Universidad de La Laguna

Trabajo de fin de Grado

Grado en Ingeniería Química Industrial

"Evaluación de las condiciones óptimas de filtración de suspensiones anaerobias a través de membranas sumergidas de fibra hueca"

Autora:
Sonia Guerra Rodríguez

Curso:
2015/2016

Tutores:
Luisa Mª Vera Peña
Ignacio Ruigómez Sempere

Lugar de realización del TFG:
Departamento de Ingeniería Química y Tecnología Farmacéutica
Escuela Superior de Ingeniería y Tecnología
Universidad de La Laguna

Índice

Resumen 5

Abstract 6

1. Introducción 8

1.1 Reutilización de aguas regeneradas 8

1.1.1 Situación actual y marco legal 8

1.1.2 Sistemas convencionales de depuración de aguas residuales 10

1.2 Membranas y su aplicación al tratamiento de aguas residuales 14

1.2.1 Configuración de las membranas 15

1.2.2. Tipo de flujo 16

1.3 Biorreactores de membrana (MBR) 17

1.3.1 Introducción 17

1.3.2 Evolución histórica y mercado actual de los MBR 17

1.3.3 Tipos de configuración de BRM 18

1.3.4 Modos de operación de los MBR 21

1.3.5 Ventajas de los MBR 22

1.3.6 Biorreactores de membrana anaerobios 23

1.4 Ensuciamiento de las membranas 25

1.5 Limpieza de las membranas 27

1.5.1 Limpieza física 28

1.5.2. Limpiezas químicas 31

2. Objetivos 34

3. Materiales y métodos 36

3.1 Descripción de la instalación experimental 36

3.2. Elementos y especificaciones de las diferentes configuraciones. 38

3.3 Desarrollo de los experimentos. 43

3.3.1 Operación en batch (experimentos de corta duración) 43

3.3.2 Operación en continuo del AnMBR 44

3.3.3 Experimentos de limpieza con rotación del módulo de membranas 45

3.4 Protocolo de limpieza de las membranas 46

3.5 Parámetros clave en los estudios de filtrabilidad 47

3.6 Métodos analíticos 48

3.7 Caracterización de la alimentación 53

3.7.1 Operación en batch: caracterización de las suspensiones anaerobias 53

3.7.2 Operación en continuo: caracterización del agua residual 54

4. Resultados y discusión 57

4.1 Estudio de la influencia del burbujeo de gas y la rotación del módulo de membranas durante el retrolavado 57

4.1.1 Experimentos de filtrabilidad de corta duración 57
4.1.2 Efecto de la velocidad de rotación durante las limpiezas físicas 62
4.1.3 Fraccionamiento del ensuciamiento residual 63

4.2 Comparación de diferentes presiones y relaciones $t_{ret}/t_{limpieza}$ 66
4.2.1 Experimentos de filtrabilidad de corta duración 66
4.2.2. Efecto de la presión y Φ en las limpiezas 71

4.3 Análisis de la operación en continuo 73
4.3.1 Evolución del flujo neto de permeado y la presión transmembrana 73
4.3.2 Caracterización de la biomasa y rendimiento de depuración del AnMBR 76

5. Conclusiones 80

5.1 Conclusions 81

6. Bibliografía 84

RESUMEN

Resumen

En los últimos años, la tecnología de biorreactores de membrana anaerobios (AnMBR) se ha establecido como una alternativa para el tratamiento de aguas residuales gracias a las importantes ventajas que presenta sobre los tratamientos anaerobios tradicionales y los biorreactores de membrana aerobios. A pesar de ello, el ensuciamiento que sufren las membranas durante el proceso, y el consecuente impacto que tiene sobre el consumo energético, continúa siendo el principal problema a la hora de aplicar esta tecnología. Esto, sin embargo, puede ser remediado mediante diferentes técnicas para controlar el ensuciamiento y de limpieza de la membrana, por lo que es necesario enfocar las nuevas investigaciones en desarrollar este campo.

En este estudio, realizado en una unidad a escala laboratorio con un módulo de membranas de fibra hueca sumergido, se han estudiado diferentes métodos para eliminar el ensuciamiento durante los ciclos de limpiezas físicas que se llevan a cabo entre las etapas de filtración, analizando, además, la influencia de la presión transmembrana de consigna en la construcción del ensuciamiento y su posterior eliminación.

Con este fin, se han comparado dos configuraciones hidrodinámicas diferentes del módulo de membranas para promover la turbulencia en sus inmediaciones: la configuración clásica y más extendida, que se basa en el burbujeo de gas a través de las fibras (G-HFM) y una nueva configuración basada en la rotación del propio módulo de membranas (R-HFM), estudiando el efecto que causa sobre el proceso, bien la aplicación de burbujeo de gas o bien, la rotación del módulo únicamente durante el ciclo de limpieza física.

El estudio del rendimiento del proceso en términos de depuración, así como de la construcción del ensuciamiento se llevó a cabo tanto en experimentos de corta como de larga duración.

Abstract

In the last years, anaerobic membrane bioreactor (AnMBR) technology is being considered as an alternative for wastewater treatment due to the significant advantages over conventional anaerobic treatment and aerobic membrane bioreactors. Nonetheless, membrane fouling during filtration, and its impact on energy requirements, remains the most important problem in the application of this technology. However, this issue can be solved by using different techniques for membrane fouling mitigation and removal, aspect where more research is needed.

In this study, carried out in a lab-scale plant using a submerged hollow fibre membrane, different methods for fouling removal during the membrane cleaning have been investigated. These physical cleanings take place between filtration cycles. Moreover, the influence of set point transmembrana pressure in fouling formation and removal has been analyzed.

With this purpose two different hydrodynamic configurations of the membrane module have been compared: conventional, and most used, configuration based on gas-sparging and a novel configuration characterized by the rotation of the membrane module (R-HFM). The effect produced by gas-sparging application or membrane rotation just during physical cleaning was studied.

The studied of the effectiveness of the process in terms of depuration and fouling depositions was conducted in both, short and long-term trials.

INTRODUCCIÓN

1. Introducción

1.1 Reutilización de aguas regeneradas

1.1.1 Situación actual y marco legal

En los últimos años, el agua se ha convertido en uno de los principales motivos de preocupación a nivel mundial. El importante incremento demográfico y la industrialización han dado lugar a una creciente contaminación de este recurso, imprescindible para el desarrollo de la vida. Este aspecto, sumado a las variaciones climáticas y las prácticas ineficaces de la gestión del agua, ha tenido como consecuencia una pronunciada escasez en determinadas zonas del planeta, especialmente en las regiones más áridas. Por otra parte, la calidad de los recursos hídricos directamente disponibles ha descendido drásticamente, en parte debido a los vertidos de agua residual sin tratar adecuadamente a los ríos y mares. Esta agua puede contener altos niveles de contaminantes que, a pesar de ser fácilmente biodegradables, tienen un impacto importante en los ecosistemas.

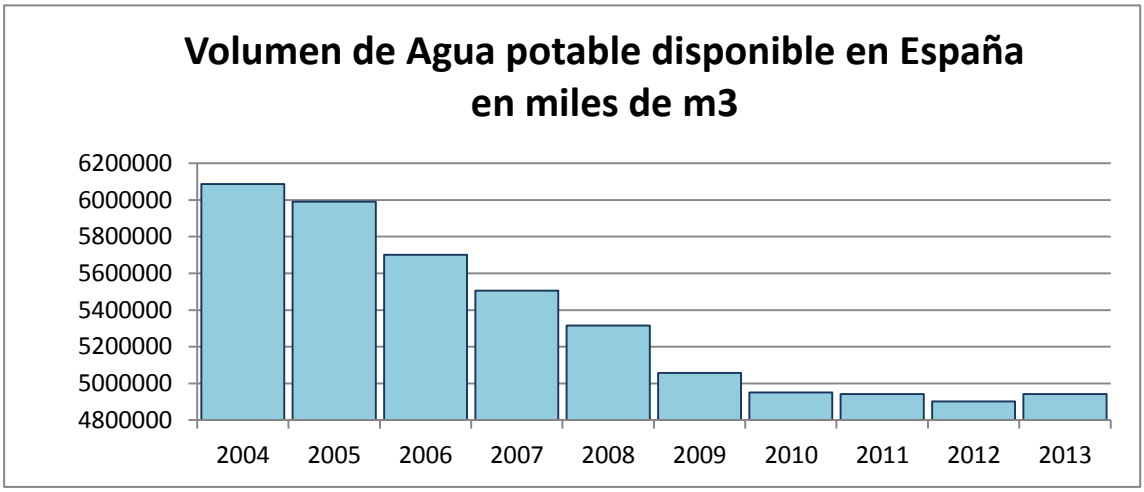

Figura 1.1 Volumen de Agua potable disponible en España por años
Datos obtenidos del instituto nacional de estadística.

A fin de evitar malas prácticas, en los últimos años, la normativa relativa a la calidad del agua depurada en España, tanto para su vertido como para su reutilización, se ha vuelto cada vez más exigente.

Dependiendo del uso que se quiera dar al agua regenerada, será necesario cumplir unos requisitos marcados en el Real Decreto 1620/2007, de 7 de diciembre, por el que se establece el régimen jurídico de la reutilización de las aguas depuradas para usos urbanos, agrícolas, industriales, recreativos o ambientales. La importancia de reutilizar el agua regenerada es múltiple, ya que permite (Asano et al., 2006):

- Destinar el agua potable a aplicaciones donde se requieran calidades elevadas, tales como el consumo humano, y emplear el agua regenerada en actividades con menores niveles de exigencia, como por ejemplo la agricultura.
- Aumentar los recursos disponibles de agua a fin de satisfacer las necesidades presentes y futuras de la población.
- Proteger los ecosistemas acuáticos mediante la reducción y el control del vertido de nutrientes y otros contaminantes tóxicos a las fuentes naturales de agua.
- Reducir la necesidad de infraestructuras de almacenamiento y gestión de agua, como las presas.
- Cumplir la normativa mediante la mejora de la gestión del suministro de agua y vertido.

En los entornos insulares, la gestión sostenible de los recursos hídricos posee especial importancia debido a la lejanía de los continentes. Las islas Canarias concretamente, presentan problemas relativos al abastecimiento de agua, como consecuencia de su climatología, así como del importante desarrollo económico y demográfico experimentado en los últimos años (Delgado et al., 2006). Adicionalmente, en las últimas décadas ha habido una sobreexplotación de los recursos hídricos tradicionales que ha propiciado un descenso drástico de la cantidad y la calidad del agua procedente de acuíferos isleños (Delgado et al., 2011), lo que hace que cada día cobre más importancia el uso de aguas regeneradas. Como consecuencia, para lograr cumplir con los requisitos establecidos en el marco legal actual es necesario hacer uso de tecnologías que logren elevadas tasas de depuración en espacios reducidos. Por ello, en los últimos años se ha impulsado la modernización de las Estaciones Depuradoras de Aguas Residuales (EDARs) de las islas y varias de ellas contemplan la implantación a

corto-medio plazo de biorreactores de membrana (MBR). Esta tecnología cumple satisfactoriamente las restricciones legales que indica esta normativa y, por tanto, se postula como una alternativa viable y atractiva para poder conseguir un agua depurada o regenerada de máxima calidad.

1.1.2 Sistemas convencionales de depuración de aguas residuales

El agua residual es una combinación de efluentes líquidos de distinta procedencia cuya concentración depende de las características que se den en cada población o industria y del tipo de sistema de recogida que se emplee. Atendiendo a su procedencia, el agua residual puede clasificarse como (Tchobanoglous et al., 1995):

- Agua residual doméstica (o sanitaria): es el agua que procede de zonas residenciales o instalaciones comerciales públicas o de naturaleza similar. A su vez, el agua residual de origen doméstico se puede subdividir en dos tipos:
    - Aguas grises: aquellas que provienen de procesos domésticos, tales como la limpieza de la vajilla, la ropa o el aseo personal.
    - Aguas negras: aquellas que presentan contaminación por sustancias fecales y orina.
- Agua residual industrial: Agua residual en la cual predominan vertidos industriales
- Infiltraciones y aportaciones incontroladas: Agua que entra tanto de manera directa como indirecta en la red de alcantarillado.
- Aguas pluviales: Agua resultante de escorrentía superficial.

Normalmente se acepta que los principales contaminantes presentes en las aguas residuales son sólidos en suspensión, materia orgánica biodegradable, sólidos inorgánicos disueltos, nutrientes como el nitrógeno y el fósforo y/o patógenos.

Dependiendo del tipo de contaminante que queramos eliminar será necesario recurrir a diferentes procesos físicos, químicos y biológicos. Por lo general, este tipo de procesos se desarrollan en una Estación Depuradora de Aguas Residuales (EDAR) y su diseño dependerá de la procedencia del agua, de su composición y de

la calidad final del efluente según su destino (vertido o reutilización). Si bien es cierto que no existe un modelo estándar de EDAR, de forma genérica se pueden distinguir cinco etapas de tratamiento (Figura 1.2).

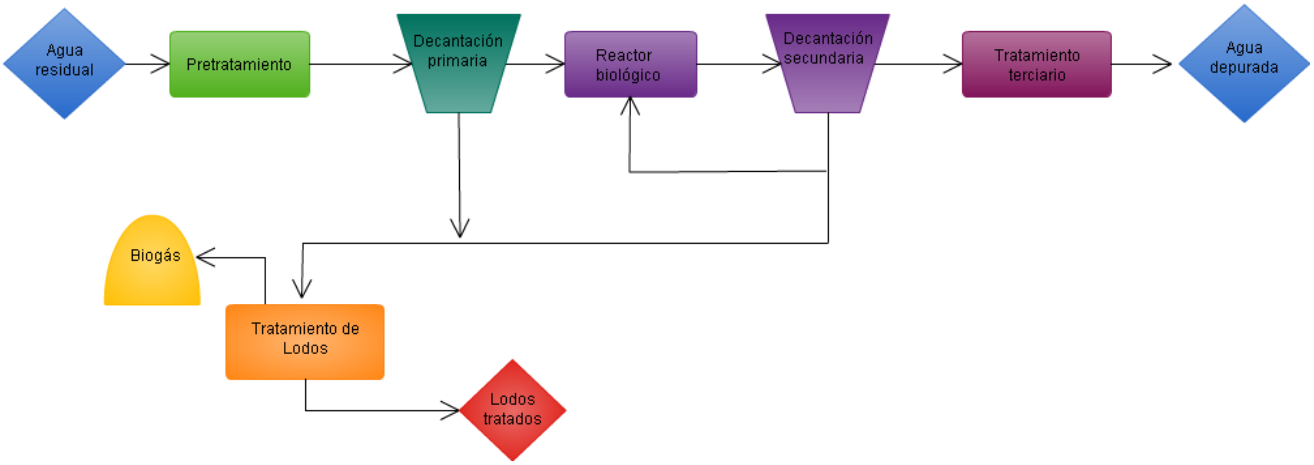

Figura 1.2 Esquema genérico de una EDAR

Pretratamiento

Esta primera etapa tiene como objetivo la eliminación de los constituyentes presentes en las aguas residuales que puedan ocasionar problemas de funcionamiento y mantenimiento en las EDAR, tales como los sólidos de mayor volumen que hayan sido arrastrados o las grasas y aceites presentes en el agua para evitar que estos puedan dañar algún equipo, obstruir tuberías o ralentizar el proceso si pasan al resto de la planta.

Dentro de esta etapa, pueden diferenciarse tres procesos principales:

- Desbaste, operación que consiste en hacer pasar el agua a través de una reja o en la que los sólidos de mayor tamaño son retenidos.
- Desarenado, para la eliminación de partículas sólidas de pequeño tamaño.
- Desengrasado, con el fin de eliminar grasas, aceites, espumas y demás materiales flotantes con una densidad inferior a la del agua.

Tratamiento primario

El objetivo principal de esta etapa es la eliminación de una fracción de los sólidos en suspensión y la materia orgánica presente en el agua residual, para lo que normalmente se hace uso de una operación física de sedimentación. Para ello, tras la etapa de pretratamiento, el agua se envía a grandes decantadores.

Generalmente, el proceso consiste simplemente en dejar el agua residual el tiempo suficiente en los decantadores para que las partículas sedimenten. No obstante, a día de hoy existen tratamientos primarios mejorados, que hacen uso de coagulantes provocando la unión de partículas pequeñas en flóculos de mayor tamaño y que por tanto sedimentan con mayor facilidad. Los efluentes de esta etapa, por lo general se caracterizan por presentar un elevado contenido en materia orgánica y valores elevados de DQO (Tchobanoglous et al., 1995).

Tratamiento secundario:

El tratamiento secundario es una etapa en la que se persigue la eliminación de los sólidos suspendidos y la materia orgánica biodegradable del agua residual. En esta etapa de tratamiento es habitual el uso de sistemas de depuración, entre los que que la tecnología de lodos activados ocupa un lugar predominante.

Los sistemas de lodos activados se basan en la eliminación de sustancias biodegradables mediante la acción de microorganismos en un reactor biológico. El modelo convencional de una planta de este tipo está compuesto por un tanque de aireación y un sedimentador secundario (Figura 1.3). En el tanque de aireación, donde se garantiza un suministro de oxígeno y una mezcla entre las agregaciones de microorganismos conocidos como flóculos biológicos y el agua residual, la materia orgánica presente es degradada. Posteriormente, la mezcla de microorganismos y agua residual tratada conocida como licor mezcla es separada en el sedimentador.

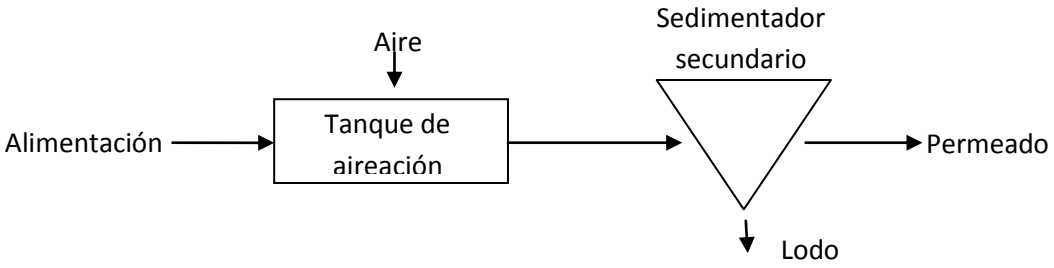

Figura 1.3 Esquema del proceso de depuración por Lodos Activados

Tratamiento terciario o avanzado:

El tratamiento terciario constituye un complemento a la depuración de aguas residuales que se emplea cuando el tratamiento secundario no ofrece un nivel de depuración suficiente. El tratamiento terciario o avanzado permite eliminar contaminantes específicos, usualmente tóxicos o compuestos no biodegradables con vistas a proporcionar al agua unas características determinadas que la haga apta para un fin determinado, ya sea vertido o reutilización.

Dentro de esta etapa se engloban procesos como la filtración mediante arena, la desinfección (que generalmente se realiza mediante cloro, ozono o radiación UV) o la utilización de humedales artificiales.

Tratamiento de lodos o línea de fangos:

Los fangos procedentes de las decantaciones deben recibir un tratamiento especial hasta que son susceptibles de ser tratados como residuo sólido urbano o incinerados, o bien deben ser transformados a un subproducto capaz, tras otros tratamientos como la estabilización o el compostaje, de ser reutilizado como abono en la agricultura u otros usos.

Durante este proceso, el lodo pasa por tres etapas diferenciadas: espesamiento, digestión y deshidratación. La digestión de los fangos, cuando se realiza por vía anaerobia, produce biogás que puede ser aprovechado para la generación de energía dentro de la misma planta.

1.2 Membranas y su aplicación al tratamiento de aguas residuales

Una membrana, cuando se habla en términos de tratamiento de agua, es un material que permite que algunos componentes pasen a su través con mayor facilidad que otros, dando lugar a un permeado libre de los componentes que han sido retenidos en su superficie. El grado de selectividad depende por tanto del tamaño del poro de la membrana.

Atendiendo al tamaño de poro, se puede distinguir entre cuatro tipos diferentes de procesos de membrana empleados en el tratamiento de aguas residuales municipales (Figura 1.4): microfiltración (MF), ultrafiltración (UF), nanofiltración (NF) y ósmosis inversa (OI). En todos ellos la fuerza impulsora es el gradiente de presión.

En los últimos años, se ha incorporado el uso de las membranas con mayores tamaños de poro (MF y UF) a los MBR. Este tipo de membranas operan a bajas presiones (0,1-10 bar) y permiten obtener efluentes parcialmente desinfectados, de elevada calidad físico-química, que posteriormente pueden ser reutilizados o servir como pretratamiento a etapas posteriores del proceso de regeneración de aguas residuales.

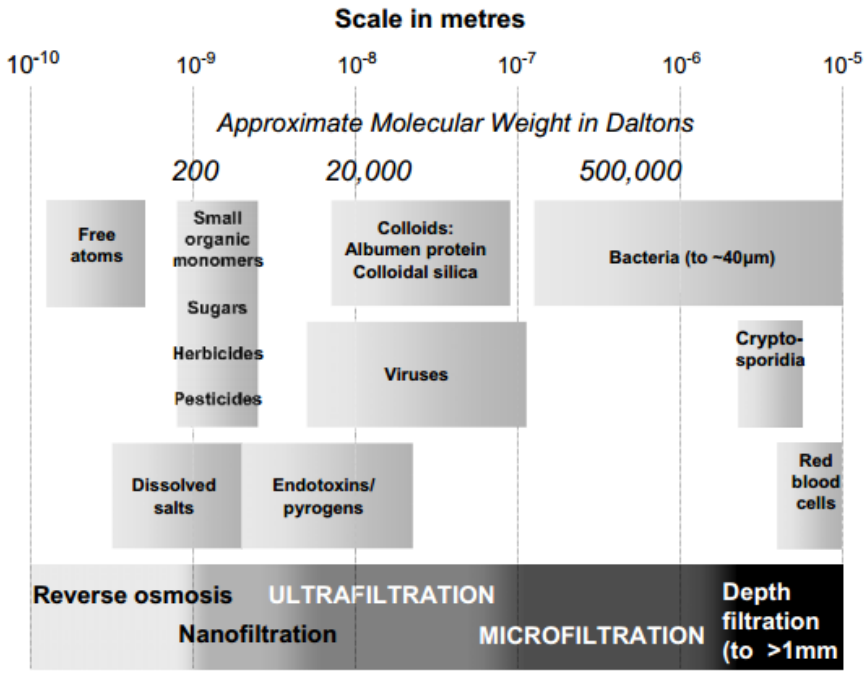

Figura 1.4 Procesos de separación por membrana atendiendo al tamaño de poro (Judd, 2011)

1.2.1 Configuración de las membranas

Se conoce como configuración de la membrana a la forma en que una serie de membranas individuales se encuentran dispuestas formando módulos.

El diseño del módulo debe tener como objetivos disponer de la mayor superficie de membrana posible, conseguir una hidrodinámica apropiada, obtener un menor gasto energético y permitir un buen acoplamiento con otros módulos (Iglesias et al., 2014).

Las configuraciones empleadas en los módulos MBR son principalmente tres:

- Membranas planas (MP): están formadas por dos capas de material de membrana adheridas a un panel por donde se extrae el permeado.

- Membranas de fibra hueca (MFH): están constituidas por varias fibras que se agrupan en forma de haz o láminas y se insertan en un soporte por donde se extrae el permeado.

- Membranas tubulares (MT): se encuentran dispuestas dentro de una carcasa cilíndrica y poseen un mayor diámetro que las de fibra hueca. En este tipo de configuración, al contrario que en el anterior, el flujo es del interior de la membrana al exterior.

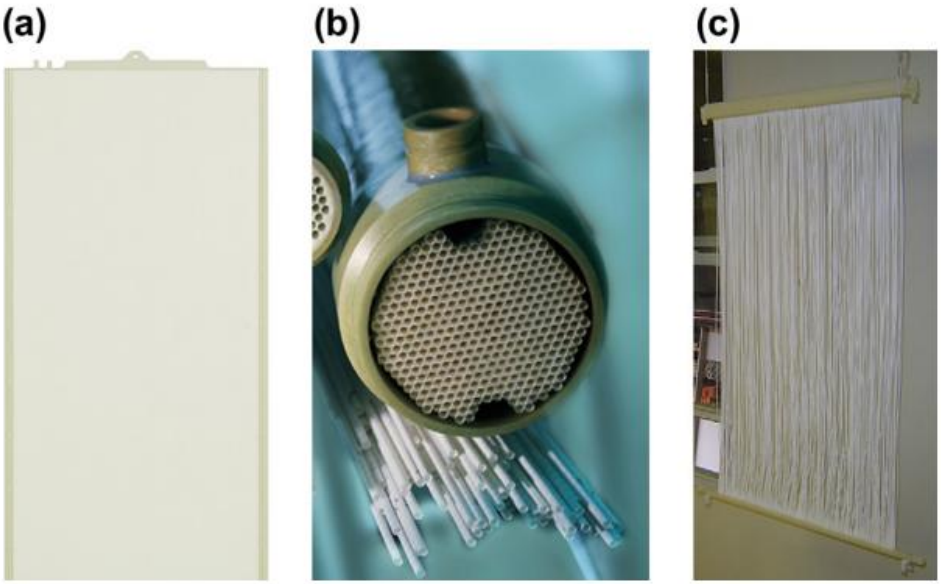

Figura 1.5 Configuración de membranas: a) MP b) MT c) MFH (Judd, 2011)

1.2.2. Tipo de flujo

Las membranas pueden diseñarse para operar con diferentes tipos de flujo, que pueden ser clasificados atendiendo a dos criterios diferentes.

En primer lugar, dependiendo de si la alimentación se introduce de forma paralela o perpendicular a la superficie de la membrana, el flujo puede ser tangencial o frontal. En las operaciones con flujo tangencial, no todo el caudal de alimentación pasa a través de la membrana, mientras que en el frontal sí.

Para operar en flujo tangencial es necesario que el agua pase a alta velocidad sobre la membrana, requiriéndose sucesivas recirculaciones del agua que no ha sido filtrada, lo que supone un aumento del coste energético de operación. En contrapartida, la fuerza de arrastre que ejerce el agua de alimentación limita la formación de torta sobre la superficie de la membrana prolongando los ciclos de filtración y la productividad del sistema.

En el caso del flujo frontal, el agua se reparte por toda la superficie de la membrana y se hace pasar todo el caudal, por lo que se puede considerar que no existe rechazo lo que implica un ahorro energético respecto a la alternativa. En contraposición, la rápida formación de ensuciamiento sobre la membrana en este tipo de operación, hace que sea necesario programar limpiezas con una mayor periodicidad.

En segundo lugar, la clasificación puede realizarse en función del sentido del flujo de permeado. La filtración puede realizarse del exterior al interior de la membrana, sumergiendo la membrana en la suspensión, o del interior al exterior si el fluido a filtrar fluye por el interior de las fibras de membrana. En el segundo caso, debe tenerse en cuenta que el diámetro de la membrana debe ser suficiente para que esta no se obstruya debido al ensuciamiento.

1.3 Biorreactores de membrana (MBR)

1.3.1 Introducción

Tratando de responder a las nuevas necesidades que han ido surgiendo en materia de tratamiento de aguas residuales, el desarrollo de los biorreactores de membrana (MBR) puede considerarse como uno de los principales avances de las últimas décadas. Estos sistemas se pueden describir como una tecnología de depuración que combina el proceso de biodegradación por lodos activados con la separación sólido/líquido mediante membranas. (Lin et al., 2013)

El agua a tratar entra en el reactor biológico, donde se pone en contacto con el licor mezcla en presencia de oxígeno, produciéndose las reacciones que permiten la degradación de la materia orgánica. Posteriormente, el licor mezcla es filtrado mediante el módulo de membranas.

La presencia de membranas de micro o ultrafiltración que aumentan la calidad del permeado y la disminución de la superficie necesaria para su implantación implican significantes ventajas del MBR frente al proceso convencional de lodos activados.

1.3.2 Evolución histórica y mercado actual de los MBR

Los primeros intentos de utilizar la tecnología de membranas en reactores biológicos de lodos activados para el tratamiento de aguas residuales se realizaron a finales de los años sesenta y se basaban en lo que se conoce como configuración externa. Sin embargo, debido a los altos costes de operación y de las membranas, su uso se vio limitado a aplicaciones muy concretas, como el tratamiento de aguas residuales domésticas con requerimientos específicos de calidad (Judd, 2011).

A comienzos de la década de los 90, surgió en Japón una nueva configuración basada en módulos de membrana sumergida, mejorando los costes de inversión y explotación al eliminarse la recirculación. Desde entonces, la continua mejora y desarrollo de estas tecnologías han logrado que hoy en día, los biorreactores de membrana hayan alcanzado un elevado grado de madurez comparable al de las tecnologías convencionales.

Los lugares en los que más se ha extendido la implantación de los MBR en su aplicación industrial y urbana son Japón, Norte América y Europa, donde en 2008 operaban un total de 800 plantas MBR de las que aproximadamente, un tercio eran de aplicación urbana.

En España, la tecnología MBR ha adquirido un papel relevante en la reutilización de aguas residuales en los últimos años con motivo del aumento de las necesidades de agua en regiones que presentan estrés hídrico, el endurecimiento de las legislaciones de vertido y reutilización y la necesidad de realizar ampliaciones en zonas con limitaciones de terreno. Además, su implantación se ha visto favorecida debido a la bajada significativa de los consumos energéticos y el precio de las membranas.

La primera planta instalada en nuestro país fue la situada en el año 2002 en Haría (Lanzarote), desde entonces el incremento del número de MBR urbanos, así como de su capacidad de tratamiento, ha sido exponencial. De esta forma, se ha pasado de 13 instalaciones de menos de 5000 m^3/d en 2006 a más de 50 en 2012, algunas de las cuales poseen una capacidad de tratamiento superior a los 15000 m^3/d (Iglesias et al., 2014).

1.3.3 Tipos de configuración de BRM

Los MBR se componen de dos partes principales: un reactor que contiene biomasa que produce la biodegradación de los principales compuestos presentes en el agua residual, y un módulo de membranas cuya función es separar físicamente, la biomasa del agua tratada.

Estas dos partes pueden estar situadas según tres configuraciones diferentes:

- MBR con módulos de membrana ubicados externamente al biorreactor, denominado comúnmente de configuración externa.
- MBR con módulos sumergidos dentro del biorreactor, llamado configuración sumergida integrada.

- MBR con módulos de membrana sumergidos en un tanque separado, configuración conocida como sumergida no integrada.

Configuración externa:

Esta configuración se muestra de una manera simplificada en la figura 1.6, donde podemos observar como la unidad de filtrado se encuentra en el exterior del biorreactor y una bomba impulsa el licor mezcla hasta la membrana.

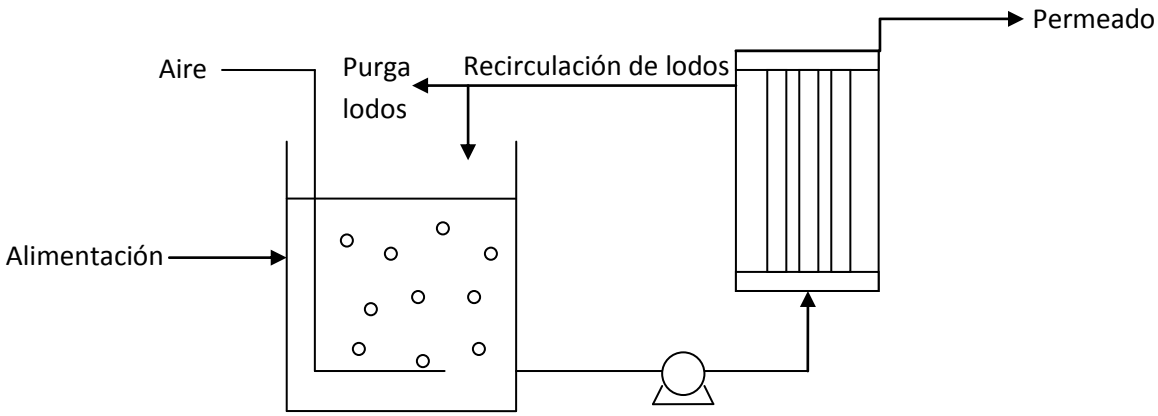

Figura 1.6. Configuración externa en un MBR

La bomba de impulsión genera la presión transmembrana necesaria para que tenga lugar la separación y una velocidad del flujo tangencial a la misma, reduciendo el fenómeno de ensuciamiento.

Este método posee una serie de ventajas respecto a las alternativas:

- El ensuciamiento decrece con el aumento de la velocidad tangencial
- Las membranas pueden ser limpiadas químicamente *in situ* con facilidad sin riesgo para la biomasa
- Permite acceder fácilmente a los módulos de membranas

Configuración sumergida integrada

En esta segunda configuración (Figura 1.7), la unidad de filtración que produce la separación física de la biomasa y el efluente depurado se ubica en el interior del biorreactor.

De esta manera, si se emplea aireación, esta no solo proporciona oxígeno a la biomasa, sino que también limita su deposición sobre la superficie de la membrana, sabiendo que a mayor aireación menor ensuciamiento.

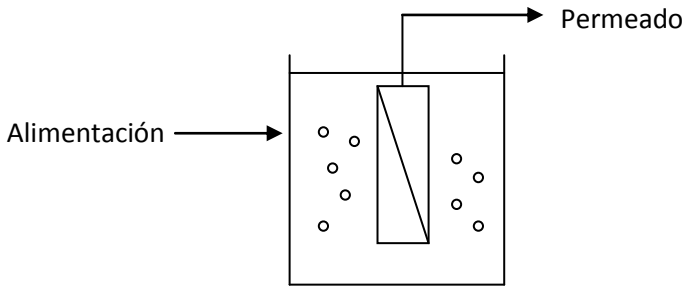

Figura 1.7. Configuración sumergida en un MBR

La energía necesaria para la operación de este tipo de MBR es inferior a la necesaria en el caso en que la membrana se encuentre situada en el exterior del biorreactor dado que no es necesario instalar una bomba para impulsar el licor mezcla. Esta característica, unida a la aparición de nuevas membranas menos costosas ha potenciado que esta opción sea la más utilizada para plantas de gran capacidad, como son las de tratamiento de aguas residuales urbanas. (Yang, W et al. 2006)

Configuración sumergida no integrada

En estos biorreactores, las membranas sumergidas se ubican en un tanque separado, lo que facilita su mantenimiento y reparación con respecto a la segunda opción planteada (Figura 1.8). Estos sistemas recirculan una parte del licor mezcla del tanque de membranas al reactor biológico para controlar la concentración máxima de sólidos suspendidos en el licor mezcla del tanque de membranas.

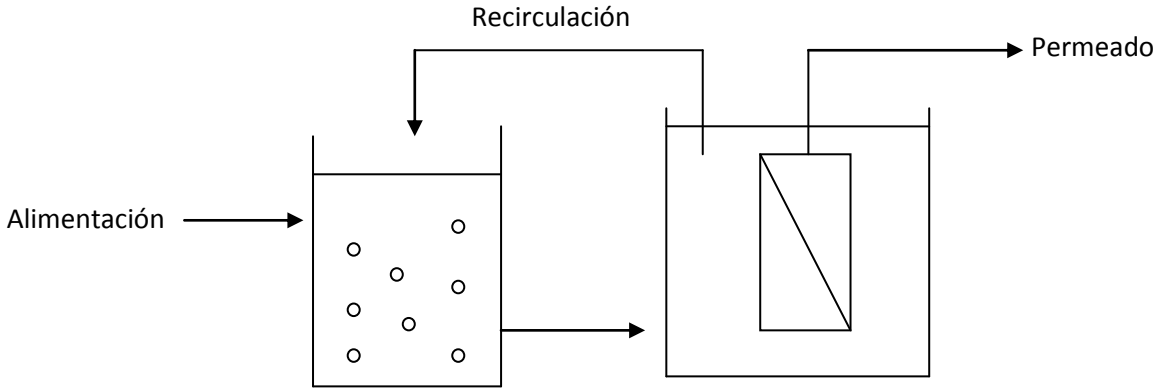

Figura 1.8. Configuración sumergida no integrada de un MBR

1.3.4 Modos de operación de los MBR

El modo de operación de una planta MBR tiene un importante efecto sobre la forma en que se produce el ensuciamiento de las membranas y, por tanto, sobre el tiempo de vida útil de la misma. De esta forma, si se controla el ensuciamiento reversible que se deposita sobre la superficie de la membrana, se podrá minimizar el irreversible.

A medida que la membrana se ensucia, se producirá un aumento de la PTM o una disminución del flujo de permeado, disminuyendo la efectividad del sistema. Para evitar que esto suceda, existen estrategias de control del ensuciamiento y limpiezas que tienen como objetivo maximizar el rendimiento del proceso.

La operación de las membranas en los MBR se realiza por ciclos de filtración-limpieza. La frecuencia con la que se llevan a cabo las limpiezas es uno de los principales parámetros que determinan el éxito de las operaciones de larga duración en este tipo de sistemas: a medida que se aumenta el tiempo de filtración la torta depositada sobre la superficie de la membrana se compacta, lo que hace que sea más difícil de retirar aumentando a su vez el ensuciamiento irreversible.

El método más extendido para controlar la duración de estos ciclos es el de operación temporizada. En este caso, el tiempo que transcurre entre un ciclo de limpieza y otro se mantiene constante durante todo el proceso.

Sin embargo, estudios realizados por Smith et al. (2006) han demostrado que este sistema no permite maximizar la eficiencia de la planta ya que no tiene en cuenta los posibles cambios en la forma en la que se produce el ensuciamiento durante los ciclos y la consecuente pérdida de permeabilidad de la membrana.

Como alternativa a este método, en los últimos años se ha desarrollado otro en el que la duración de los ciclos de filtrado se determina fijando una PTM máxima o de consigna (PTM_{sp}), que una vez alcanzada da comienzo al proceso de limpieza. De esta forma, se tiene en cuenta el grado real de ensuciamiento que presenta la membrana, maximizando la productividad del sistema.

1.3.5 Ventajas de los MBR

Las principales ventajas que presenta un sistema MBR en comparación con los sistemas convencionales de lodos activados son (Yang et al., 2006):

a) Posibilidad de trabajar con concentraciones de sólidos en el reactor muy superiores a las de los procesos convencionales.

b) Plantas más compactas. Los clarificadores secundarios son remplazados por módulos de membranas más compactos ya que los sistemas MBR necesitan de menor volumen de reactor debido a la mayor concentración de sólidos suspendidos en el licor mezcla.

c) Elevado tiempo de retención de sólidos (SRT). La retención total del lodo en el biorreactor permite también el funcionamiento con un elevado SRT, lo que permite el desarrollo de los microorganismos de crecimiento lento responsables de la degradación de contaminantes orgánicos específicos (compuestos especialmente a base de nitrógeno). Esta capacidad es muy interesante para el tratamiento de efluentes que presentan sustancias difíciles de degradar, como ocurre en determinados sectores industriales.

d) Aumento de la calidad del efluente. Con la tecnología MBR se consiguen rendimientos superiores a los obtenidos con los métodos convencionales en eliminación de compuestos orgánicos, nutrientes y microorganismos, logrando una total retención de estos últimos.

Además de estas ventajas, la reducción en el costo de las membranas ha hecho que se popularice el uso de procesos MBR. Si se observa el gran número de plantas de este tipo que se encuentran actualmente en funcionamiento y en construcción, se pone de manifiesto que la confianza en esta tecnología sigue aumentando, haciendo de los procesos MBR una elección bastante extendida para el tratamiento de aguas residuales.

Sin embargo, se debe tener en cuenta que el ensuciamiento de las membranas sigue siendo el principal problema a la hora de implementar los sistemas MBR debido al efecto directo que tiene sobre el coste de operación.

1.3.6 Biorreactores de membrana anaerobios

El tratamiento de aguas mediante biorreactores de membrana aerobios requiere la presencia de una corriente de aire constante que mantenga los niveles de oxígeno dentro del reactor, lo que conlleva un coste energético de operación muy elevado. Tratando de disminuir este consumo, se han desarrollado los biorreactores de membrana anaerobios (AnMBR).

La principal diferencia entre los biorreactores de membrana aerobios y los anaerobios reside en el proceso de degradación biológica. En los AeMBR, los microorganismos presentes oxidan la materia orgánica en presencia de oxígeno, que es necesario introducir en el reactor, mientras que en el proceso anaerobio la degradación tiene lugar en ausencia de oxígeno, dando lugar a una producción continua de biogás rico en metano.

Las diversas ventajas en lo que respecta al consumo y la recuperación energética que poseen los AnMBR han hecho que, a pesar de que durante los últimos años el tratamiento de aguas residuales de origen doméstico mediante procesos AeMBR se haya extendido, la implantación de procesos AnMBR haya ido ganando popularidad.

Al igual que los AeMBR, los AnMBR tienen la propiedad de aportar una mayor calidad al efluente si se compara con los tratamientos convencionales que se basan en la sedimentación por gravedad. Estos sistemas además tienen la capacidad de generar importantes cantidades de biogás rico en metano que puede ser empleado

como combustible o para producción de electricidad entre otros fines, por lo que el balance energético es más favorable.

La composición del biogás producido varía entre un 50-70% de metano (CH_4), un 30-40% de dióxido de carbono (CO_2) y menos de un 5% de hidrógeno (H_2), ácido sulfídrico (H_2S) y otros componentes volátiles (IDAE, 2007). A grandes rasgos, la fermentación del metano es un proceso complejo que se divide en cuatro fases: hidrólisis, acidogénesis, acetogénesis/deshidrogenación y metanogénesis. Cada fase es llevada a cabo por una serie de microorganismos que requieren de unas condiciones determinadas. Es por ello que existen varios factores físicos, químicos y ambientales que afectan a la producción de biogás como pueden ser la concentración de oxígeno, que debe ser lo menor posible, el pH de la suspensión o la temperatura.

La temperatura de trabajo es una variable importante en ambientes anaerobios ya que su variación tiene importantes efectos sobre el desarrollo de la actividad de los microorganismos encargados de las diferentes etapas de la degradación. En función de los diferentes rangos de temperatura a los que los microorganismos puedan desarrollarse y realizar su metabolismo, estos se pueden clasificar en cuatro clases: psicrofílicos, mesofílicos, termofílicos e hipertermofílicos cuyos valores óptimos de temperatura se encuentran aproximadamente en 15, 35, 70 y 95 ºC respectivamente (Gerardi, 2003)

A pesar de que la mayoría de los microorganismos productores de metano presentan una mayor actividad a 35 ºC, el elevado consumo energético que supondría mantener el biorreactor a esta temperatura sumado a la baja carga orgánica del agua residual de origen doméstico hacen que el biogás producido no sea suficiente para que el balance energético sea positivo. Sin embargo, recientes estudios (Gouveia et al., 2015) han demostrado la viabilidad de operar con AnMBRs a temperatura ambiente sin aporte externo de calor, siendo el proceso más favorable en regiones con climas cálidos como Canarias.

Otra ventaja que presentan los sistemas AnMBR frente a los AeMBR, es que la producción de residuos en forma de lodos, es considerablemente inferior. En contraposición, el ensuciamiento que tiene lugar en los procesos anaerobios es, por

lo general, más difícil de eliminar que en los procesos aerobios, debido a las propiedades del sustrato.

A modo de resumen, en la tabla 1.1 se recogen las principales diferencias entre un sistema AnMBR y un AeMBR.

Tabla 1.1. Comparación de las características de los sistemas AMBR y AnMBR (Lin et al., 2013)

Característica	**AeMBR**	**AnMBR**
Calidad de permeado	Muy alta	Alta
Producción de lodo	Moderada	Baja
Huella ecológica	Baja	Baja
Sensibilidad al PH	Baja	Moderada
Requerimientos energéticos	Alta	Baja
Sensibilidad a la temperatura	Baja	Moderada
Recuperación de energía	No	Sí

1.4 Ensuciamiento de las membranas

El término ensuciamiento o “fouling” en sistemas MBR hace referencia a la pérdida de permeabilidad de las membranas, ya sea por un aumento de la presión transmembrana o una disminución del flujo de permeado. Este fenómeno se origina como consecuencia de la retención de contaminantes sobre su superficie o en el interior de sus poros durante el proceso de filtración de aguas residuales. Por tanto, el ensuciamiento se produce como resultado de la interacción entre la membrana y el licor mezcla. Generalmente se acepta que la construcción del ensuciamiento depende de cuatro factores: las características de la alimentación, las características del licor mezcla, las características de la membrana y las condiciones de operación.

El ensuciamiento en biorreactores de membrana (MBR), es de vital importancia, ya que influye en el coste de operación debido a la alta demanda energética, que aumenta cuando el ensuciamiento no está controlado (Wang et al., 2014). A día de hoy, el ensuciamiento de las membranas continúa siendo la principal limitación para la aplicación a escala industrial de los procesos AnMBR como consecuencia de la

complejidad que presentan las suspensiones anaerobias, las cuales se caracterizan principalmente por presentar matrices con bajas distribuciones de tamaño de partícula (Smith et al., 2012). Por ello, en los últimos años, un gran número de proyectos de investigación y desarrollo de la tecnología MBR se ha focalizado en la caracterización y el control del ensuciamiento. Sin embargo, y a pesar de que una parte de los principios fundamentales relativos al ensuciamiento de las membranas puedan ser extrapolables desde los sistemas MBR a los AnMBR, todavía es necesario realizar más esfuerzos en materia de investigación para comprender los mecanismos por los que se produce el ensuciamiento así como, nuevas alternativas para mitigarlo.

Existen diversas clasificaciones referentes a los tipos de ensuciamiento que puede sufrir una membrana atendiendo a distintos criterios. Desde el punto de vista de la composición, el ensuciamiento puede ser biológico, orgánico o inorgánico; en base a la forma en que se construye, el ensuciamiento podrá ser externo o interno y, por último, de acuerdo al grado de eliminación del ensuciamiento o recuperación de la permeabilidad, el ensuciamiento podrá dividirse en cuatro tipos (Lin et al., 2013):

Reversible: el ensuciamiento reversible es aquel que puede ser eliminado por medio de limpiezas físicas, por ejemplo, retrolavado o relax. Esto hace que en ocasiones también se le denomine ensuciamiento temporal. Generalmente, este tipo de ensuciamiento se asocia a la formación de torta como consecuencia de la adhesión de partículas sobre la superficie de la membrana.

Residual: el ensuciamiento residual se relaciona generalmente con la formación de una capa de gel o con el estrechamiento o bloqueo de los poros de la membrana. Este tipo de ensuciamiento no puede ser eliminado mediante limpiezas físicas, por lo que se requiere de limpiezas químicas de mantenimiento.

Irreversible: el ensuciamiento irreversible es aquel que tan solo puede ser eliminado mediante procesos de limpieza química intensiva o limpiezas de recuperación.

Irrecuperable: el ensuciamiento irrecuperable es aquel que no puede ser eliminado mediante ningún tipo de limpieza. Este ensuciamiento define la vida útil de la membrana.

1.5 Limpieza de las membranas

La limpieza de las membranas es esencial de cara a extender su vida útil y la productividad. Los procesos de limpieza que se pueden realizar se dividen principalmente en dos tipos: físicos y químicos. Mediante los procesos de limpieza físicos se elimina principalmente el ensuciamiento reversible mientras que con los procesos de limpieza químicos se elimina el ensuciamiento residual e irreversible.

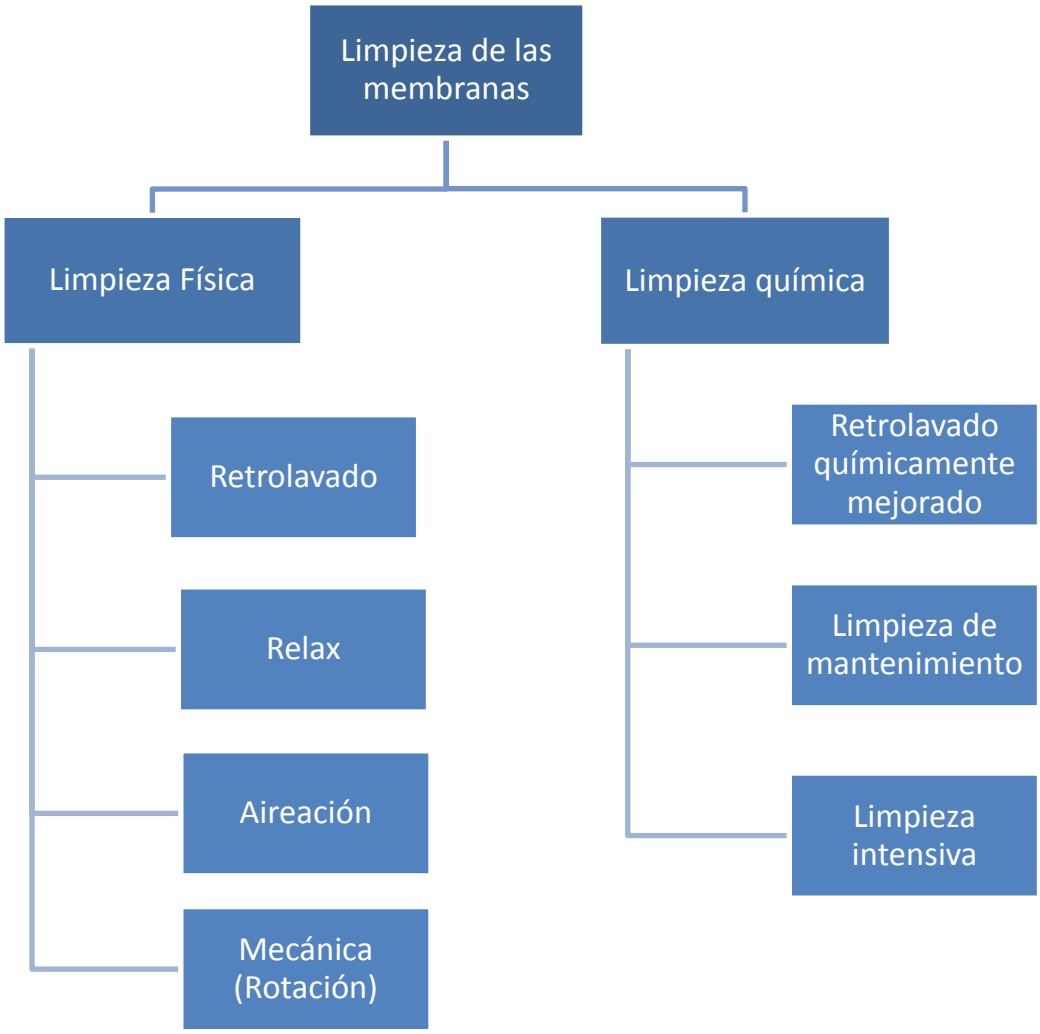

Figura 1.9. Clasificación de las limpiezas

1.5.1 Limpieza física

Las técnicas de limpieza física más extendidas cuando se opera con MBRs son las hidráulicas, que por lo general hacen uso de burbujeo de gas en combinación con ciclos de relax y retrolavado. No obstante, recientemente se está explorando la viabilidad de hacer uso de limpiezas físicas basadas en principios mecánicos.

Estas técnicas han sido ya incorporadas en el diseño de las operaciones de la mayoría de MBRs para limitar el ensuciamiento y, aunque por lo general son menos eficaces que las limpiezas químicas, tienen la ventaja de que, al no necesitar de agentes químicos, existen menos probabilidades de que causen degradación o daños en la membrana.

Burbujeo de gas

El burbujeo de gas es un método de limpieza física muy extendido, con el que se favorece la turbulencia en las inmediaciones del módulo de filtración, dificultando por tanto la deposición y consolidación de sustancias sobre la superficie de la membrana. Su uso está muy extendido en los reactores de membrana aerobios, ya que además de limitar el ensuciamiento, el burbujeo de aire permite favorecer la homogeneización de la suspensión así como favorecer el transporte de oxígeno que permite que tengan lugar las reacciones biológicas aerobias. Por su parte, en los sistemas AnMBR sumergidos en ocasiones se utiliza el burbujeo de biogás recirculado, técnica que combinada con relax y/o retrolavado ayudan a mantener el flujo de permeado. El uso de biogás en lugar de aire es debido a la necesidad de mantener el proceso anaerobio.

Retrolavado

El retrolavado consiste en invertir el sentido del flujo de permeado cíclicamente. Esta técnica elimina eficazmente la mayoría del ensuciamiento reversible que se produce a causa del bloqueo parcial o total de los poros, devolviéndolo al biorreactor y redispersando parte de la torta adherida a la superficie de la membrana. La eficacia del retrolavado ha sido estudiada en detalle encontrándose que los parámetros clave en el mismo son la frecuencia, la duración y el caudal de permeado que se hace pasar a través de la membrana. Algunos estudios sugieren que el retrolavado realizado con menor frecuencia y mayor duración es más eficiente que aquel realizado con una mayor frecuencia, pero con duraciones más cortas (Smith et al., 2006).

La utilización de burbujeo de gas en combinación con el retrolavado aumenta la eficacia del mismo. Sin embargo, a pesar de ser un método muy eficaz para recuperar la permeabilidad de la membrana, debe utilizarse con cuidado a fin de salvaguardar la integridad de las membranas y prolongar su vida útil. El empleo de burbujeo de gas durante el retrolavado permite:

- Despegar parte de la torta adherida a la superficie de las membranas
- Mejorar la redispersión de las sustancias eliminadas por la acción de la inversión del flujo de permeado, alejando la materia en suspensión de la superficie y evitando, por tanto, que se vuelva a adherir rápidamente cuando se reinicie la filtración.

Smith et al. (2006) consiguieron grados de eliminación de ensuciamiento reversible comprendidos entre un 80 y un 85% con este método de limpieza. Sin embargo, realizar ciclos de retrolavado con demasiada frecuencia posee ciertos inconvenientes ya que disminuye la eficiencia del sistema y aumenta los requerimientos energéticos. Esto se debe a que entre un 5 y un 30% del permeado es empleado en el proceso de limpieza, lo que reduce la productividad del proceso de depuración (Smith et al., 2006).

Por otra parte, dado que cada instalación experimental es distinta, es necesario en cada caso particular optimizar el proceso con el fin de obtener el mayor rendimiento posible.

Relax

El relax consiste en la interrupción del flujo de permeado de forma periódica lo que permite incrementar la productividad de la membrana. Alternando ciclos de relax con ciclos de filtración se consigue redispersar parte de la materia que se encuentra sobre la superficie de la membrana, como consecuencia de la aparición de un gradiente de concentración. Generalmente, debido a la mayor complejidad que presentan las suspensiones anaerobias es habitual que los procesos AnMBR empleen frecuencias mayores de relax que los sistemas AeMBR (Le-Clech et. Al 2006).

Tabla 1.1.- Tiempos típicos de filtración/relax habituales en sistemas AeMBR y AnMBR.

	$t_{filtración}$ (min)	t_{relax} (min)
AeMBR	7 - 15	1 - 2
AnMBR	4 - 10	0,5 - 2

A pesar de que el uso de relax en comparación con el retrolavado ofrece varias ventajas (dado que el relax elimina la necesidad de utilizar el propio permeado aumentando el flujo neto), estudios recientes proponen estrategias alternativas para mitigar el ensuciamiento que consisten en combinar la operación intermitente con retrolavado frecuente para obtener resultados óptimos (Wang et al., 2014).

Rotación

La limpieza física por rotación consiste en una limpieza mecánica en la que la membrana actúa como un sistema de filtración dinámica. Para ello la propia rotación del módulo genera esfuerzos cortantes que se distribuyen de forma homogénea a lo largo de su superficie, lo que facilita la eliminación del ensuciamiento. Hasta hace poco, este tipo de membranas habían sido utilizadas únicamente con fines médicos y a escala laboratorio. Sus primeros diseños se basaron en la rotación axial de membranas cilíndricas. En estos sistemas el incremento de turbulencia originado por la rotación del módulo de membranas permite reducir las velocidades de

ensuciamiento así como el fenómeno de polarización por concentración, y en consecuencia, aumentar el flujo de permeado.

Sin embargo, estos diseños presentaban dos grandes inconvenientes: una baja superficie de membrana y un elevado coste de inversión por metro cuadrado. La combinación de módulos de membranas de fibra hueca con la limpieza física de rotación, permite solventar ambos inconvenientes, ya que estos módulos presentan elevadas superficies específicas y su coste se ha reducido notablemente tras ganar popularidad en las aplicaciones MBR.

Recientemente, el grupo de Tratamiento y Reutilización de Aguas Residuales de la ULL ha diseñado un nuevo módulo que integra ambos conceptos. La nueva configuración de membranas rotativas de fibra hueca (R-HFM) ha permitido reducir notablemente el ensuciamiento, consiguiendo alcanzar eficacias comprendidas entre un 93-96 % (Ruigómez et al., 2016). Este resultado fue considerablemente mejor al obtenido con burbujeo de gas (41-44 %) lo que se atribuyó a una mejor distribución de la energía aplicada a lo largo de las fibras.

1.5.2 Limpiezas químicas

La limpieza química es el proceso empleado para eliminar el ensuciamiento residual e irreversible mediante el uso de agentes químicos como bases (sosa cáustica), ácidos (sulfúrico, cítrico…) u oxidantes (hipoclorito y H_2O_2). La eficacia de las limpiezas químicas dependerá de la selección de los agentes apropiados para las características del ensuciamiento que se desea eliminar sin que afecte a la integridad estructural de la membrana (Le-Clech et al., 2006). Bajo condiciones normales, los agentes químicos empleados mayoritariamente son hipoclorito sódico y ácido cítrico, para eliminar componentes orgánicos e inorgánicos, respectivamente (Lin et al., 2013).

Generalmente, este tipo de limpieza se emplea cuando las limpiezas físicas no permiten recuperar la permeabilidad de la membrana hasta un nivel aceptable. Sin embargo, en ocasiones es recomendable hacer uso de limpiezas químicas preventivas de forma periódica, aunque su aplicación no sea estrictamente

necesaria. En general, se puede distinguir entre los siguientes tipos de limpieza química en función de la intensidad y la periodicidad empleadas:

- Retrolavado químicamente mejorado: Se emplea diariamente.
- Limpieza de mantenimiento: Se realiza in situ y tiene periodicidad semanal. Su finalidad es mantener la permeabilidad de la membrana y reducir la frecuencia de las limpiezas químicas intensivas.
- Limpieza química intensiva: Este procedimiento se realiza únicamente una o dos veces al año. Tiene como fin, recuperar la permeabilidad de la membrana cuando el proceso de filtración ha dejado de ser sostenible debido a un incremento de la TMP como consecuencia del ensuciamiento irreversible.

OBJETIVOS

2. Objetivos

El objetivo de este trabajo de fin de grado es evaluar la sostenibilidad de la operación a escala laboratorio de un AnMBR mediante la combinación de estrategias de limpieza basadas en el giro del módulo de membranas y la aplicación de ciclos de retrolavado/relax. Para ello se han planteado los siguientes objetivos específicos:

- Comparar la filtrabilidad del sistema en experimentos de corta duración frente a dos estrategias de limpieza física diferentes: burbujeo de gas y rotación del módulo de membranas durante los ciclos de retrolavado.
- Evaluar la influencia de la TMP_{sp} sobre el ensuciamiento de la membrana cuando se aplican diferentes combinaciones de tiempos de retrolavado/relax con rotación del módulo de membranas.
- Evaluar la operación en continuo del AnMBR, a través del rendimiento de depuración biológica, la productividad y la aparición y consolidación del ensuciamiento, mediante experimentos de larga duración.

MATERIALES

Y MÉTODOS

3. Materiales y métodos

3.1 Descripción de la instalación experimental

El trabajo experimental se realizó en una instalación a escala laboratorio equipada con módulos de ultrafiltración de fibra hueca. La unidad se controló desde un ordenador permitiendo la operación automática de la planta gracias al registro continuo de las variables de interés, fundamentalmente la presión transmembrana (TMP) y el tiempo. Durante el proceso de experimentación, se utilizaron tres configuraciones diferentes, con el fin de estudiar la influencia de diferentes estrategias de limpieza física en ensayos de filtrabilidad de corta y larga duración:

- Experimentos batch de corta duración:
  - Con burbujeo de gas (figura 3.1).
  - Con rotación del módulo de membranas (figura 3.2).
- Experimentos en continuo de larga duración con rotación del módulo de membranas (figura 3.3)

Para garantizar la homogeneidad del licor mezcla en las tres configuraciones empleadas, se hizo uso de un agitador magnético de fondo que se mantuvo a 200 rpm.

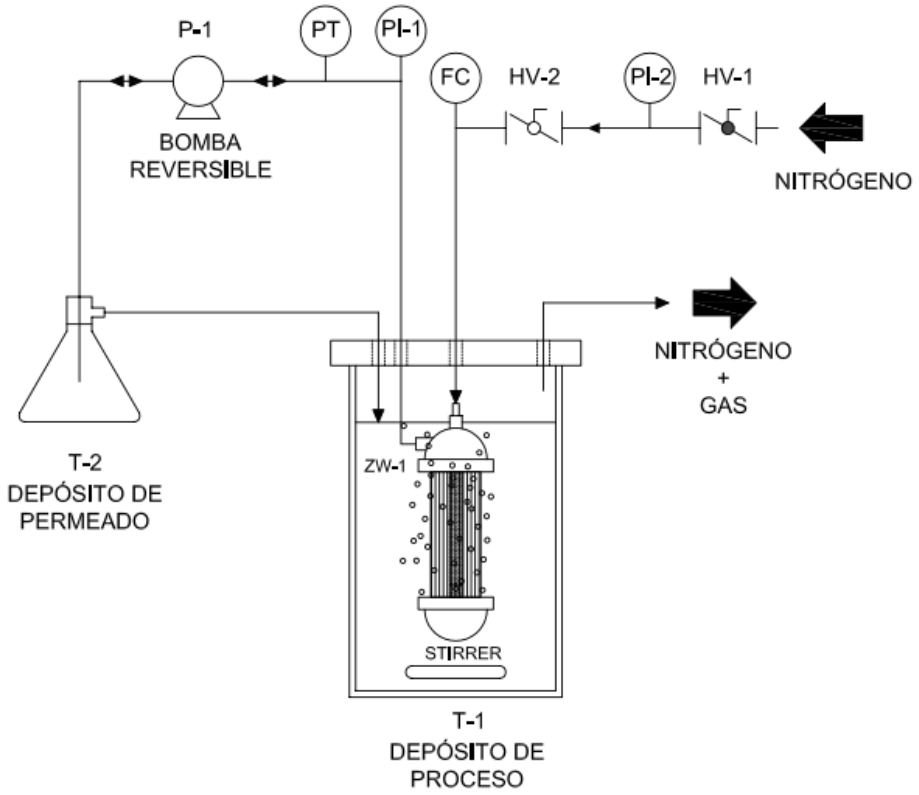

Figura 3. 1 Instalación para experimentos en batch con burbujeo

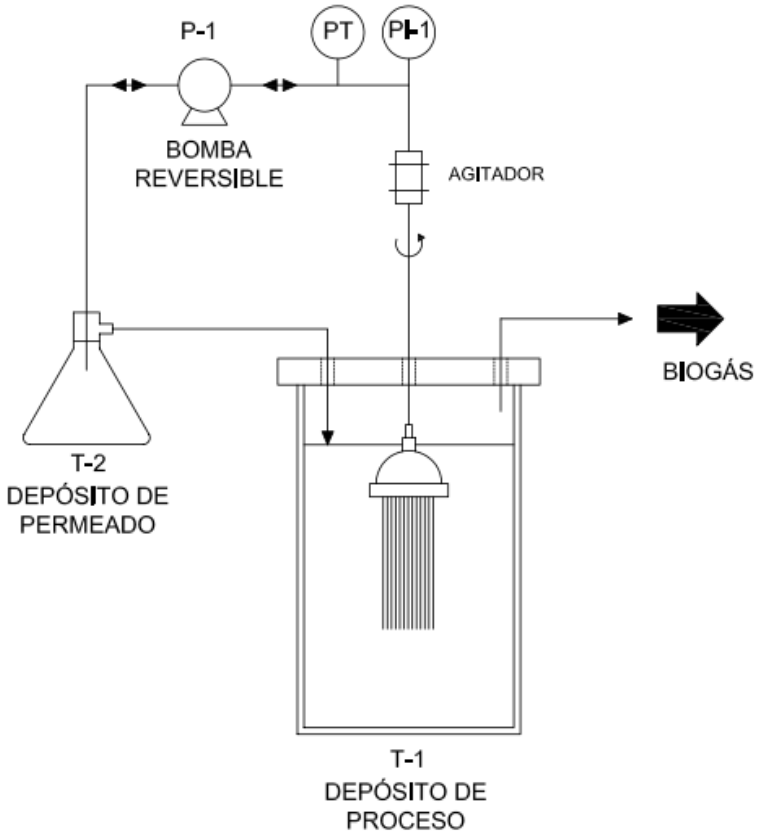

Figura 3. 2 Instalación para experimentos en batch con rotación del módulo de membranas

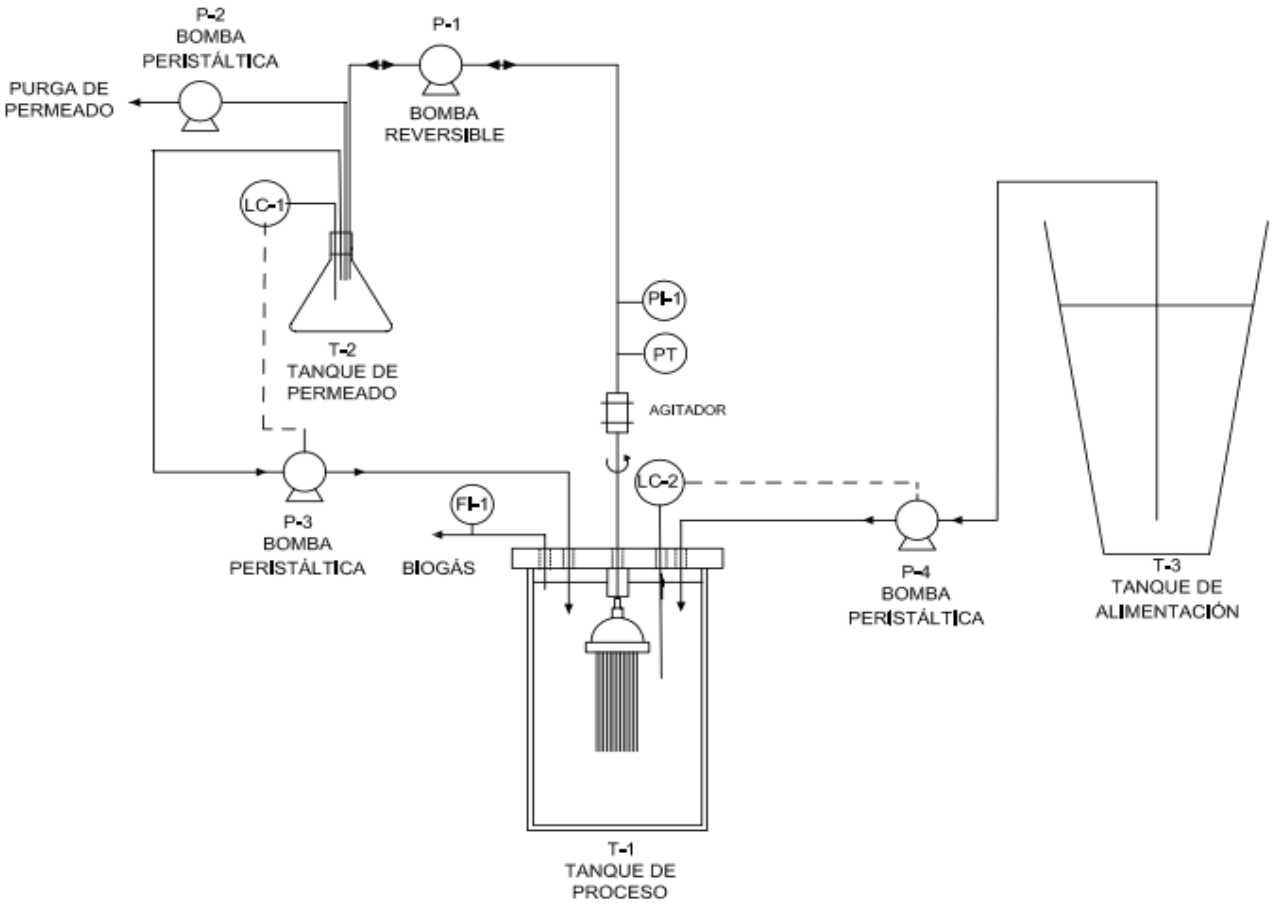

Figura 3. 3 Instalación experimental para operación en continuo con rotación en el módulo de membranas

3.2. Elementos y especificaciones de las diferentes configuraciones.

En este apartado se describen los principales elementos de las instalaciones:

- Módulo de membranas.
- Depósito de proceso, T-1.
- Bomba magnética de microengranajes, P-1
- Bombas peristálticas, P-2, P-3 y P-4.
- Depósito de permeado T-2.
- Depósito de alimentación T-3.
- Línea de gas.
- Sistemas de control.
- Agitador (configuración R-HFM)

Módulo de membranas: Es el elemento principal de la instalación. El módulo de membranas fue manufacturado por GE Water & Process Technologies y está constituido por membranas de ultrafiltración de fibra hueca de polifluoruro de vinilideno (PVDF). Las membranas se caracterizan por tener un diámetro nominal de poro de 0,04 µm y una longitud de fibra de 95 mm. El diámetro externo de cada una de las fibras es de 1,9 mm lo que le proporciona una superficie filtrante total de 0,047 m^2. A diferencia del módulo empleado en los experimentos con burbujeo de gas, el módulo empleado en las limpiezas físicas con rotación carece del cabezal inferior y del tubo de gasificación central. De esta forma, las fibras se encuentran fijadas únicamente al cabezal superior y están selladas en su extremo inferior. En la figura 3.4 se puede observar la diferencia entre ambos módulos.

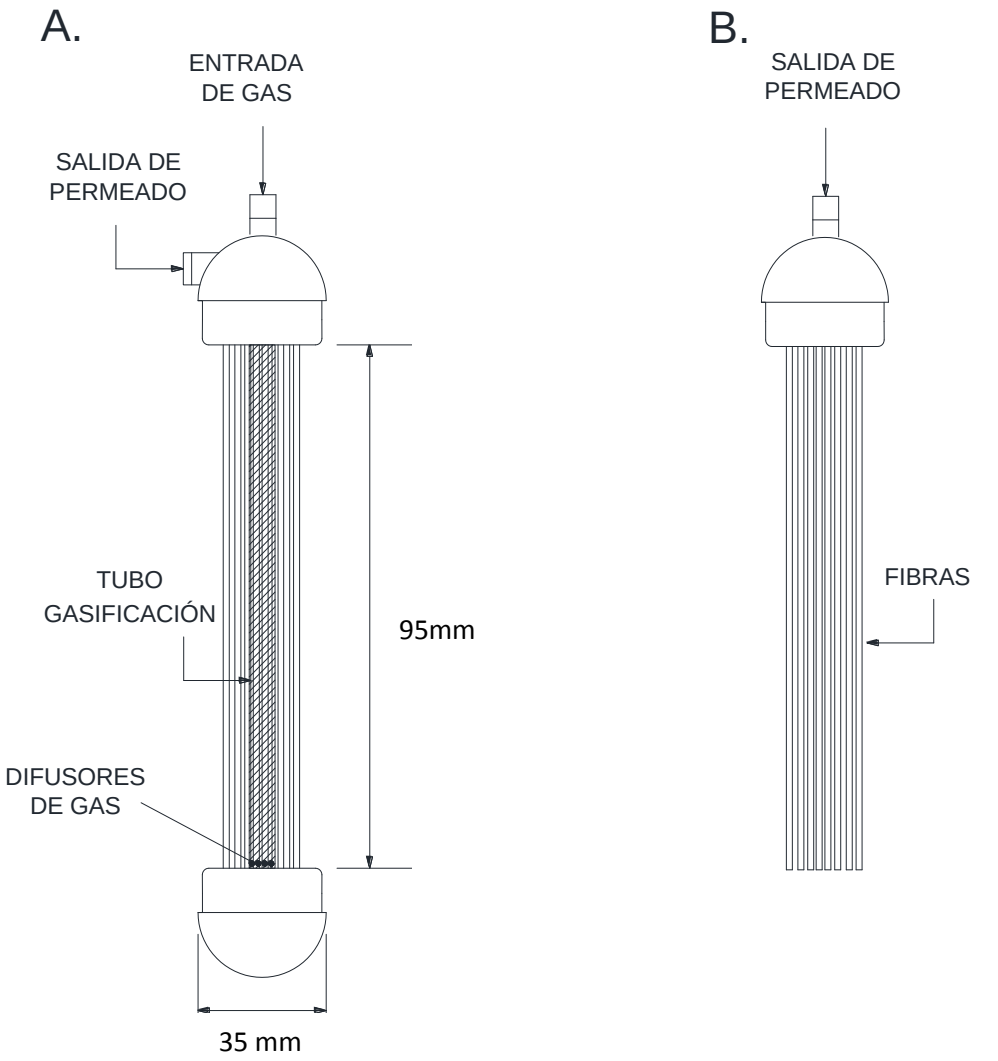

Figura 3.4 Comparación entre A) Módulo empleado en los experimentos con burbujeo y B) Módulo empleado en los experimentos con rotación

Depósito de proceso (T-1): Depósito de metacrilato de 3 L de capacidad que aloja en su interior el módulo de membranas sumergido verticalmente con el fin de facilitar las operaciones de limpieza y mantenimiento. Del volumen total del depósito, 2,5 L se destinaron a albergar la suspensión biológica, mientras que el espacio restante (0,5 L) se destinó a alojar una cámara de gas en la superficie.

Con el propósito de operar en continuo bajo condiciones anaerobias, el depósito está provisto de una tapa que cierra herméticamente y de un sello hidráulico a través del cual se hace pasar el eje de rotación de la membrana, por el que a su vez se extrae el permeado. Adicionalmente, la tapa está provista de las siguientes conexiones:

- Tubo de 8 mm para el retorno de permeado.
- Tubo de 10 mm para la salida del biogás a la atmósfera, pasando previamente por el contador FI-1.
- Tubo de 8 mm para la entrada del agua de alimentación.
- Tubo de 8 mm para la toma de muestra.
- Conexión de 8 mm para el sensor de nivel del controlador LC-2

Bomba magnética de microengranajes (P-1): Bomba de doble sentido y control de velocidad MICROPUMP® GA-V21 con motor I-DRIVE (14-30 VDC). El vacío o la sobrepresión generada se regula mediante el sistema de control instalado en el ordenador a través del transmisor de presión (PT). Además, un manómetro analógico (PI-1) permite comprobar de manera visual en todo momento la presión de operación del MBR.

Bombas peristálticas (P-2, P-3 y P-4): Conjunto de bombas de desplazamiento positivo manufacturadas por la compañía Masterflex (modelo Easyload L/S 7518-00) que permiten obtener un rango de caudales comprendidos entre 0,06 y 2.300 mL/min dependiendo de las revoluciones a las que se trabaje y del diámetro de la manguera flexible utilizada. Cada una de las bombas cuenta con tres rotores unidos a un eje de giro que comprimen la manguera, obligando el avance del fluido. Dado

que en todo momento, uno de los rotores se encuentra presionando el tubo flexible, no existe la posibilidad de retroceso del líquido.

Las tres bombas peristálticas se utilizaron en los experimentos en continuo de larga duración y sus cometidos fueron los siguientes:

- Bomba P-2: Bomba encargada de extraer el permeado del sistema para mantener constante en tiempo de retención hidráulico (TRH).
- Bomba P-3: Bomba encargada de la recirculación del permeado.
- Bomba P-4: Bomba encargada de la alimentación de agua residual al AnMBR.

Depósito de permeado (T-2): Matraz Kitasato de vidrio de 1 L de capacidad destinado a albergar el permeado generado durante el proceso de filtración para su posterior utilización en los ciclos de retrolavado. El depósito también permite la recirculación parcial o total del permeado al depósito de proceso T-1 a través de una manguera conectada en la apertura lateral, característica de este tipo de recipientes, permitiendo operar en circuito cerrado.

Depósito de alimentación (T-3): Decantador cónico de 8 L de capacidad destinado a albergar el agua de alimentación para la operación en continuo. El efluente del pretratamiento de la EDAR de Valle Guerra (Tenerife), se deposita en su interior lo que permite que la mayoría de los sólidos suspendidos sedimenten, alimentando al depósito de proceso (T-1) un agua más clarificada.

Circuito de gas: El circuito de nitrógeno comprimido permite la incorporación de gas al depósito de proceso para realizar la limpieza de la membrana. La presión de suministro está regulada a una presión de 1 atm. El caudal y la frecuencia de inyección de gas se realiza a través de un controlador de caudal másico de gas (FC), BRONKHORST® HITEC EL-FLOW. Su apertura y cierre están regulados mediante el sistema de control.

Sistema de control: El control de la unidad experimental se llevó a cabo mediante el software de control y supervisión DAQFactory (AzeoTech®, Inc., USA) haciendo uso de un dispositivo de adquisición de datos analógicos y digitales Labjack U12 (Labjack Corp., USA) y una placa de relés.

Durante el periodo experimental, el sistema de control se configuró para trabajar por presión de consigna y retrolavado. Este modo de operación permite realizar sucesivos ciclos de filtración y limpieza física de manera alternativa. El ciclo de filtración finaliza cuando se alcanza un valor prefijado de presión y su duración dependerá del estado de ensuciamiento de la membrana. A continuación, mediante la bomba de microengranajes se invierte el flujo dando comienzo al ciclo de limpieza durante el tiempo y el caudal prefijados al comienzo de la experimentación.

Controladores de nivel: El nivel de los tanques T-1 y T-2 se controló mediante dos reguladores de nivel (LC-1 y LC-2) de la marca Aeman, modelo HSE-20987. Ambos reguladores, a su vez, se encuentran conectados a tres electrodos que constituyen el sensor de nivel. El principio de funcionamiento de cada uno de los componentes que conforman el controlador es el siguiente:

- Sensor de nivel: detecta el nivel en base a la diferencia de conductividad existente entre los electrodos. El primer electrodo se encuentra siempre sumergido en el fluido; los otros dos, indican los límites máximo y mínimo entre los que debe situarse el nivel. Cuando el electrodo que indica el límite superior se encuentra sumergido, el depósito está lleno; de igual manera, cuando el que indica el límite inferior deja de estar en contacto con el fluido, se considera que el tanque ha alcanzado el nivel mínimo permisible.
- Regulador de nivel: una vez recibida la información recogida por el sensor acerca del estado de los depósitos, envía la orden de activar o desactivar la bomba peristáltica a la que se encuentra conectado. Existe la posibilidad de configurarlos para que se activen produciendo el llenado del depósito cuando baja el nivel del mismo (configuración usada en el controlador LC-2) o, por el contrario, para que se activen y para vaciar el tanque en el momento que se alcanza un nivel máximo preestablecido (tal y como sucede en el controlador LC-1).

Agitador HEIDOLPH RZR 2021 (configuración R-HFM): Agitador equipado con un motor de engranaje regulable con condensador y carga nominal de 50 W. Permite ajustar la velocidad de rotación desde 40 hasta 2000 rpm. Durante la experimentación, la velocidad de rotación de la membrana se varió entre 0 y 340 rpm. Este elemento se encuentra situado sobre el tanque de proceso y conectado a la membrana mediante una varilla metálica, por el interior de la cual asciende el permeado por acción de la bomba P-1.

3.3 Desarrollo de los experimentos.

3.3.1 Operación en batch (experimentos de corta duración)

Al inicio de cada experimento, el tanque de proceso (T-1) se llena con aproximadamente 2,5 litros de licor mezcla. Una vez arrancada la bomba magnética de microengranajes (P-1), la biomasa es filtrada enviando el permeado extraído a través del módulo de filtración al depósito de permeado (T-2) donde se almacena temporalmente para realizar los ciclos de retrolavado de forma periódica, gracias a la inversión del flujo de la bomba P-1. Para evitar el vaciado del tanque de proceso, una gran parte del permeado es recirculado al mismo continuamente.

La duración y frecuencia de los ciclos de filtración y retrolavado se fija desde el sistema de control instalado en el ordenador de la planta experimental.

Ciclo de filtración: La bomba de microengranajes P-1 genera un ligero vacío en el interior del módulo, provocando que el flujo de permeado fluya del exterior al interior de las fibras. Para mantener el flujo de permeado constante, a medida que se ensucie la membrana, se produce un aumento de la presión que se registra de forma continua gracias al sensor de presión PT.

Ciclo de limpieza física: Una vez alcanzada la presión máxima establecida en el controlador o presión transmembrana de consigna (PTM_{sp}), comienza el ciclo de limpieza física. Para ello, el sistema de control acciona de forma automática el controlador de flujo másico (FC) o el agitador, en función de si la unidad de laboratorio opera con burbujeo de gas o con la rotación del módulo de membranas. De igual forma, el sistema también acciona el proceso de retrolavado/relax en

función de los parámetros previamente establecidos en el software de control (flujo de retrolavado, tiempo de retrolavado y tiempo de relax).

Cuando se acciona el retrolavado, la bomba de microengranajes P-1 genera una ligera sobrepresión en el interior del módulo mediante la inversión del flujo de permeado, que fluirá del interior al exterior de las fibras. Por otra parte, cuando se acciona el relax, la bomba P-1 se para, interrumpiendo el flujo de filtración.

En el presente proyecto la duración total de las limpiezas físicas se estableció en 30 s en base a estudios previos desarrollados en la línea de Tratamiento y Reutilización de Aguas Residuales de la ULL, variando los intervalos de tiempo de retrolavado/relax aplicados de 10 en 10 s (tabla 3.1). Así mismo, el caudal de retrolavado (J_{bw}) se mantuvo constante en todos los experimentos en un valor de 30 L/hm^2.

Tabla 3.1. Tiempos de retrolavado (t_{bw}) y relax (t_r) estudiados.

t_{bw} (s)	t_r (s)
30	0
20	10
10	20
0	30

En cuanto a la rotación, ésta se varió entre 0 y 340 rpm y el caudal de gas entre 0 y 4 NL/min. También se estudiaron dos valores de PTM_{sp}: 15 y 23 cmHg.

3.3.2 Operación en continuo del AnMBR

La operación en continuo se realizó tras sembrar 2,5 L de licor mezcla, procedente de un AnMBR piloto ubicado en la EDAR de Valle Guerra, en la unidad experimental de laboratorio. La alimentación de agua residual, procedente de la misma EDAR, al AnMBR de laboratorio se realizó a través de la bomba peristáltica P-4. Esta bomba está asociada a un controlador de nivel (LC-2) que fija los niveles permisibles para mantener la cámara de gas en el interior del depósito, así como el sello hidráulico.

Con este sistema de control también se asegura mantener sumergido el módulo de membranas en todo momento.

Adicionalmente, el segundo controlador de nivel (LC-1) evita el rebose del depósito de permeado T-2. De esta forma, cuando el sensor de nivel detecta que se alcanza el nivel máximo prefijado, se activa la bomba peristáltica P-3 cuya finalidad es recircular parte del permeado al depósito T-1. Asimismo, el sensor de nivel asegura el nivel mínimo de permeado que permite realizar los ciclos de retrolavado, deteniendo la bomba cuando el líquido alcanza el segundo electrodo. De forma paralela, la bomba peristáltica P-2 es activada mediante un temporizador para purgar permeado y fijar así, el tiempo de retención hidráulico (TRH) del sistema. En la presente investigación, el TRH se fijó en 31 horas con el objetivo de reproducir las condiciones aplicadas en el AnMBR piloto operado en la EDAR de Valle Guerra.

Por su parte, la operación del AnMBR mediante los ciclos de filtración y limpieza física es análoga a la empleada en los experimentos en batch o por lote.

Durante el tiempo en que operó la unidad de laboratorio, se extrajeron muestras del licor mezcla tres veces por semana, para comprobar que la concentración de sólidos no había variado considerablemente. Del mismo modo, se realizaron análisis de la alcalinidad total y parcial para asegurar que no se producía acidificación en el reactor anaerobio.

3.3.3 Experimentos de limpieza con rotación del módulo de membranas

A fin de cuantificar la eficacia de eliminación de ensuciamiento logrado por el procedimiento de limpieza física ligado a la rotación del módulo de membranas, se diseñó un conjunto de experimentos siguiendo las siguientes etapas:

- Ensuciar la membrana hasta la PTM_{sp} preestablecida con suspensiones anaerobias procedentes del AnMBR piloto ubicado en la EDAR de Valle Guerra. Para ello, al igual que en los experimentos en batch, se opera en circuito cerrado con 2,5 L de LM y recirculando el permeado.
- Retirar la membrana sucia de la suspensión y sumergirla en agua destilada.

- Reproducir las condiciones de retrolavado/relax y giro empleadas en los experimentos batch de corta duración.
- Tomar 100 mL de la muestra homógenea del agua tras la limpieza física y realizar las analíticas correspondientes.

La duración de todas las limpiezas físicas fue de 30 s y se ensayaron las siguientes velocidades de giro de la membrana (w): 0, 60, 120, 180, 240 y 360 rpm.

3.4 Protocolo de limpieza de las membranas

Con el fin de evaluar la contribución de los diferentes tipos de ensuciamiento tras cada experimento batch de cuatro horas de duración, el módulo de membranas se ha limpiado de acuerdo al siguiente protocolo:

- Enjuague en 1,2 L de agua mili Q.
- Retrolavado con 1,2 L de agua mili Q (J_{bw} = 30 L/hm^2).
- Limpieza química con 500 ppm de NaOCl en un volumen de 1,2 L durante 2 horas.

Después de cada una de las etapas que componen el proceso de limpieza descrito, se mide la presión transmembrana resultante sumergiendo el módulo en agua destilada y aplicando un flujo de permeado de 8 L/hm^2, con el fin de cuantificar el grado de recuperación de permeabilidad y, en consecuencia, el ensuciamiento eliminado.

3.5 Parámetros clave en los estudios de filtrabilidad

Para poder determinar la eficacia de los ciclos de limpieza a la hora de eliminar la suciedad depositada sobre la superficie de la membrana durante la filtración, existen varios parámetros que se deben tener en cuenta y que se encuentran indicados gráficamente en la Figura 3.5

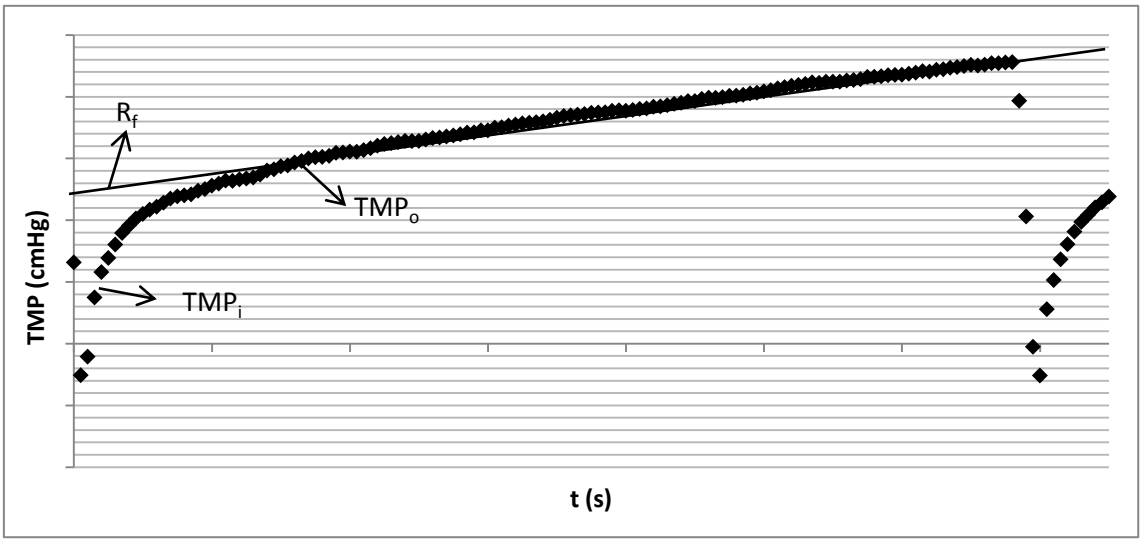

Figura 3. 5 Parámetros clave en los estudios de filtrabilidad

- TMP_i: en el primer ciclo de filtración, es la presión transmembrana provocada por la propia composición de la membrana, principalmente el tamaño de poro o el grosor de la misma. A medida que los ciclos se van sucediendo, este valor se ve incrementado debido al ensuciamiento residual e irreversible, que no puede ser eliminado mediante los ciclos de limpieza física.

- TMP_o: es la presión que se alcanza una vez se ha depositado sobre la membrana toda la materia que, a pesar de haber sido despegada de la superficie, no se ha redispersado durante la limpieza.

- R_f: es la velocidad de ensuciamiento de la membrana, expresada como cociente entre el incremento de presión y el tiempo. Este factor depende de las características de la suspensión a filtrar y de las condiciones de operación.

3.6 Métodos analíticos

Determinación del pH

El pH se midió de acuerdo al método electrométrico 4500-H+ B del Standard Methods (APHA, 2005). Este método se basa en la determinación de la actividad de los iones de hidrógeno por mediciones potenciométricas. Para realizar las mediciones se hizo uso del pH-metro inoLab pH Level 1 (WTW GmbH, Alemania). El pH-metro se calibró periódicamente a fin de evitar errores experimentales.

Determinación de la concentración de aniones y cationes

La determinación de la concentración de aniones y cationes presentes en las corrientes de alimentación y permeado se ha llevado a cabo siguiendo la Norma Española UNE-EN ISO 10304-2 sobre la Calidad del Agua, Determinación de aniones y cationes disueltos por cromatografía iónica en fase líquida.

Dicho procedimiento se ha realizado con el cromatógrafo METHROM 882 Compact IC plus. Este es un cromatógrafo iónico, con un amplio rango de medida y bajo valor de límite de detección, dotado de un software para el control del sistema y total automatización.

Demanda Química de Oxígeno total y soluble (DQO y DQO_S)

La determinación de la DQO se realizó de acuerdo a lo establecido en el procedimiento con reflujo cerrado y método colorimétrico 5220 D del Standard Methods (APHA, 2005). Este ensayo es una medida del equivalente de oxígeno del contenido de materia orgánica de una muestra susceptible de oxidación por un oxidante químico fuerte.

Para evaluar la oxidación producida, a un volumen de 2,5 mL de muestra homogeneizada se le añade un volumen de 1,5 mL de disolución digestora ($K_2Cr_2O_7$, H_2SO_4 y $HgSO_4$) y 3,5 mL de una disolución de Ag_2SO_4 y H_2SO_4. Como blanco se toma una muestra de agua destilada. Posteriormente, el proceso de digestión transcurre a 150 ºC durante 2 h. A continuación, es necesario dejar enfriar los viales entre 0,5 -1 hora.

Una vez transcurrido ese tiempo, la medición de la DQO se realizó en un espectrofotómetro HACH DR 5000 a una longitud de onda de 600 nm.

Para la determinación de la DQO_S (DQO soluble), las muestras se filtraron previamente a través de un filtro con tamaño de poro de 0,45 µm.

Carbono Orgánico Total (COT)

El COT se determinó en base al método de combustión-infrarrojo 5310 B del Standard Methods (APHA, 2005). El ensayo permite cuantificar la cantidad de carbono orgánico, mediante la medición del dióxido de carbono producido tras la inyección de una muestra en una cámara de oxidación catalítica a elevada temperatura (680 ºC). Posteriormente, la cuantificación del gas generado se realiza mediante detección infrarroja no dispersiva (NDIR, siglas en inglés). Como en el proceso de combustión también se formará agua, la muestra se deshumidifica antes de hacerla pasar por el NDIR. Para realizar el ensayo las muestras previamente se acidifican y airean a fin de eliminar las posibles interferencias producidas por los carbonatos, bicarbonatos y el CO_2 disuelto que pudiera contener la muestra.

El equipo empleado para realizar la determinación de COT consiste en un analizador autónomo de Shimadzu TOC-V CSN conectado a un inyector automático de muestras Shimadzu High Performance Autosampler ASI-V.

Determinación de los sólidos suspendidos totales (SST) y los sólidos suspendidos volátiles (SSV)

La medida del contenido en sólidos suspendidos totales se realiza conforme al método gravimétrico SM-2540 D (APHA, 2005). Un volumen de muestra homogeneizada, se hace pasar a través de un papel de filtro con tamaño de poro de 0,45 µm, pesado previamente. El residuo retenido en el filtro se seca en estufa a 105 ºC durante al menos una hora y posteriormente se pesa. El incremento de peso obtenido representa el contenido en sólidos totales en suspensión.

La determinación de los sólidos suspendidos volátiles se realiza conforme a lo establecido en el método gravimétrico SM-2540 E (APHA, 2005). Para ello, se toma el residuo retenido en el filtro después del análisis de SST y se lleva a una mufla, donde se incinera a una temperatura de 550 ± 50 ºC durante 15 ó 20 minutos. Los sólidos que permanecen en el filtro representan los sólidos suspendidos fijos, mientras que la pérdida de peso respecto a los sólidos totales en suspensión representa los sólidos suspendidos volátiles.

Determinación de la turbidez

La turbidez se determinó en base al método nefelométrico (SM-2130 B) disponible en el turbidímetro HACH 2100N. El resultado de dicha medida se expresa en unidades (NTU). La sensibilidad del equipo es de ± 0,01 NTU.

El método se basa en la comparación de la intensidad de luz dispersada en un ángulo de 90º de una muestra y una solución patrón de referencia en unas condiciones determinadas. Cuanto mayor es la intensidad de luz dispersada mayor es la turbidez. Como solución patrón se emplea polímero de formazida a una concentración específica que tiene una turbidez de 4000 NTU.

Determinación de la turbidez del sobrenadante

Este ensayo da una idea de la propensión al ensuciamiento originado por la materia en suspensión presente en el licor mezcla. El tamaño de flóculo se ha determinado en base al método propuesto por Ng et al. (2005), que consiste en centrifugar la muestra de lodo o licor mezcla durante 3 minutos a 1300 G y a continuación, medir la turbidez del sobrenadante obtenido. Los equipos empleados para realizar el ensayo fueron, una centrífuga Sigma 3-10 (Sigma Laborzentrifugen GmbH, Alemania) y un turbidímetro HACH 2100D (Hach Company, USA).

Determinación de la alcalinidad total (AT), parcial (AP) e intermedia (AI)

La alcalinidad es la capacidad del agua para neutralizar compuestos ácidos. En este término se engloban todas las bases presentes en la suspensión: carbonatos, bicarbonatos, boratos, fosfatos, etc.

Cuando se trabaja con suspensiones anaerobias, generalmente se acepta que la alcalinidad total (AT) es de forma aproximada originada por la suma de la alcalinidad debida a la presencia de bicarbonatos y ácidos grasos volátiles (AGVs). La contribución de bicarbonatos a la alcalinidad total es lo que se conoce como alcalinidad parcial (AP) (Jenkins et al., 1983), mientras que la alcalinidad intermedia (AI), que es la diferencia entre la AT y la AP, da idea de la concentración de AGVs en el seno de la suspensión (Ripley et al., 1986). El ratio entre las alcalinidades intermedia y total, AI/AT, está considerado por varios autores como un parámetro indicativo de la cantidad de ácidos grasos volátiles (AGVs) generados en los procesos de digestión anaerobia y cuyo valor no debe exceder 0,3 para evitar problemas de acidificación de las suspensiones (Soto et al., 1993).

La alcalinidad se determinó en base al método 2320 del Standard Methods (APHA, 2005). Para ello, la muestra, previamente filtrada o centrifugada, se valora con HCl 0,1 N en dos puntos. El primero de ellos corresponde a AP (pH = 5,7), mientras que el segundo hace referencia a AT (pH = 4,3).

Los valores de alcalinidad, expresados en mg $CaCO_3$/L se calcularon mediante las siguientes ecuaciones (3.1 y 3.2) (APHA, 2005):

$$AP = \frac{A * N * 50000}{V} \qquad \text{Ec. 3.1}$$

$$AT = \frac{B * N * 50000}{V} \qquad \text{Ec. 3.2}$$

donde:

- A: volumen de HCl (mL) necesario para alcanzar un pH de 5,75.
- B: volumen de HCl (mL) necesario para alcanzar un pH de 4,30.
- N: Normalidad del 0,1.
- V: Volumen de la muestra (15 mL).

Distribución de tamaño de partícula (DTP)

El análisis del tamaño del flóculo se lleva a cabo mediante la determinación de la distribución de tamaño de partículas (DTP) de la suspensión anaerobia. Para su determinación se hizo uso del equipo Malvern Mastersizer 2000 y la unidad de dispersión por vía húmeda, Hydro SM (Malvern Instruments Ltd., UK). Todos los ensayos de DTP se realizaron con una velocidad de agitación de 1200 rpm.

Determinación del nitrógeno amoniacal disuelto

En este caso, la determinación del nivel de nitrógeno amoniacal se realiza mediante un método colorimétrico. En un matraz de 25 ml se pipetean 0,5 ml de muestra y se enrasa con agua destilada de forma que se obtiene una disolución 1:50 cuya concentración de N-NH3 se encuentra en el rango de detección del espectrofotómetro utilizado. Posteriormente, se añade 1 ml de sal de Rochelle y otro tanto de reactivo de Nessler. El reactivo Nessler reacciona con el amoníaco y forma un complejo de color amarillo mientras que la adición de una solución salina Rochelle inhibe la precipitación de los iones de calcio y magnesio. La intensidad de color de la solución determina la concentración de amoníaco.

Finalmente, para determinar la concentración de nitrógeno amoniacal se ha utilizado un espectrofotómetro HACH DR 5000 previamente calibrado a una longitud de onda de 425 nm.

Tiempo de filtración (TTF).

Este ensayo da una idea de la filtrabilidad de las suspensiones anaerobias, sin embargo debe tenerse en cuenta que el TTF sólo mide los efectos de la formación de torta en condiciones estáticas.

La determinación del TTF se hizo mediante una modificación del Método Estándar 2710H (APHA, 2005). El procedimiento es el siguiente: se colocan 50 ml de lodo sobre papel de filtro y se aplica vacío. Durante el ensayo se contabiliza el tiempo necesario obtener 15 mL de permeado.

Comportamiento reológico

Para las medidas del comportamiento reológico de las suspensiones se ha utilizado el viscosímetro rotacional Visco Star Plus (FUNGILAB, ESPAÑA). El contenedor de la muestra y el husillo (TL-5) son coaxiales dejando un espacio entre ellos de 1 mm. Cada medida se repite dos o treces, a un temperatura de 25 ºC y a unos gradientes medios de velocidad comprendidos entre 24,5 y 122,4 s-1

3.7 Caracterización de la alimentación

3.7.1 Operación en batch: caracterización de las suspensiones anaerobias

Las suspensiones anaerobias procedentes del AnMBR ubicado en la EDAR de Valle Guerra (Islas Canarias, España) para realizar los ensayos de filtrabilidad se caracterizaron por tener una viscosidad media a 100 rpm de 3 aproximadamente 4 cp y una cantidad de sólidos suspendidos totales (SST) promedio de 10630 mg/L.

En la tabla 3.2 se recogen los valores promedio de los principales parámetros estudiados:

Tabla 3.2 Características de la suspensión anaerobia alimentada

Parámetros	Unidades	Media	Rango	Desviación estándar
SST	mg/L	10629,17	9123 - 11804,88	1085,34
SSV	mg/L	8145,33	7100 - 8853,66	715,54
TOC	mg/L	356,42	220,5 - 515,9	115,73
DTP (0,5)	µm	26,7	25,84 – 29,65	2,73
µ a 100 rpm	cp	3,98	3,55 - 4,1	0,31
No floculados	NTU	2807	1705-4025	907
TTF	minutos	11,65	10,7 – 12,6	0,71

Durante todos los experimentos, la viscosidad del licor mezcla empleado como alimentación al biorreactor se mantuvo aproximadamente constante en el tiempo. Sin embargo, en la figura 3.6 se puede apreciar que su comportamiento reológico es propio de un fluido no newtoniano, lo que significa que el valor que adopta este parámetro no es constante, sino que varía en función de la temperatura y del

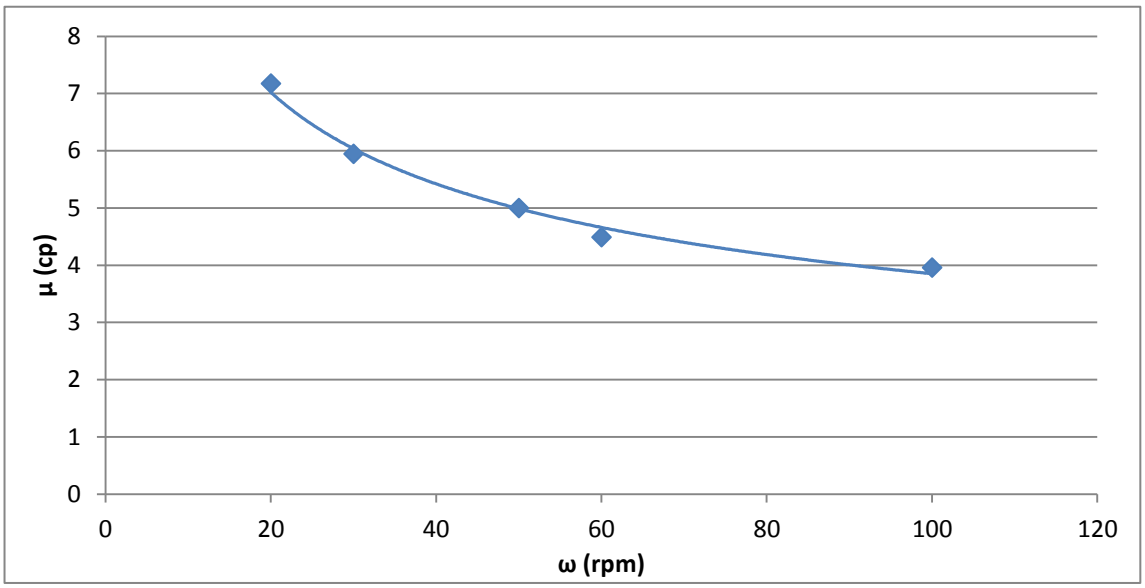

Figura 3.6 Comportamiento reológico del licor mezcla

esfuerzo al que se encuentre sometido.

3.7.2 Operación en continuo: caracterización del agua residual

Durante la operación en continuo, la planta fue alimentada con el efluente de la unidad de pretratamiento (desarenado, desengrasado y tamizado a través de un enrejado de 3 mm de paso) de la EDAR ubicada en la localidad de Valle Guerra (Islas Canarias, España), que es alimentado al depósito de proceso tras sedimentar en el depósito T-3. La tabla 3.3 recoge los valores promedio de los principales parámetros empleados para caracterizar un total de 10 muestras de agua de alimentación del AnMBR. A pesar de que la fuente principal del agua residual es de origen doméstico, las industrias locales realizan descargas ocasionales a la red de alcantarillado que pueden ocasionar las fluctuaciones observadas en los datos experimentales.

Tabla 3.3. Caracterización del agua de alimentación al AnMBR.

Parámetros	Unidades	Media	Rango	Desviación Estándar
DQO	mg/L	352	385 - 251	54,23
DQO_s	mg/L	217,42	262 - 189	26,54
COT	mg/L	58,06	70,46 – 47,85	9,55
SST	mg/L	97,57	155 - 64	34,09
SSV	mg/L	87,84	140 – 52,94	34,41
$N\text{-}NH_3$	mg/L	64,65	71,56 – 60,55	13,9
$N\text{-}NO_3$	mg/L	0,518	1,214 - 0	0,43
SO_4^{2-}	mg/L	30,97	41,24 - 20,01	7,76
PO_4^{2-}	mg/L	27,79	30,84 - 24,46	2,27
HCO_3^-	mg/L	871,95	996,33-769,4	74,75
pH		7,87	8,05 - 7,64	0,15

RESULTADOS

Y DISCUSIÓN

4. Resultados y discusión

4.1 Estudio de la influencia del burbujeo de gas y la rotación del módulo de membranas durante el retrolavado

4.1.1 Experimentos de filtrabilidad de corta duración

La evaluación de la eficacia del burbujeo y la rotación de la membrana durante el proceso de limpieza física, se ha realizado por medio de experimentos de corta duración (de aproximadamente cuatro horas) en los que se han empleado dos configuraciones diferentes, fijando para ambos casos la TMP de consigna (TMP_{sp}) en 23 cmHg y el flujo de permeado (J) en 8 L/hm^2. Durante los ciclos de limpieza, se han aplicado diferentes velocidades de giro de membrana y caudales de burbujeo, estudiando la duración de los ciclos de filtración, así como el flujo neto de permeado y la velocidad de ensuciamiento de la membrana cuando el sistema ha alcanzado un estado pseudo-estacionario. La duración del ciclo de limpieza se ha establecido en 30 segundos durante los cuales se realiza retrolavado con un caudal de 30 L/hm^2 (J_{bw}), condiciones que se han mantenido constantes a lo largo de todos los experimentos realizados.

Las figuras 4.1 y 4.2 muestran la evolución temporal de dos experimentos tipo para cada una de las dos configuraciones empleadas durante los ciclos de retrolavado: la rotación del módulo de membranas (R-HFM) y el burbujeo de gas (G-HFM), respectivamente. En ambos casos, la deposición de materia sobre la membrana que no puede ser posteriormente eliminada en los sucesivos ciclos de limpieza física, conduce a un acortamiento de los ciclos de filtración. Sin embargo, a raíz de los resultados obtenidos para la configuración G-HFM, se pudo observar como esta reducción, de la duración de ciclo, fue progresiva durante las primeras horas hasta que el sistema se estabilizó. Este fenómeno se produjo incluso cuando se operó a elevados caudales de gas, tal y como refleja la Figura 4.2. Por su parte, el uso de velocidades moderadas de giro (ω) del módulo de membranas para la configuración R-HFM, permitió alcanzar antes el estado pseudo-estacionario. De esta forma, tal y como se observa en la Figura 4.1, los resultados de filtrabilidad obtenidos para una velocidad de giro de 180 rpm a partir del segundo ciclo son muy similares a los obtenidos una vez transcurridas las 4 horas de experimentación.

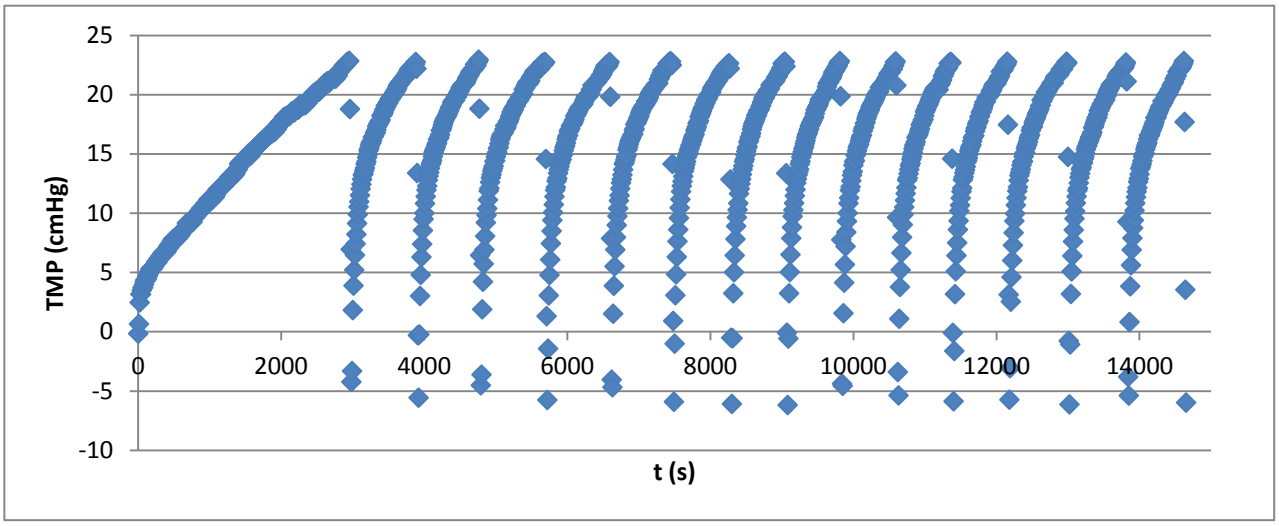

Figura 4. 2 Evolución de la TMP con el tiempo. Configuración R-HFM; w = 180 rpm.

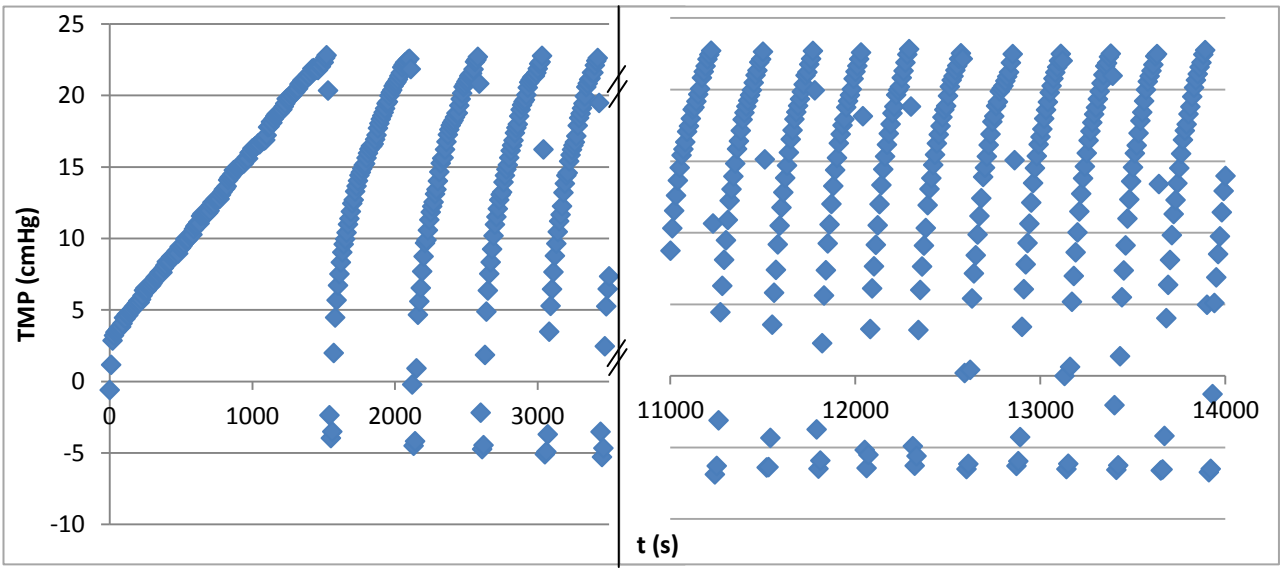

Figura 4. 1 Evolución de la TMP con el tiempo. Configuración G-HFM; Q_g = 4 L/min

Esta diferencia de comportamiento entre ambas configuraciones de limpieza podría ser debida, tal y como sugieren algunos estudios (Jaffrin, 2008), a una distribución más homogénea de la energía aplicada a las fibras cuando se hace uso de la rotación.

De hecho, tal y como se desprende de la Figura 4.3, al estudiar la influencia del caudal de gas (Q_g) durante el retrolavado en la configuración G-HFM, contra lo que cabría esperar, no se observan mejoras significativas en las duraciones de ciclo a

medida que se incrementa Q_g. De hecho, a raíz de los resultados, se puede concluir que existe un valor de caudal de gas límite (2 NL/min), a partir del cual un incremento del burbujeo de gas durante el retrolavado, no incrementa la efectividad de la limpieza. Según Fulton et al. (2011), este fenómeno puede deberse a la resistencia que presenta el módulo al paso del gas, lo que provoca que el N_2 fluya por los laterales de la membrana en lugar de introducirse en el espacio existente entre las fibras, lo que permitiría una mayor eliminación del ensuciamiento.

Por otra parte, los resultados obtenidos con la configuración R-HFM han demostrado que un incremento de ω durante los ciclos de limpieza conduce a una mejora significativa en la duración de los ciclos y en consecuencia, del flujo neto de permeado final (Figura 4.3, Tabla 4.1), obteniéndose los mejores resultados a ω = 340 rpm. Sin embargo, también se observó la existencia de un valor umbral por debajo del cual la rotación deja de ser efectiva durante el retrolavado. De esta forma, cuando se trabajó con una velocidad de giro de ω = 60 rpm, los ciclos de filtración fueron equiparables a los obtenidos en ausencia de rotación. Este hecho puede deberse a que la turbulencia generada en torno a la membrana a bajos valores de ω no es suficiente para provocar la eliminación o re-dispersión de los sólidos adheridos a la superficie de la membrana. Resultados similares fueron observados por Jiang et al. (2012) durante el estudio del ensuciamiento en un biorreactor de membrana tubular rotatoria.

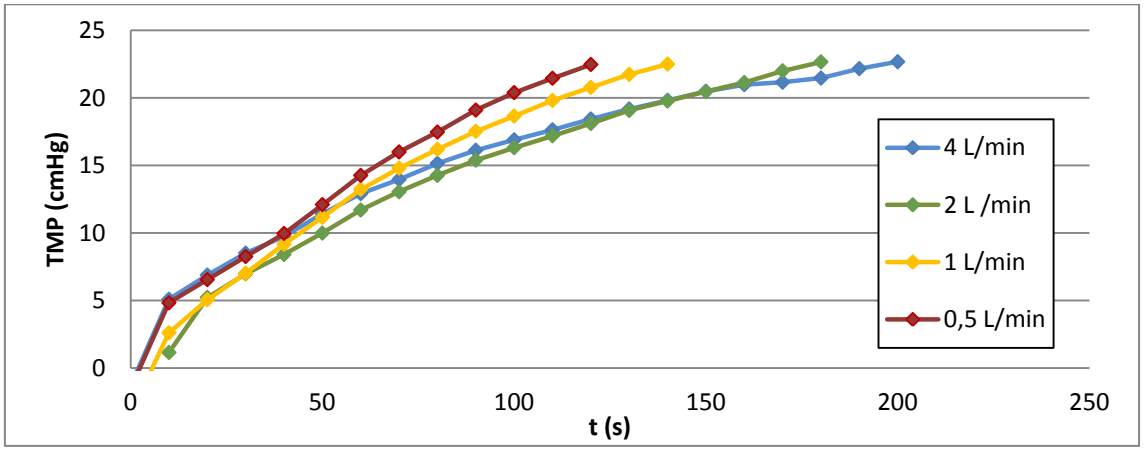

Figura 4. 3 Evolución de la TMP con el tiempo durante un ciclo, en condiciones pseudo-estacionarias, tras las limpiezas físicas a diferentes caudales de burbujeo. Configuración de membrana G-HFM.

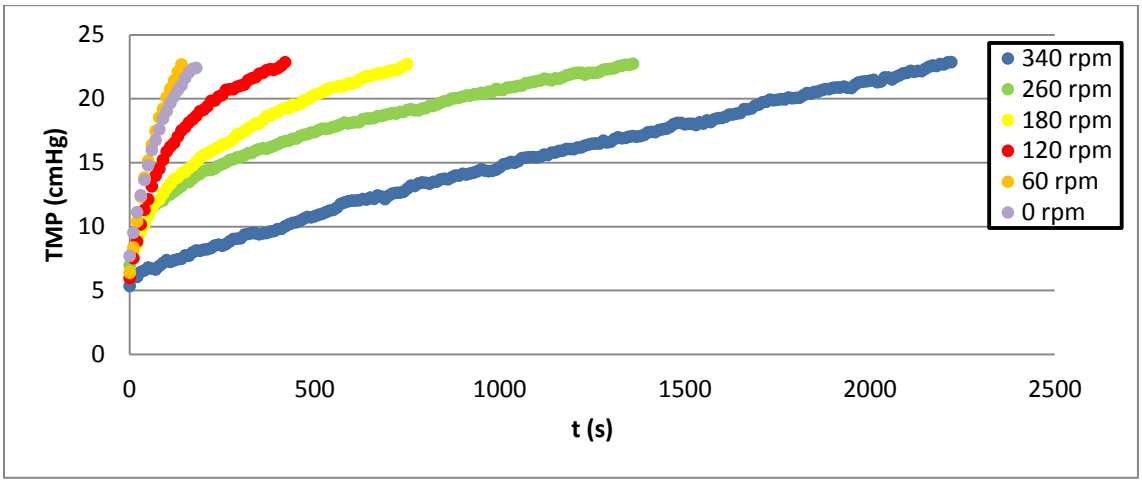

Figura 4. 4 Evolución de la TMP con el tiempo durante un ciclo en condiciones pseudo-estacionarias, tras las limpiezas físicas a diferentes velocidades de giro. Configuración de membrana R-HFM.

Por otra parte, respecto a los valores de TMP_i obtenidos, es posible observar valores ligeramente superiores para la configuración G-HFM (del orden de 7 cmHg, frente a los 6 cmHg obtenidos con la configuración R-HFM). Esta diferencia se puede atribuir a la presencia del cabezal inferior y el tubo central de burbujeo de gas, lo que puede favorecer la aparición de zonas muertas donde el gas no puede actuar, incrementándose el ensuciamiento residual.

No obstante, al tratarse de experimentos de corta duración, tal y como era de esperar, estas variaciones de TMP_i no fueron significativas a lo largo de los experimentos realizados para cada una de las configuraciones, resultado que concuerda con trabajos similares (Jeison y Van Lier, 2007) y pone de manifiesto que el ensuciamiento es en su mayor parte, de naturaleza reversible.

A su vez, si se atiende al resto de parámetros característicos de los ciclos de filtración en el estado pseudo-estacionario, para ambas configuraciones , se observa en las Tablas 4.1 y 4.2, como las mejoras observadas en cuanto a duración y flujo neto (J_{net}) obtenidas para la configuración R-HFM, guardan una estrecha relación con TMP_0 y R_f.

De esta forma, cuando se aplica rotación durante el retrolavado, los valores de TMP_0 disminuyen desde 22,8 hasta 12 cmHg para valores de ω de 0 y 340 rpm, respectivamente. Sin embargo, en el caso de la configuración G-HFM esta variación es mucho menos acusada, desde 21,5 hasta 17 cmHg para Q_g = 0 y Q_g = 4 NL/min,

respectivamente. Generalmente, se acepta que el parámetro TMP_0 da una idea de la cantidad de sólidos que se pre-depositan de forma rápida sobre la superficie de la membrana y explica las rápidas velocidades de ensuciamiento observadas al comienzo de cada ciclo de filtración. Por tanto, el valor de TMP_0 dependerá de la efectividad de la limpieza física aplicada para re-dispersar las partículas durante los ciclos de limpieza. En este sentido, los resultados evidencian la mejora notable que supone el uso de la rotación frente al burbujeo de gas.

Tabla 4. 1 Valores promedio de los parámetros característicos de los ciclos de filtración obtenidos tras las limpiezas físicas para la configuración de membrana R-HFM, a diferentes velocidades de giro.

ω	**Duración**	**J_{net}**	**TMP_i**	**TMP_0**	**R_f**
rpm	**min**	**L/hm^2**	**cmHg**	**cmHg**	**cmHg/s**
340	42,07 ± 2,74	7,55 ± 0,03	5,31 ± 0,19	12,00	0,00685
260	21,85 ± 1,27	7,15 ± 0,05	6,9 ± 0,08	16,30	0,00691
180	12,84 ± 0,36	6,57 ± 0,04	6,11 ± 0,38	18,00	0,0119
120	6,93 ± 0,46	5,43 ± 0,17	6,41 ± 0,57	20,30	0,016
60	3,57 ± 0,09	3,33 ± 0,10	6,71 ± 0,41	22,10	0,09
0	3,57 ± 0,12	3,32 ± 0,15	6,86 ± 0,66	22,80	0,20

Tabla 4. 2 Valores promedio de los parámetros característicos de los ciclos de filtración obtenidos tras las limpiezas físicas para la configuración de membrana G-HFM, a diferentes caudales de burbujeo.

Q_g	**Duración**	**J_{net}**	**TMP_i**	**TMP_0**	**R_f**
NL/min	**min**	**L/hm^2**	**cmHg**	**cmHg**	**cmHg/s**
4	3,68 ± 0,34	3,43 ± 0,39	8,26 ± 0,68	17,00	0,06
2	2,31 ± 0,07	1,22 ± 0,18	7,10 ± 0,64	17,30	0,08
1	2,305 ± 0,072	1,233 ± 0,18	7,09 ± 0,65	17,80	0,11
0,5	2,02 ± 0,09	0,40 ± 0,19	7,83 ± 0,52	19,00	0,13
0	1,74 ± 0,085	-0,48 ± 0,3	7,66 ± 0,55	21,50	0,15

Asimismo, de los resultados se desprende que el giro del módulo de membranas durante el retrolavado afecta a la construcción del ensuciamiento sobre la membrana en los ciclos de filtración posteriores. De esta forma, a medida que aumentó la velocidad de giro del módulo, la resistencia del ensuciamiento, R_f disminuyó, lo que podría indicar que las partículas se depositan más lentamente como consecuencia de la menor concentración de biomasa en las inmediaciones de la superficie de la membrana, a causa de una mejor re-dispersión durante los ciclos de limpieza física.

4.1.2 Efecto de la velocidad de rotación durante las limpiezas físicas

Tras comprobar que las limpiezas físicas basadas en la configuración R-HFM son más eficaces a la hora de eliminar el ensuciamiento, y con el fin de cuantificar de manera objetiva la materia re-dispersada por las distintas condiciones de giro del módulo de membranas, el flujo y el tiempo de retrolavado empleados con anterioridad, se procedió a realizar una serie de experimentos de corta duración partiendo de membrana sucia. Para ello, tras alcanzar el valor de presión equivalente a la TMP_{sp} (23 cmHg), se introdujo el módulo de membranas en un depósito con 1,2 litros de agua destilada y se procedió a aplicar la limpieza física. En la Figura 4.5 se muestran los resultados obtenidos en base a la eliminación de SST y COT. De acuerdo a los resultados obtenidos previamente, y como era de esperar, el incremento de la velocidad de giro durante el retrolavado condujo a una mayor re-dispersión de la materia depositada sobre la membrana al final del ciclo de filtración. No obstante, el efecto del giro del módulo de membranas resultó más acusado sobre la materia particulada, que sobre la materia coloidal y soluble. De esta forma, mientras la concentración de COT presente en la suspensión al final del ciclo de limpieza, para cada una de las condiciones ensayadas, varió desde 2 hasta 3 mg/L para valores de ω entre 0 y 340 rpm, respectivamente, la concentración de SST lo hizo desde 35 mg/L hasta 180 mg/L para el mismo rango de ω.

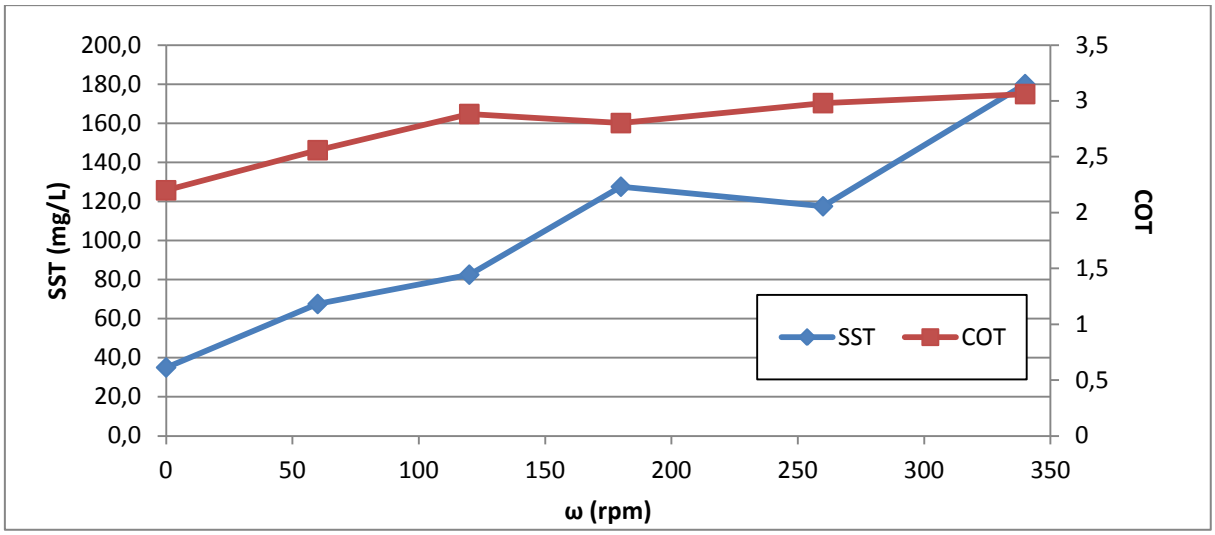

Figura 4. 5 Eliminación de SST y COT con la velocidad de giro

4.1.3 Fraccionamiento del ensuciamiento residual

Con el objetivo de esclarecer las contribuciones de cada una de las fracciones presentes en las suspensiones anaerobias al ensuciamiento global observado en la membrana, se aplicó a dicha membrana, el protocolo de limpieza descrito en la sección “Materiales y Métodos” del presente TFG, al finalizar los experimentos batch de corta duración.

La Tabla 4.3 muestra los resultados obtenidos en función de la concentración de SST y COT así como, la TMP obtenida después de cada etapa del protocolo de limpieza. Los resultados obtenidos con la configuración G-HFM desvelaron que, independientemente del caudal de gas empleado, el ensuciamiento residual presente en la membrana tras los experimentos de corta duración fue de naturaleza similar. No obstante, un aumento de Q_g logra disminuir levemente las concentraciones de SST y COT presentes en la membrana.

Así se ha podido observar que la contribución de SST al ensuciamiento de la membrana, tras las etapas de enjuague y retrolavado fue mayor que la obtenida tras el proceso de limpieza química, lo que indica que en las dos primeras etapas se logra retirar la mayor parte de la materia particulada residual. No obstante, en términos de COT, esta tendencia no se cumplió y la fracción de materia coloidal y soluble eliminada en las tres etapas de limpieza ha sido similar, llegando a

observarse valores incluso superiores, tras la limpieza con hipoclorito. Este fenómeno podría ser debido a la presencia final de clogging entre las fibras y los cabezales del módulo, que tan solo se puede eliminar por medio de la acción de un oxidante.

Por el contrario, al comparar estos resultados con los obtenidos para la configuración R-HFM, se pudieron observar diferencias significativas. En este caso, la mayor eliminación de materia particulada se produjo tras la etapa de enjuague, con independencia de ω. No obstante, un aumento de la velocidad de rotación durante el retrolavado de los experimentos en batch condujo a una disminución significativa de la concentración de SST en las fracciones obtenidas tras el enjuague y el retrolavado. A su vez, en términos de COT, los mayores valores observados se correspondieron con la muestra recogida tras la etapa de retrolavado. Este fenómeno podría ser debido a un mayor ensuciamiento interno no consolidado, de la materia soluble y coloidal.

Asimismo, independientemente de la velocidad de giro aplicada, tras la etapa de limpieza química se obtuvieron bajos valores de SST y COT, lo que indica que casi todo el ensuciamiento residual se eliminó en las etapas previas.

		SST (mg/L)	TOC	TMP
340 rpm	Enjuague	45	6,163	3,114
	Retrolavado	25	14,32	1,185
	Limpieza química	10	3,154	1,047
60 rpm	Enjuague	453	5,515	4,078
	Retrolavado	217	9,87	1,874
	Limpieza química	7	1,607	1,598
0,5 L/min	Enjuague	310	5,661	7,343
	Retrolavado	286	5,507	5,414
	Limpieza química	27	11,17	3,209
2 L/min	Enjuague	232	6,921	8,313
	Retrolavado	250	4,88	4,863
	Limpieza química	53	6,438	3,209

Tabla 4. 3 Eficacia de las limpiezas realizadas tras los experimentos

Finalmente, el porcentaje de recuperación de permeabilidad de la membrana (Fig. 4.6) se ha calculado de acuerdo a la siguiente fórmula:

$$Recuperación\ (\%) = \left(1 - \frac{TMP - TMP_{i0}}{TMP_i - TMP_{i0}}\right) \cdot\ 100 \qquad \text{Ec. 4.1}$$

donde TMP es la presión transmembrana registrada tras cada limpieza, TMP_{i0} representa la presión que presentaba la membrana limpia y TMP_i es la presión transmembrana existente antes de comenzar el proceso de limpieza.

De acuerdo a los resultados, y en consonancia con la eliminación observada para SST y COT, anteriormente comentadas, el porcentaje de permeabilidad que se logra recuperar tras las etapas de enjuague manual y retrolavado para la configuración R-HFM, se sitúo en torno al 97%, y alcanzó el 100% tras dos horas de limpieza química. Además, el aumento de la velocidad de giro permitió mejorar la eficacia de la etapa de enjuague tal y como refleja la Figura 4.6.

Sin embargo, estos porcentajes de recuperación se vieron claramente empobrecidos en cada una de las etapas de limpieza para la configuración G-HFM. En este caso particular, ninguno de los caudales de gas empleados consiguió recuperar el 100% de permeabilidad inicial en las condiciones de limpieza estudiadas. Este comportamiento pone de manifiesto la presencia de un ensuciamiento residual consolidado, que posiblemente sea originado por fenómenos de "*clogging* o *sludging*" presente en las zonas muertas existentes entre las fibras, los cabezales y el tubo central de aireación. De igual forma, este fenómeno explicaría los elevados porcentajes de recuperación de permeabilidad conseguidos mediante el proceso de limpieza química, que en el caso de la configuración G-HFM puede alcanzar valores comprendidos entre un 20 y un 30% (siendo mayor cuanto menor es el valor de Q_g) frente al 2-3% observado cuando se usó el giro durante el retrolavado.

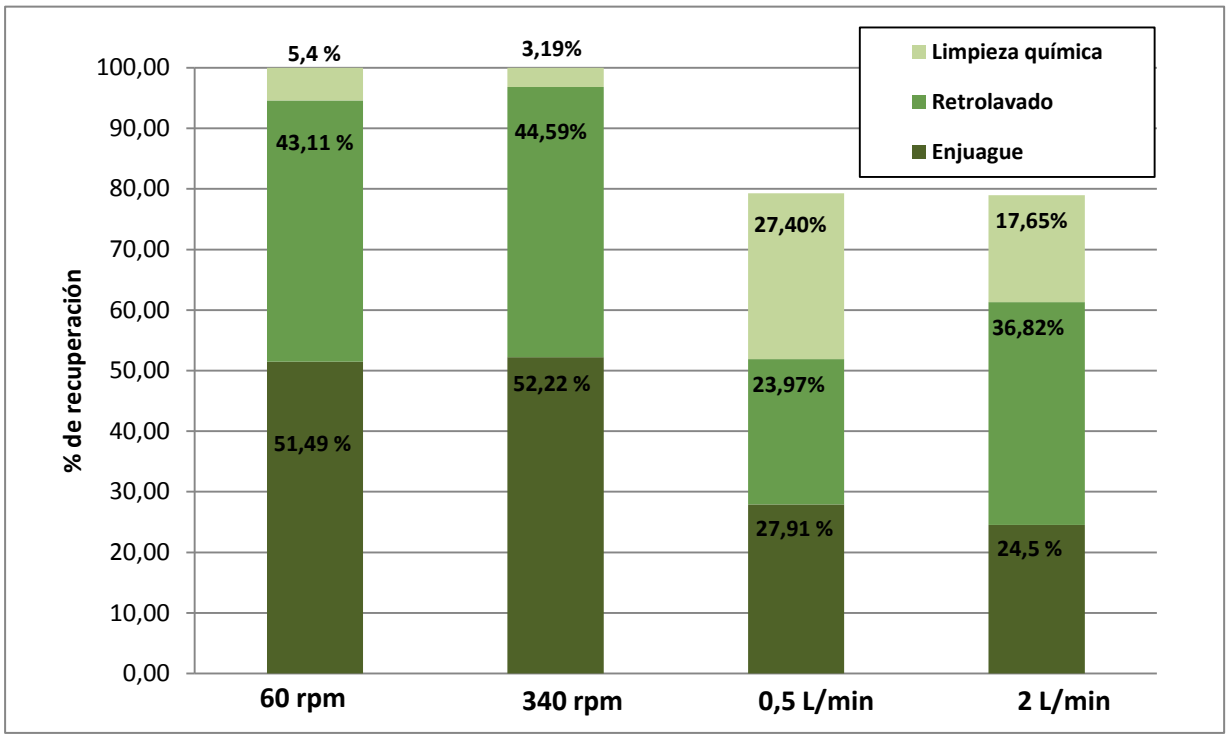

Figura 4. 6 Porcentaje de recuperación de la permeabilidad de la membrana tras cada etapa de limpieza para distintas configuraciones y condiciones.

4.2 Comparación de diferentes presiones y relaciones $t_{ret}/t_{limpieza}$

4.2.1 Experimentos de filtrabilidad de corta duración

En base a los flujos netos obtenidos para las diferentes velocidades de giro estudiadas en el epígrafe anterior, es posible llegar a la conclusión de que la ω óptima a la que se deben realizar las limpiezas físicas es 180 rpm. A velocidades superiores, la mejora obtenida no es suficiente para justificar un aumento de la velocidad de giro, mientras que, a ω inferiores, los valores de flujo neto de permeado descienden de forma drástica. Es por esto que, la velocidad de giro de la membrana se ha fijado en 180 rpm para evaluar la influencia de la TMP_{sp} y la relación entre los tiempos de retrolavado y relax sobre el ensuciamiento de la membrana. Para ello, nuevamente se llevaron a cabo experimentos de corta duración (aproximadamente cuatro horas) en los que la configuración de membrana utilizada ha sido la R-HFM.

En este caso, se ha operado con dos TMP_{sp}, 15 y 23 cmHg, y para cada presión de consigna se aplicaron combinaciones diferentes de tiempos de retrolavado y relax durante las limpiezas (Tabla 3.1). Con el objetivo de simplificar y facilitar la interpretación de los resultados, se ha definido un parámetro que relaciona estos tiempos (ϕ):

$$\Phi = \frac{tiempo\ de\ retrolavado}{tiempo\ de\ retrolavado + tiempo\ de\ relax} \quad Ec.\ 4.2$$

Las figuras 4.7 y 4.8 muestran el comportamiento de los ciclos de filtración en estado pseudo-estacionario, para cada una de las TMP_{sp} establecidas. En ambos casos, se observa que un aumento del tiempo de retrolavado permite un incremento de la duración de los ciclos de filtración, los cuáles varían entre 2 y 13 minutos cuando la TMP_{sp} es 23 cmHg y entre 2 y 18 minutos al disminuir la presión de consigna hasta 15 cmHg, para valores de Φ de 0 y 1, respectivamente (Tablas 4.4 y 4.5).

Asimismo, la comparación de ambas figuras también refleja una mejora importante de la filtrabilidad cuando se opera con la menor presión de consigna. Este fenómeno puede ser debido a que, en el caso de establecer una presión de consigna menor, la torta que se forma sobre la superficie de la membrana sufre una menor compactación tras los ciclos de filtración, por lo que resulta más sencillo eliminarla durante los ciclos de limpieza. Estos resultados concuerdan con los obtenidos por Villarroel et al. (2013) al estudiar el efecto de la presión de consigna sobre la limpieza física de la membrana.

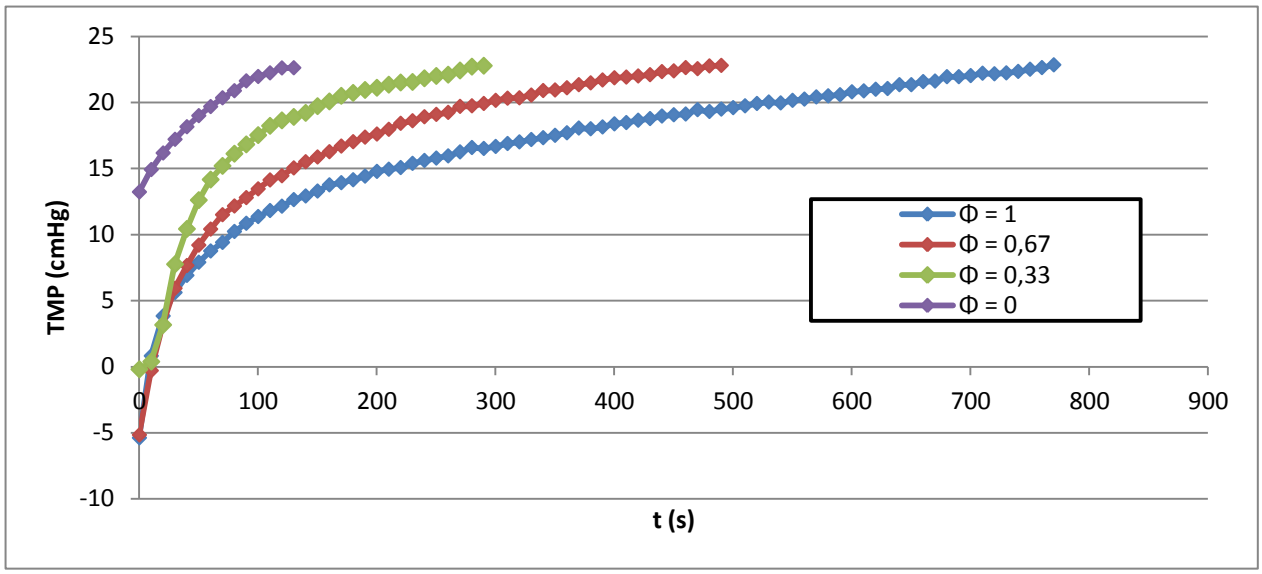

Figura 4. 7 Comparación del comportamiento del sistema bajo diferentes relaciones de Φ relax para presión de consigna 23 cmHg

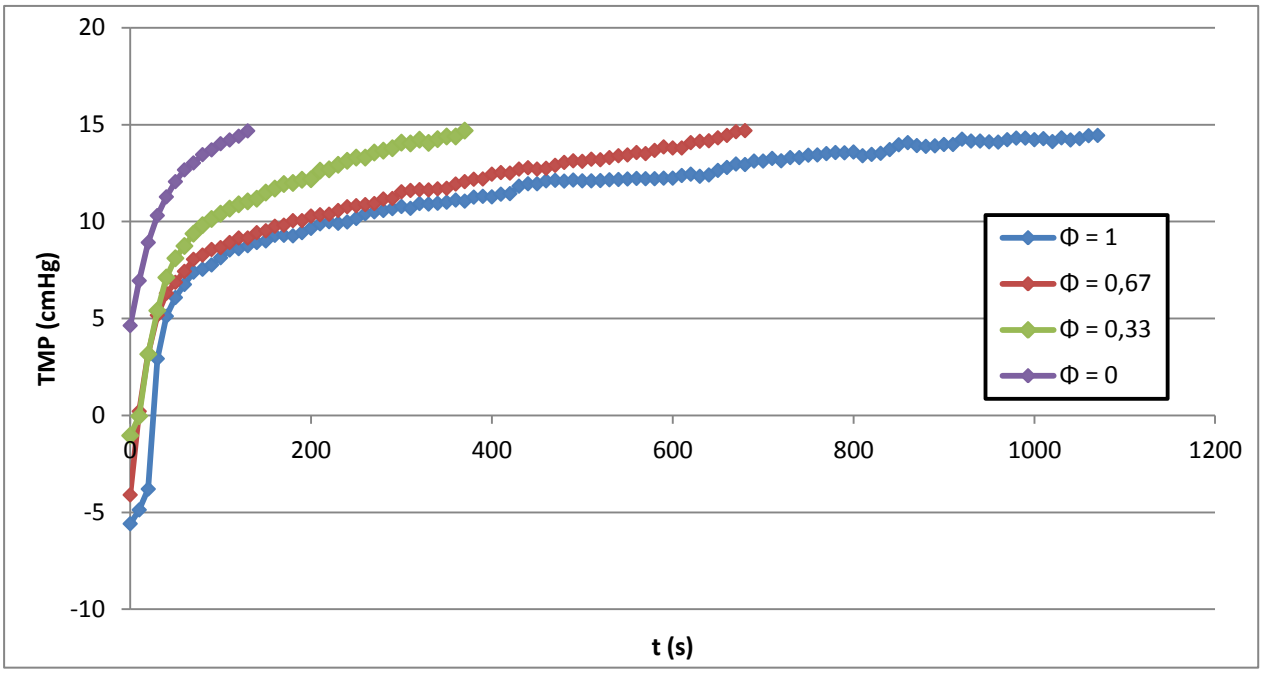

***Figura 4. 8** Comparación del comportamiento del sistema bajo diferentes relaciones de Φ para la presión de consigna 15 cmHg*

La mejora que supone operar a menores presiones de consigna también se ve reflejada en las velocidades de ensuciamiento registradas en cada uno de los experimentos. Así, tal y como se recoge en las tablas 4.4 y 4.5, los valores

obtenidos para este parámetro a 15 cmHg son inferiores que cuando la operación se realiza a una TMP de consigna de 23 cmHg, alcanzando velocidades de 0,012 y 0,005 cmHg/s, respectivamente cuando se aplica únicamente retrolavado. La TMP_0, de igual forma, aumenta significativamente con la presión de consigna.

Adicionalmente, con respecto a los valores de TMP_i obtenidos y contrariamente a lo que sucedía en los experimentos estudiados en el apartado anterior, se aprecia un aumento significativo de este parámetro a medida que Φ disminuye. De esta forma, cuando se utiliza relax como único método de limpieza (Φ=0), los valores obtenidos de TMP_i fueron de 16,7 y 10,22 cmHg al trabajar a TMP_{sp} de 23 y 15 cmHg, respectivamente. Este comportamiento pone de manifiesto que el giro del módulo por si mismo no es capaz de eliminar el ensuciamiento residual, siendo necesario combinar esta estrategia de limpieza con etapas de retrolavado, con el fin de facilitar que la capa de ensuciamiento externa se despegue de la superficie de la membrana y eliminar parcialmente el ensuciamiento interno de los poros.

Todos los factores estudiados permiten deducir que el ciclo de limpieza no solo es capaz de despegar una mayor cantidad de partículas adheridas al módulo de membrana cuanto menor es la TMP_{sp}, sino que también resulta más fácil redispersar la materia, por lo que esta no quedará suspendida en las proximidades de la membrana volviendo a depositarse en cuanto la filtración comience de nuevo (Vera et al., 2015).

Comparando los resultados obtenidos en el conjunto de experimentos realizados, se ha observado que, a pesar de que el mejor rendimiento en cuanto a la limpieza de la membrana es el obtenido para Φ=1, el modo de operación óptimo es Φ=0,67. Esta discrepancia se debe a que la mejora obtenida en la velocidad de ensuciamiento y el flujo neto de permeado al aumentar en 10 segundos el tiempo de retrolavado no es significativa (Tablas 4.4 y 4.5), y al establecer un tiempo de relax se somete a la bomba reversible a un menor estrés.

Tabla 4. 4 Características de los ciclos ante diferentes relaciones de Φ para presión de consigna 23 cmHg

Φ	Duración	J_{net}	TMP_i	TMP_0	R_f
	min	L/hm^2	cmHg	cmHg	cmHg/s
1	12,84 ± 0,36	6,58 ±0,04	6,11 ± 0,38	18	0,012
0,67	8,47 ± 0,7	6,43 ± 0,12	8,32 ± 0,6	18,9	0,017
0,33	4,66 ± 0,35	6,25 ± 0,12	10,83 ± 0,59	20,1	0,026
0	2,24 ±0,14	6,54 ± 0,07	16,69 ± 0,43	22,5	0,05

Tabla 4. 5 Características de los ciclos ante diferentes relaciones de Φ para presión de consigna 15 cmHg

Φ	Duración	J_{net}	TMP_i	TMP_0	R_f
	min	L/hm^2	cmHg	cmHg	cmHg/s
1	17,73 ± 1,53	6,97 ± 0,08	6,1 ± 0,26	10,50	0,005
0,67	13,01 ± 1,39	6,95 ± 0,11	6,15 ±0,37	11,00	0,009
0,33	6,21 ± 0,27	6,67 ± 0,05	7,27 ± 0,45	12,00	0,022
0	2,61 ± 0,37	6,7 ± 0,15	10,22 ± 0,36	13,10	0,035

4.2.2 Efecto de la presión y Φ en las limpiezas

De forma análoga al estudio de las limpiezas presentado en el epígrafe 4.1.2., para determinar la cantidad de materia re-dispersada, se reprodujo el proceso de limpieza física en 1,2 L de agua destilada para cada una de las diferentes condiciones de Φ ensayadas con anterioridad. Para ello, previamente se ensució la membrana con las suspensiones anaerobias hasta alcanzar los valores de TMP_{sp} definidas.

En la figura 4.9 se puede apreciar que el aumento de la presión conlleva la redispersión de una mayor cantidad de sólidos durante la limpieza física. Esto se debe a que la cantidad de materia que se deposita sobre la superficie de la membrana hasta alcanzar la TMP_{sp} mayor, es también mayor. A medida que Φ disminuye, también lo hacen los sólidos depositados en la membrana, pero esta disminución es menos acusada para la presión de consigna menor, pasando de 345 a 117 mg/L cuando la TMP_{sp} es 23 cmHg y de 293 a 120 mg/L cuando la TMP_{sp} es 15 cmHg si se comparan la limpieza manual con aquella en la que Φ es cero. Esto implica que, a medida que se disminuye el tiempo de retrolavado durante la limpieza, la eficacia en la eliminación de sólidos es menor cuando se trabaja a presiones de consigna más altas.

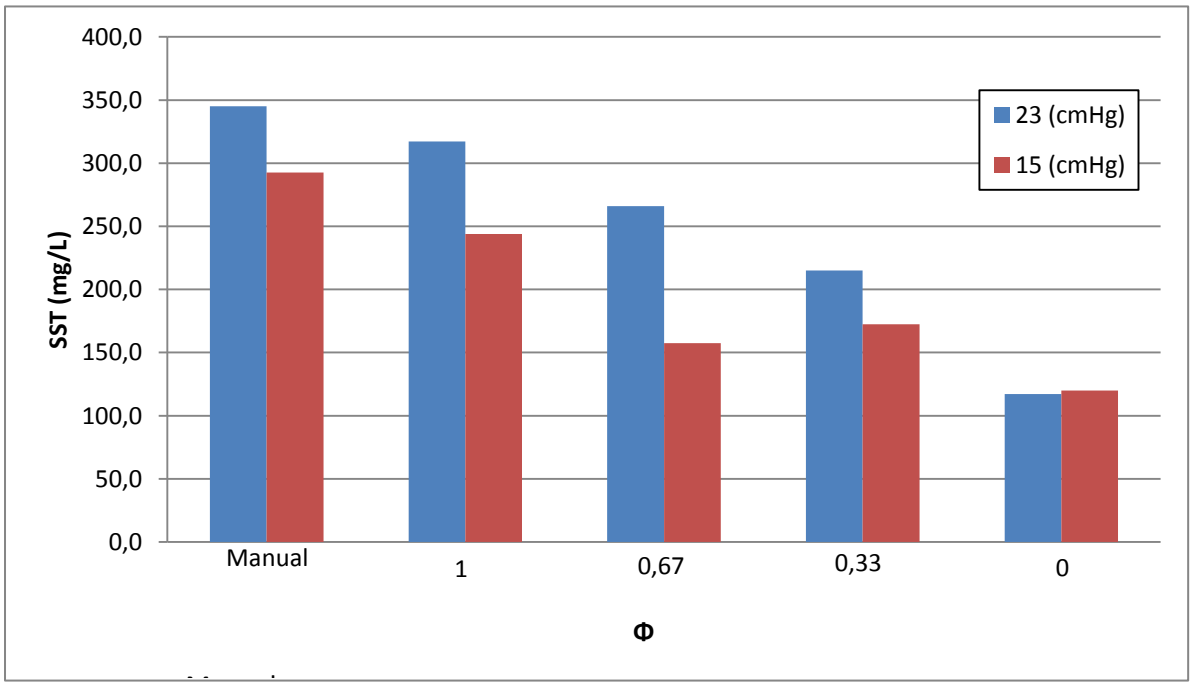

Figura 4.9 Análisis de los SST retirados de la membrana en las limpiezas realizadas con diferentes relaciones de Φ

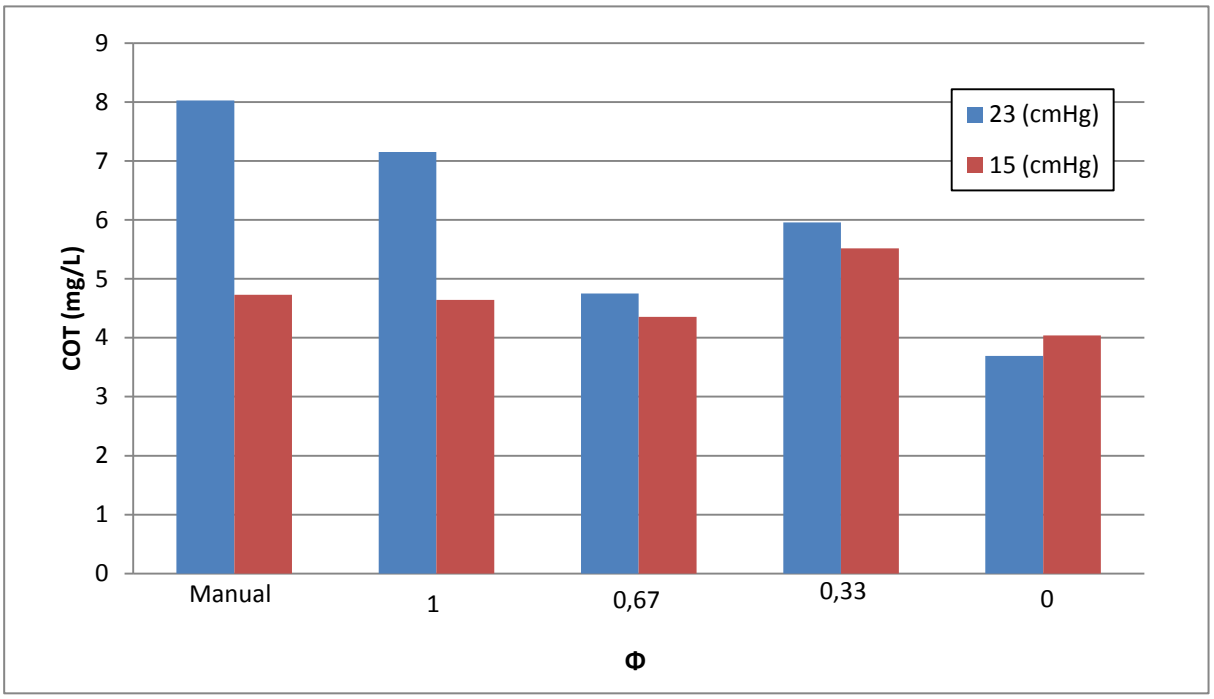

Figura 4. 10 Análisis del COT tras las limpiezas realizadas con diferentes relaciones de Φ

Por otra parte, tal y como cabría esperar, una disminución del tiempo de retrolavado supone también la disminución de la cantidad de sólidos redispersados, variando entre aproximadamente 300 y 120 mg/L al reducir el tiempo de retrolavado de 30 a 0 segundos. Esto demuestra que este método de limpieza de la membrana solamente resulta ser verdaderamente eficaz si se combinan retrolavado y giro.

El efecto de las diferentes relaciones de retrolavado-relax ensayadas, sin embargo, no es tan acusado en relación a la eliminación de COT aunque se puede apreciar en la figura 4.10 la existencia de una tendencia, ya que disminuye su concentración de 8 a 4 y de 5 a 4 mg/L al operar a 23 y 15 cmHg, respectivamente.

4.3 Análisis de la operación en continuo

4.3.1 Evolución del flujo neto de permeado y la presión transmembrana

Con el objeto de evaluar la eficacia de las limpiezas físicas basadas en la combinación de ciclos de retrolavado/relax con la rotación del módulo de membranas en experimentos de larga duración, se hizo uso de un AnMBR a escala laboratorio que operó en continuo durante aproximadamente 450 horas. Para ello, y en base a los ensayos previos de filtrabilidad, se decidió operar con un valor de TMP_{sp} de 15 cmHg. Además, a lo largo del desarrollo experimental se mantuvieron los valores de J y J_{bw} en 8 y 30 L/hm^2, respectivamente. Cada limpieza física tuvo una duración total de 30 s en las que se conservó en todo momento la rotación del módulo de membranas. A su vez, el retrolavado se aplicó durante los primeros 20 s, seguido de 10 s de relax.

Las figuras 4.11 y 4.12 muestran los resultados experimentales de J_{net} y TMP_i obtenidos para diferentes valores de ω (180, 260 y 340 rpm). Para ello, la velocidad de giro se modificó una vez que el sistema se estabilizó en cada una de las diferentes condiciones ensayadas.

Debido a que el valor de J_{net} tiene en cuenta las etapas de retrolavado y relax, es un parámetro que permite evaluar la productividad del sistema en función del caudal real de permeado producido. Tal y como se refleja en la figura 4.11, el sistema tardó aproximadamente 50 horas en estabilizarse debido a que se partió de membrana limpia, lo que justifica los elevados valores de J_{net} obtenidos al comienzo del desarrollo experimental. Sin embargo, durante las siguientes 100 h, en las que el valor de ω se mantuvo a 180 rpm, J_{net} permaneció constante ($J_{net} \approx 4{,}5$ L/hm^2). Posteriormente, se observó cómo los sucesivos aumentos de ω permitieron incrementar los valores de productividad del sistema, llegándose a alcanzar valores próximos a 7 L/hm^2 cuando la velocidad de giró empleada en las limpiezas fue de 360 rpm.

En base a los resultados obtenidos en los experimentos de filtrabilidad, este comportamiento se puede asociar a una mejor redispersión del ensuciamiento durante los ciclos de limpieza como consecuencia de un aumento de la turbulencia

en las inmediaciones de la superficie del módulo de membranas. A su vez, se logra disminuir los valores de TMP_0 y R_f, aumentando la duración de los ciclos de filtración y disminuyendo el número de ciclos de limpieza necesarios.

Adicionalmente, cabe destacar que a pesar de operar bajo condiciones de filtración frontal, los valores de productividad obtenidos fueron similares a los obtenidos habitualmente en sistemas AnMBR con recirculación continua de gas (Gouveia et al., 2015). Este hecho pone de manifiesto la eficacia de las limpiezas físicas en la configuración R-HFM, lo que conlleva una reducción significativa del consumo energético de la planta.

Finalmente, a partir de los valores de TMP_i obtenidos se puede observar en la Figura 4.12 como valores de ω de 180 rpm son suficientes para evitar un aumento y posterior consolidación del ensuciamiento residual, sin que un incremento de la velocidad de giro suponga una mejora en TMP_i. De esta forma, los valores de TMP_i obtenidos se mantuvieron próximos a los de los experimentos realizados en batch ($TMP_i \approx 5{,}5$ cmHg).

Estos resultados, son contrarios a los alcanzados en estudios previos realizados en la línea de Tratamiento y Reutilización de Aguas de la ULL con sistemas AnMBR operados en continuo que hacían uso de burbujeo de gas y en los que sí se observó un aumento progresivo del ensuciamiento residual (Vera et al., 2014), poniendo nuevamente de manifiesto la eficacia de las limpiezas físicas con giro.

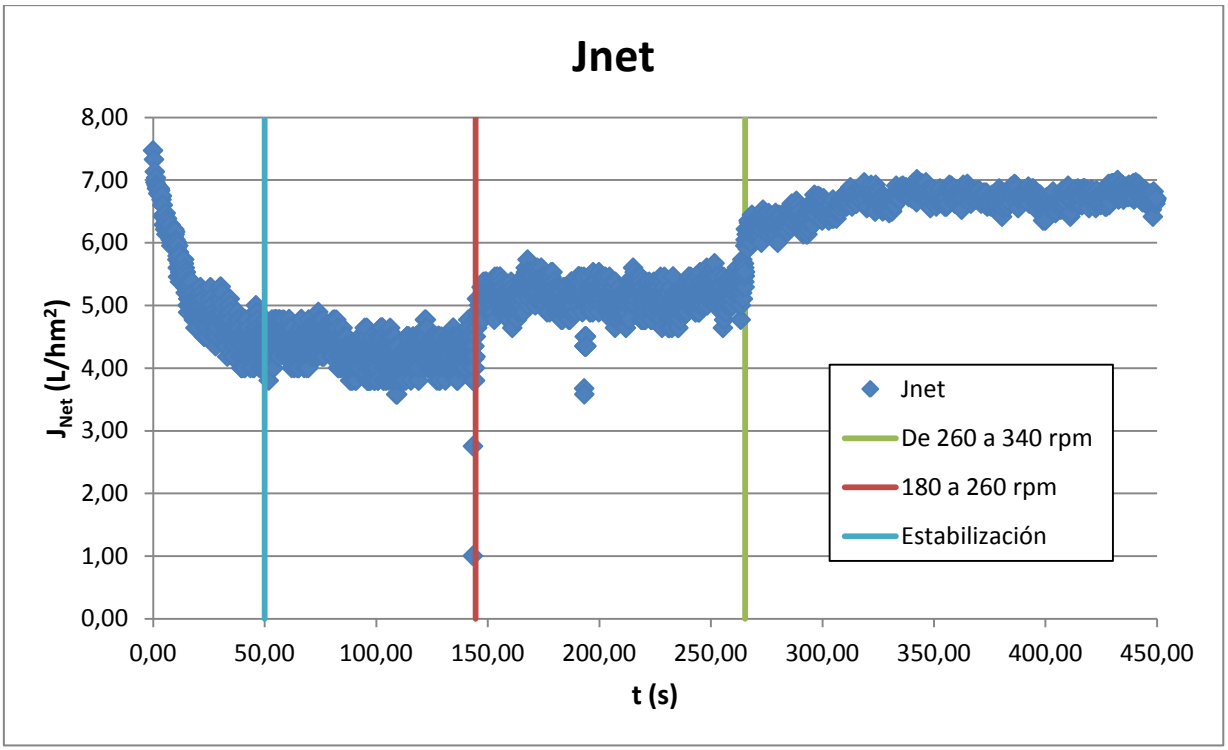

Figura 4. 11 Evolución del flujo neto de permeado durante la operación en continuo

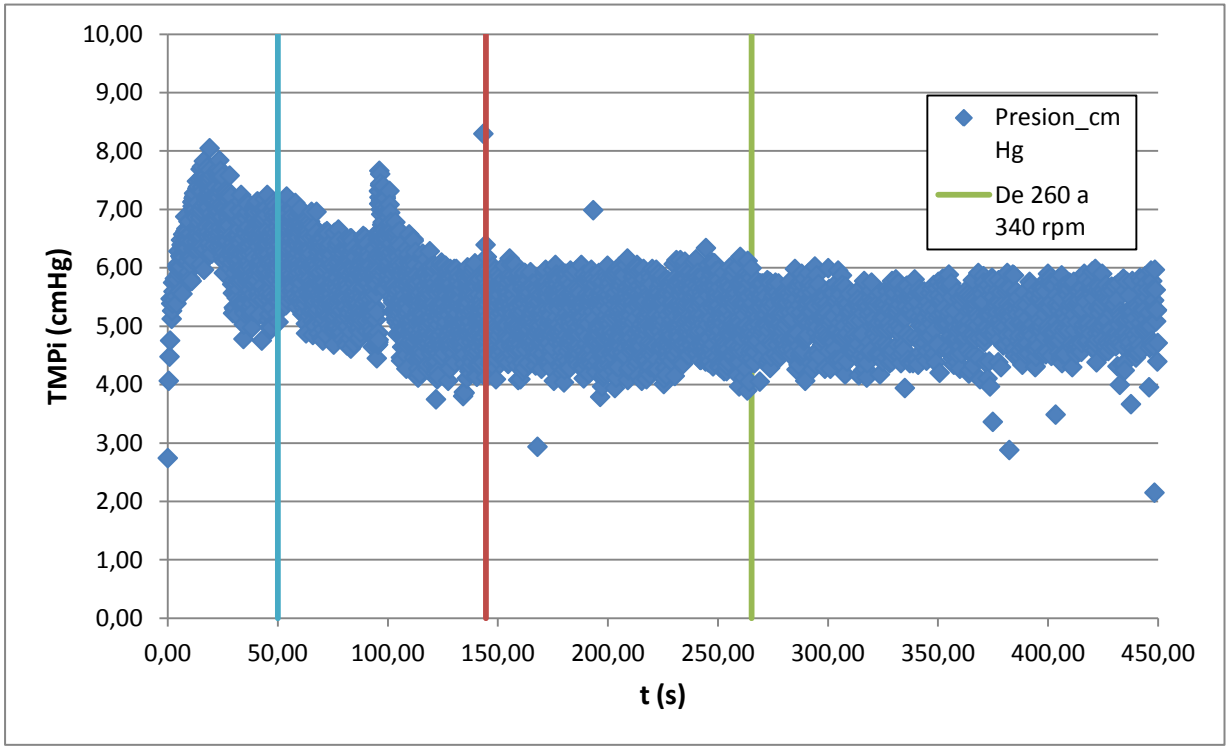

Figura 4. 12 Evolución de la TMPi durante la operación en continuo

4.3.2 Caracterización de la biomasa y rendimiento de depuración del AnMBR

A lo largo de la operación en continuo del AnMBR el tiempo de residencia hidráulico del reactor se mantuvo constante en 31 horas retirándose licor mezcla del reactor únicamente para realizar las analíticas pertinentes (300 mL por semana). La Tabla 4.6 recoge los valores de los parámetros analizados para caracterizar la biomasa durante el periodo experimental.

Tabla 4.6 Características del licor mezcla del interior del biorreactor

		LICOR MEZCLA BIORREACTOR	
		Promedio	**Desviación estándar**
SST	mg/L	7999,06	846,03
SSV	mg/L	6308,98	708,32
SST/SSV	%	78,87	3,08
μ	cp	3,96	0,16
DTP d(0,5)	μm	26,91	1,51
α		0,23	0,07
Turbidez del sobrenadante	NTU	2085,5	29,8
TTF	min	10,96	0,25

En las tres semanas de experimentación en continuo, la suspensión mostró un comportamiento estable, donde la concentración de SST se mantuvo alrededor de 8 g/L. En base al contenido en volátiles, tal y como era de esperar, se puede afirmar que la biomasa es el principal constituyente del licor mezcla del reactor. Por su parte, se obtuvieron valores medios de distribución de tamaño de partícula similares a los obtenidos en sistemas AnMBR empleados en la depuración de aguas residuales de origen doméstico (Gouveia et al., 2015). Estos valores, que por lo general son bajos en comparación con los obtenidos en sistemas aerobios, son indicativos de una presencia significativa de partículas no floculadas en el seno de la suspensión, lo que explicaría los elevados valores de turbidez del sobrenadante y los valores de TTF obtenidos. Adicionalmente, un factor determinante a controlar durante el proceso de depuración, es la relación entre la alcalinidad intermedia y la total (α). El valor de este parámetro no debe ser superior a 0,3, para evitar

problemas de acidificación en el seno del AnMBR, tal y como recogen Soto et al. (1993), condición que se cumplió en todo momento durante el desarrollo experimental y que se vio favorecida por el contenido en bicarbonatos del agua residual alimentada al sistema (Tabla 4.7).

Adicionalmente, la Tabla 4.1 muestra los valores promedio y las desviaciones estándar de los principales parámetros físico-químicos del permeado obtenido tras el proceso de filtración, que puede ser comparado con el agua alimentada caracterizada en el apartado “Materiales y métodos” (Tabla 3.3).

En términos de depuración, si se comparan las características de la alimentación con las del permeado, se obtuvieron reducciones en DQO_t próximas al 50%, similares a loa obtenidos por Lin et al. (2013) cuando la carga orgánica de la alimentación es baja. No obstante, atendiendo al COT, estos rendimientos disminuyeron hasta un 38%, lo que pone de manifiesto la presencia de materia coloidal y soluble que no puede ser retenida por la membrana. Por su parte, el valor de pH no sufrió variaciones significativas, manteniéndose entre 7 y 8 en todo momento. Además, durante el proceso de depuración se lograron reducir los sulfatos en aproximadamente el 75% y no se observó eliminación de nutrientes, lo que es típico de sistemas AnMBR.

Finalmente, el permeado obtenido presentó valores de turbidez que se mantuvieron próximos a 4 NTU, por debajo de los límites impuestos en el REAL DECRETO 1620/2007, de 7 de diciembre, por el que se establece el régimen jurídico de la reutilización de las aguas depuradas en España. Además, y como era de esperar como consecuencia del uso de membranas de ultrafiltración, el permeado se mantuvo libre de sólidos en suspensión. Sin embargo, la posibilidad de reutilizar el permeado queda condicionada a su contenido en microorganismos.

Tabla 4. 7 Características del permeado obtenido durante la operación en continuo

		PERMEADO	
		Promedio	**Desviación estándar**
pH		7,45	0,22
N-NH_3	mg/L	66,02	7,36
TOC	mg/L	53,22	21,83
DQO	mg/L	221,22	54,28
Turbidez	NTU	4,27	3,28
SO_4^{2-}	mg/L	6,97	2,78
PO_4^{3-}	mg/L	28,24	4,81
NO_3^-	mg/L	0,45	0,46
NO_2^-	mg/L	0,01	0,04

CONCLUSIONES

5. Conclusiones

Los estudios desarrollados en el marco del presente TFG han demostrado la viabilidad de operar de forma sostenible biorreactores de membranas anaerobios (AnMBR) a temperatura ambiente para tratar aguas residuales de origen doméstico mediante el uso de estrategias de limpieza basadas en el giro del módulo de filtración durante los ciclos de retrolavado/relax. A partir de dichos estudios es posible formular las siguientes conclusiones:

- La turbulencia generada por la rotación de la membrana durante los ciclos de retrolavado permite eliminar y redispersar la materia adherida a la superficie de la membrana más eficazmente que cuando se utiliza burbujeo de gas.
- La eficacia de las limpiezas físicas mejora con un aumento de la velocidad de giro, si bien es cierto que existe un valor de ω mínimo por debajo del cual la rotación no tiene efecto significativo sobre el ensuciamiento.
- La redispersión y eliminación de materia particulada se ven favorecidas con la velocidad de rotación del módulo de membranas, sin embargo este comportamiento es menos acusado cuando se trata de materia coloidal y soluble.
- Cuando se hace uso de la rotación del módulo de membranas durante los ciclos de retrolavado, se consigue recuperar el 100% de la permeabilidad inicial de la membrana tras aplicar el protocolo de limpieza. Sin embargo, cuando se emplea burbujeo de gas, el porcentaje disminuye a valores próximos al 70% posiblemente como consecuencia de fenómenos de "*clogging*" o "*sludging*".
- Un incremento de la TMP_{sp} favorece la compactación de la materia depositada sobre la superficie de la membrana durante los ciclos de filtración, disminuyendo la eficacia de las limpiezas físicas. Esto se traduce en mayores velocidades de ensuciamiento y un menor flujo neto de permeado.
- Un aumento de Φ conduce a mayores duraciones de los ciclos de filtración. La rotación del módulo de membrana cuando se emplearon valores de Φ inferiores a 0,67 no permitió eliminar y redispersar el ensuciamiento de la membrana, dando como resultado elevados valores de TMP_i.

- Estrategias basadas en la rotación del módulo de membranas (ω=180 rpm) durante los ciclos de retrolavado/relax (Φ=0,67) permitieron la operación sostenible del AnMBR en continuo, previniendo la aparición de ensuciamiento residual y alcanzando valores de productividad de 7 L/hm^2
- El biorreactor de membranas anaerobio (AnMBR) evaluado a escala laboratorio y temperatura ambiente, permitió degradar parcialmente la materia orgánica presente en aguas residuales domésticas. Durante la experimentación se alcanzaron rendimientos medios de depuración en términos de DQO y COT de un 50 % y un 38 %, respectivamente. Además, se obtuvieron valores de turbidez y sólidos suspendidos inferiores a los límites impuestos en el RD 1620/2007.

5.1 Conclusions

The studied carried out for this TFG have shown the viability of sustainable operation of anaerobic membrane bioreactors (AnMBR) at room temperature for wastewater treatment by using cleaning strategies based on the rotation of the membrane module during backwashing/relax. Form those studies, the following may be concluded:

- Shear stress promotion by membrane rotation during backwashing cycles allows fouling removal and re-dispersation more effectively than using gas-sparging.
- The efficiency of physical cleaning improves when rotational speed is increased. However, there is a minimum ω value below which rotation has not significant effect on fouling removal.
- Particulate matter re-disperstion and removal are favored by membrane module rotational speed. However, this effect is less pronounced while talking about soluble and colloidal matter.
- When membrane rotation is applied during backwashing, the recovery of 100% of the initial membrane permeability is achieved after cleaning protocol. Nevertheless, when gas-sparging is used, this percentage decreases to 70% due to clogging and sludging phenomena

- TMP_{sp} increase favours the compaction of material deposited on the membrane surface during filtration cycles, decreasing physical cleaning efficiency. This leads to higher fouling rates and lower permeates net flux.
- The increase of Φ leads to higher filtration cycle durations. Membrane module rotation when values of Φ lower than 0.67 were used, doesn't allow fouling removal and re-dispersation leading to higher values of TMP_i.
- Cleaning strategies based on membrane rotation (ω=180 rpm) during backwashing/relax cycles (Φ=0.67) allowed the sustainable continuous operation of the AnMBR, preventing the formation of residual fouling and reaching productivity values of 7 L/hm^2.
- The anaerobic membrane bioreactor (AnMBR) studied at lab-scale and room temperature, allowed the partial degradation of organic matter present in domestic wastewater. During experimentation depuration average yield of 50% and 38% were reached in terms of DQO and TOC respectively. Moreover, turbidity and total suspended solids values lower than those imposed by the RD 1620/2007 were obtained.

BIBLIOGRAFÍA

6. Bibliografía

American Public Health Association (APHA), (2005) American Water Works Association (AWWA) & Water Environment Federation (WEF): Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21st Edition.

Angelidaki, I., Sanders, W. (2004) Assessment of the anaerobic biodegradability of macropolluants. *Reviews in Environmental Science and Bio/Technology*, 3, 117-129

Asano, T., Burton, F., Leverenz, H., Tsuchihashi, R., Tchobanoglous, G. (2006) Water Reuse. Issues, Technologies and Applications. 1st ed., Metcalf &Eddy, Mc Graw-Hill. New York.

B.G. Fulton, J. Redwood, M. Tourais, P.R. Bérubé, (2011) Distribution of surface shear forces and bubble characteristics in full-scale gas sparged submerged hollow fiber membrane module, Desalination 281, 128–141.

Chan, Y. J., Chong, M. F., Law, C. L., & Hassell, D. G. (2009). A review on anaerobic–aerobic treatment of industrial and municipal wastewater. Chemical Engineering Journal, 155(1–2), 1-18.

Delgado Díaz, Sebastián N.; Rodríguez Gómez, Luis Enrique; Vera Peña, Luisa María; Díaz González, Fernando; Rodríguez Sevilla, Juan; Alvarez Díaz, Manuel F.; Martel Rodríguez, Gilberto. (2006) Estudios canarios: Anuario del Instituto de Estudios Canarios, Issue 50, pp.819-828A review on anaerobic–aerobic treatment of industrial and municipal wastewater.

Delgado, S., Villarroel, R., González, E. (2008). Effect of shear intensity on fouling in submerged membrane bioreactor for wastewater treatment. Journal of Membrane Science, 311, 173-181.

García, G; Huete, E; Torres, A; Martínez, LC. (2010). Reutilización de agua depurada mediante reactores biológicos de membrana (MBR). Tecnología del Agua 319, 34-39.

Gouveia, J., Plaza, F., Garralon, G., Fdz-Polanco, F., & Peña, M. (2015). Long-term operation of a pilot scale anaerobic membrane bioreactor (AnMBR) for the treatment

of municipal wastewater under psychrophilic conditions.Bioresource Technology, 185, 225-233.

IDAE (Instituto para la Diversificación y Ahorro Energético); 2007, Biomasa: Digestores anaerobios ISBN-13: 978-84-96680-21-0

Iglesias. R. (2014) Guía técnica para la implantación de biorreactores de membrana. ISBN13: 978-84-96680-21-0

ine.es. (2016). *INEbase / Agricultura y medio ambiente / Agua*. [online] URL: http://www.ine.es/dyngs/INEbase/es/categoria.htm?c=Estadistica_P&cid=1254735976602 [Accessed 10 Jun. 2016].

Jaffrin, Michael Y. (2008). Dinamic shear-enhanced membrane filtration: A review of rotating disks, rotating membranes and vibrating systems. Journal of Membrane Science, 324, 7-25.

Jeison, D., van Lier, J. B. (2007). Cake formation and consolidation: Main factors governing the applicable flux in anaerobic submerged membrane bioreactors (AnSMBR) treating acidified wastewaters. *Separation and Purification Technology, 56*(1), 71-78.

Jenkins, S.R.; Morgan, J.M.; Sawyer, C.L. (1983) Measuring anaerobic sludge digestion and growth by a simple alkalimetric titration Journal of Water Pollution Control Federation, 55, 448–453

Judd, S. (2011) The MBR book: Principles and Applications of Membrane Bioreactors for water and wastewater treatment, second edition ISBN: 978-0-08-096682-3

Jules B. van Lier,(2008) Biological Wastewater Treatment: Principles, Modelling and Design ISBN: 1843391880

L. Vera, E. González, I. Ruigómez, J. Gómez, S. Delgado (2015) Analysis of backwashing efficiency in dead-end hollow-fibre ultrafiltration of anaerobic suspensions, Env. Sci. Pollut. Res. 22, 16600–16609

Le-Clech, P. (2010). Membrane bioreactors and their uses in wastewater treatments. *Applied Microbiology & Biotechnology, 88*(6), 1253-1260.

Le-Clech, P., Chen, V., & Fane, T. A. G. (2006). Fouling in membrane bioreactors used in wastewater treatment. *Journal of Membrane Science, 284*(1–2), 17-53

Lin, H., Peng, W., Zhang, M., Chen, J., Hong, H., & Zhang, Y. (2013). A review on anaerobic membrane bioreactors: Applications, membrane fouling and future perspectives. *Desalination, 314*, 169-188

Michael H. Gerardi, (2003) The microbiology of Anaerobic Digester, 1ª edición

N.G., Love; Henriques, I. D. S.; Holbrook, R. D., Kelly II, R. T. (2005). The impact of floc size on respiration inhibition by soluble toxicants—a comparative investigation. *Water Research, 39*(12), 2559-2568.

Real Decreto 1620/2007, de 7 de diciembre, por el que se establece el régimen jurídico de la reutilización de las aguas depuradas. BOE núm. 294

Ruigómez, I., Vera, L., González, E., González, G., & Rodríguez-Sevilla, J. (2016). A novel rotating HF membrane to control fouling on anaerobic membrane bioreactors treating wastewater. *Journal of Membrane Science, 501*, 45-52.

Smith, A. L., Stadler, L. B., Love, N. G., Skerlos, S. J., & Raskin, L. (2012). Perspectives on anaerobic membrane bioreactor treatment of domestic wastewater: A critical review. *Bioresource Technology, 122*, 149-159.

Smith, P. J., Vigneswaran, S., Ngo, H. H., Ben-Aim, R., & Nguyen, H. (2006). A new approach to backwash initiation in membrane systems. *Journal of Membrane Science, 278* (1–2), 381-389.

Soto, M.; Mendez, R. and Lema, J.M. (1993) Methanogenic and non-methanogenic activity tests. Theoretical basis and experimental set up. Water Research, vol. 27, no. 8, p. 1361-1376.

Tchobanoglous G., Burton F. (1995) Wastewater Engineering: Treatment, Disposal and Reuse, 3rd ed., McGraw Hill Inc., New York.

Vera L., González E., Ruigómez I., Gómez J., Delgado S. (2015) Analysis of backwashing efficiency in dead-end hollow-fibre ultrafiltration of anaerobic suspensions, Env. Sci. Pollut. Res. 22, 16600–16609

Vera L., Ruigómez I., González E., Bodelón P., Rodríguez-Sevilla J. (2014) Biorreactores de membrana anaerobios para tratamiento de aguas residuales domésticas: estudio preliminar. Avances en Ciencias e Ingeniería 5(4), 1-15

Villarroel, R., Delgado, S., González, E., & Morales, M. (2013). Physical cleaning initiation controlled by transmembrane pressure set-point in a submerged membrane bioreactor. *Separation and Purification Technology, 104*, 55-63.

Wang, Z., Ma, J., Tang, C. Y., Kimura, K., Wang, Q., & Han, X. (2014). Membrane cleaning in membrane bioreactors: A review. *Journal of Membrane Science, 468*, 276-307.

Yang, W., Cicek, N., & Ilg, J. (2006). State-of-the-art of membrane bioreactors: Worldwide research and commercial applications in north america. *Journal of Membrane Science, 270* (1–2), 201-211.