A history of mankind. *Science of the Total Environment*, 5255-5264.
- Luo, Y., Le-Clech, P., & Henderson, R. K. (2016). Simultaneous microalgae cultivation and wastewater treatment in submerged membrane photobioreactors: A review. *Algal Research*.
- Luo, Y., Le-Clech, P., & Henderson, R. K. (2018). Assessment of membrane photobioreactor (MPBR) performance parameters and operating conditions. *Water Research*, 169-180.
- Meng, F., Zhang, S., Oh, Y., Zhou, Z., Shin, H.-S., & Chae, S.-R. (2017). Fouling in membrane bioreactors: An updated review . *Water Research* , 151-180.
- Moreno Marín, A. (Mayo de 2008). Fotobiorreactor cerrado como método de depuración de aguas residuales urbanas (Tesis doctoral). Sevilla, España: Universidad de Sevilla.
- Niizawa, I. (2014). Diseño, modelado y optimización de foto-bio-reactores destinados al cultivo de microalgas para diferentes aplicaciones tecnológicas (Tesis doctoral) . Argentina: Universidad Nacional del Litoral.
- Ojeda Rodríguez, A., Sacristán, D., & Afonso, A. (1985). Efectos de la salinidad luz y temperatura en el crecimiento del alga Fitoplanctonia *Chlorella* sp. *Informes técnicos (Instituto Español de Oceanografía)*, 3-11.
- Ortega Pérez, I. (13 de Julio de 2020). Evaluación preliminar del comportamiento de un fotobiorreactor de membrana (MPBR) como tratamiento avanzado de aguas residuales domésticas (Trabajo Fin de Grado). San Cristóbal de La Laguna: Universidad de La Laguna .
- Osada, Y., & Nakagawa, T. (1992). *Membrane Science and Technology*. New York: Marcel Dekker, Inc.
- Pineda Santos, A. (2005). Estudio del tratamiento de un agua con alto contenido en silicatos de zirconio mediante Microfiltración y Ultrafiltración (Tesis Doctoral). Valencia: Universidad Politécnica de Valencia.

- Ramírez Mérida, L. G., Queiroz Zepka, L., & Jacob-Lopes, E. (2013). Fotobiorreactor: Herramientas para cultivo de cianobacterias. *Ciencia y Tecnología*, 9-19.
- Romero González, J. F. (Julio de 2010). Control avanzado en procesos industriales de microfiltración y ultrafiltración tangencial. España: Universidad Politécnica de Valencia.
- Ruigómez Sempere, I. (Enero de 2017). Estrategias para limitar el ensuciamiento de membranas sumergidas en biorreactores anaerobios. Universidad de La Laguna.
- Ruiz Martínez, A. (Abril de 2011). Puesta en marcha de un cultivo de microalgas para la eliminación de nutrientes de un agua residual urbana previamente tratada anaeróticamente (Trabajo fin de máster). Valencia, España: Universidad Politécnica de Valencia.
- Schullehner, J., Stayner, L., & Hansen, B. (2017). Nitrate, Nitrite, and Ammonium Variability in Drinking Water Distribution Systems. *Int. J. Environ. Res. Public Health*, 14, 276.
- Simpliciano, C. C. (Julio de 2013). Caracterización del transporte de especies iónicas en procesos de nanofiltración (Trabajo fin de grado). Universidad Politécnica de Barcelona.
- Soto Díaz, A. (Diciembre de 2018). Aplicación de la tecnología de membranas de nanofiltración y ósmosis inversa para el tratamiento de disoluciones acuosas de compuestos fenólicos y ácidos carboxílicos (Tesis doctoral). Universidad Rey Juan Carlos .
- T. Madigan, M., M. Martinko, J., S. Bender, K., H. Buckley, D., & A. Stahl, D. (2015). *Brock. Biología de los microorganismos*. Madrid: Pearson.
- Ures Rodríguez, P., Jácome Burgos, A., & Suárez López, J. (2015). *Filtración en membrana y ósmosis inversa*. A Coruña.
- Vera Peña, L. M. (1998). Microfiltración de agua residual depurada. Mejora del flujo de permeado por inyección de gas (Tesis doctoral). San Cristóbal de La Laguna: Universidad de La Laguna.
- Vera, L., González, E., Díaz, O., Bohorque, R. A., & Sánchez, R. D. (2014). Ultrafiltración tangencial de efluentes secundarios. Análisis del ensuciamiento de la membrana. *Avances en Ciencia e Ingeniería*, 5(4), 17-29.