



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO**

---

**PROGRAMA DE MAESTRÍA Y DOCTORADO EN INGENIERÍA**

**INSTITUTO DE INGENIERÍA**

**IMPLEMENTACIÓN DE UNA ESTRATEGIA DE  
FILTRACIÓN OPTIMIZADA EN UN BIORREACTOR CON  
MEMBRANAS SUMERGIDAS**

**T E S I S**

PARA OBTENER EL GRADO DE

**MAESTRO EN INGENIERÍA (AMBIENTAL)**

P R E S E N T A :

**JUAN LUIS SANDOVAL REYES**

TUTOR:

**DR. GERMÁN BUTRÓN MÉNDEZ**

AGOSTO DE 2009



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

---

## **JURADO ASIGNADO:**

Presidente: DRA. GEORGINA FERNÁNDEZ VILLAGÓMEZ  
Vocal: DR. GERMÁN BUITRÓN MÉNDEZ  
Secretario: DR. GERMÁN CUEVAS RODRÍGUEZ  
1er suplente: M.I. ANA ELISA SILVA MARTÍNEZ  
2do suplente: DR. ALEJANDRO VARGAS CASILLAS

Esta tesis fue realizada en el Laboratorio de Investigación en Procesos Avanzados de Tratamiento de Aguas de la Unidad Académica Juriquilla del Instituto de Ingeniería de la UNAM.

TUTOR DE TESIS:

---

Dr. Germán Buitrón Méndez.



**INSTITUTO  
DE INGENIERÍA  
UNAM**

La investigación fue financiada mediante el proyecto 46093Y de CONACYT y CN-08-163 de UC MEXUS.

Se agradece al CONACYT por la beca otorgada durante la realización de la tesis.

---

*A mi familia*  
*Gracias por todo su apoyo, cariño y amor*  
*Estoy orgulloso de ustedes*

---

## Agradecimientos

Al Dr. Germán Buitrón Méndez, por su valiosa asesoría y apoyo en la realización de este trabajo de investigación y por contribuir en mi formación profesional.

A la Dra. Georgina Fernández Villagómez, M.I. Ana Elisa Silva Martínez y al Dr. Germán Cuevas Rodríguez, por sus valiosas aportaciones y asesoría que contribuyeron a fortalecer este trabajo de investigación y enriquecieron mi formación académica.

Se agradece el apoyo técnico brindado en el laboratorio por el M.B. Jaime Pérez Trevilla y la M.C. Gloria Moreno Rodríguez.

Un especial agradecimiento al apoyo, asesoría y ayuda incondicional del Dr. Alejandro Vargas Casillas.

A la Universidad Nacional Autónoma de México, al Instituto de Ingeniería y al CONACYT por contribuir y apoyar en mi formación académica.

A todos mis compañeros del LIPATA y de la maestría, por sus consejos y ayuda en los momentos buenos y difíciles que acontecieron durante este trabajo de investigación.

A todos

**GRACIAS**

---

## ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE TABLAS .....	iii
ÍNDICE DE FIGURAS .....	iv
Abreviaturas .....	vi
Resumen .....	7
1. Introducción.....	9
2. Objetivos.....	11
2.1.  Objetivo general.....	11
2.2.  Objetivos específicos.....	11
2.3.  Hipótesis .....	11
2.4.  Alcances.....	11
3. Antecedentes.....	12
3.1.  Tratamiento biológico de aguas residuales industriales tóxicas .....	12
3.1.1.  Vía metabólica para la degradación del 4-clorofenol.....	13
3.2.  Tecnología de membranas .....	15
3.2.1.  Terminología empleada en la tecnología de membranas.....	16
3.2.2.  Aplicaciones y clasificación de los procesos de membranas.....	17
3.2.3.  Paso de materiales a través de la membrana.....	20
3.2.4.  Colmatación de las membranas.....	21
3.2.4.1.  Bioensuciamiento .....	22
3.2.5.  Factores que afectan la colmatación.....	23
3.2.5.1.  Diseño del módulo de membranas.....	24
3.2.5.2.  Condiciones de operación en los reactores con membranas .....	25
3.2.6.  Control de la colmatación de las membranas .....	26
3.2.6.1.  Limpieza física .....	26
3.2.6.2.  Limpieza química .....	28
3.3.  Reactores con membranas .....	31
3.4.  Métodos de limpieza aplicados para controlar la colmatación en biorreactores con membranas .....	32
4. Metodología.....	36
4.1.  Estrategia experimental .....	36
4.2.  Agua residual modelo.....	37
4.3.  Reactor piloto: biorreactor discontinuo secuencial con membranas sumergidas (MSBR).....	38
4.3.1.  Montaje experimental.....	39
4.4.  Inóculo y aclimatación de los microorganismos.....	40
4.4.1.  Estrategia de aclimatación .....	41
4.5.  Estrategia de operación en el reactor discontinuo secuencial con membranas sumergidas.....	43
4.5.1.  Estrategia de control de tiempo óptimo dirigida por eventos (ED-TOC).....	43
4.5.2.  Estrategia de filtración óptima .....	46
4.5.3.  Diagramas de flujo del filtrado, limpieza del módulo de membranas y la combinación de la estrategia ED-TOC con filtración óptima .....	48
4.6.  Métodos analíticos.....	51
5. Resultados y discusión .....	52
5.1.  Aclimatación.....	52
5.1.1.  Evolución de los microorganismos durante la aclimatación .....	58
5.1.2.  Tasa específica de degradación de sustrato .....	59
5.2.  Operación del reactor discontinuo secuencial con membranas sumergidas.....	60

---

5.2.1. Condiciones de operación del reactor discontinuo secuencial con membranas sumergidas.....	60
5.2.2. Aplicación de la estrategia de control de tiempo óptimo dirigida por eventos (ED-TOC).....	61
5.2.3. Aplicación de la estrategia de filtración óptima.....	64
5.2.4. Combinación de las estrategias ED-TOC y filtración óptima .....	67
5.2.5. Comparación entre las estrategias .....	69
5.2.5.1. Comparación en función del tiempo de reacción .....	69
5.2.5.2. Comparación en función de la calidad del efluente.....	70
5.3. Operación del reactor a largo plazo con la combinación de la estrategia ED-TOC con filtración óptima .....	71
5.3.1. Tiempo de regeneración .....	74
5.3.2. Calidad del efluente durante la operación del reactor con la combinación de las estrategias .....	75
6. Conclusiones.....	81
7. Referencias .....	82
8. Publicaciones .....	88



---

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 3.1. Remoción de contaminantes de acuerdo al tipo de proceso de membrana	18
Tabla 3.2. Clasificación de los procesos de membrana	19
Tabla 3.3. Limpieza preferente	30
Tabla 3.4. Aplicaciones típicas de la tecnología de membranas en reactores biológicos	32
Tabla 3.5. Aplicaciones de métodos físicos de limpieza en MBR	34
Tabla 3.6. Aplicaciones de métodos químicos de limpieza en MBR	35
Tabla 4.1 Concentración de nutrientes dentro del reactor	37
Tabla 4.2 Condiciones de operación en aclimatación	41
Tabla 5.1. Duración de las fases del SBR	52
Tabla 5.2 Condiciones de operación	61
Tabla 5.3. Duración de las fases del SBR	62
Tabla 5.4. Comparación de la calidad del efluente entre las estrategias	70

---

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 3.1. Vía metabólica de degradación aerobia del 4-CF .....	14
Figura 3.2. Diagrama conceptual de un sistema de separación por membranas .....	15
Figura 3.3. Intervalos de aplicación de los procesos de membrana.....	18
Figura 3.4. Curva representativa del flux y la PTM en función del tiempo de filtración .....	21
Figura 3.5. Mecanismos de bioensuciamiento en biorreactores con membranas.....	22
Figura 4.1. Diagrama de la estrategia experimental .....	37
Figura 4.2. Equipamiento del reactor.....	40
Figura 4.3. Gráfica de la lectura en línea del oxígeno disuelto que permite el cálculo de su pendiente y da el principio de funcionamiento de la estrategia de tiempos variables .....	42
Figura 4.4. Curva de comportamiento tipo Ley de Haldane .....	44
Figura 4.5. Estrategia ED-TOC .....	46
Figura 4.6. Seguimiento de la PTM y el flux durante el tiempo de filtración para controlar la aplicación óptima de retro-lavados durante la filtración .....	47
Figura 4.7. Diagrama de la dirección del flujo .....	49
Figura 4.8. Diagrama de flujo del controlador automático de la combinación de ED-TOC con la estrategia de filtración óptima .....	50
Figura 5.1. Comportamiento del oxígeno disuelto y eliminación del 4-CF en función del tiempo de reacción .....	54
Figura 5.2. Cinéticas de degradación del sustrato en función del tiempo de reacción .....	55
Figura 5.3. Absorbancia del metabolito en función del tiempo de reacción.....	56
Figura 5.4. Tiempo necesario para degradar el 4-CF en función del ciclo de operación .....	57
Figura 5.5. Evolución de la concentración de la biomasa y la duración de la reacción en función del ciclo de operación durante la aclimatación.....	58
Figura 5.6. Evolución de la tasa específica de degradación de sustrato en función del ciclo de operación.....	59
Figura 5.7. Ejemplo de operación común con la estrategia ED-TOC .....	63
Figura 5.8. Aplicación de la estrategia ED-TOC.....	64
Figura 5.9. PTM y flux en función de la prueba, aumentando paulatinamente la succión entre una prueba y otra.....	65
Figura 5.10. Ciclo de operación con la estrategia de filtración óptima .....	66
Figura 5.11. Flux y PTM en función del ciclo de operación con la estrategia óptima de filtración .....	66
Figura 5.12. Ciclo de operación con la combinación de las estrategias.....	68
Figura 5.13. Evolución de la PTM y el flux con respecto al ciclo de operación en el reactor con la combinación de las estrategias.....	69
Figura 5.14. Comparación de la duración del ciclo entre la estrategia de filtración óptima y la combinación de ED-TOC más filtración óptima.....	70
Figura 5.15. Volumen, PTM, flux y $\gamma$ en función del tiempo en el reactor operado con la combinación de las estrategias .....	72
Figura 5.16. Variación de la PTM y el flux en función del ciclo y del tiempo de total de operación del MSBR.....	73
Figura 5.17. Variación de la PTM con respecto al tiempo de operación para el cálculo de la tasa de colmatación.....	75
Figura 5.18. Concentración de 4-CF en el influente y el efluente para calcular la eficiencia de remoción en función del ciclo de operación .....	76

---

Figura 5.19. COT en el influente y efluente en función del ciclo de operación.....	77
Figura 5.20. Análisis de la distribución normal del COT en el efluente.....	77
Figura 5.21. Cinética de producción del metabolito en función del tiempo de reacción .....	78
Figura 5.22. Metabolito en el influente y efluente en función del ciclo de operación .	79
Figura 5.23. Análisis de distribución normal de la turbidez en el efluente.....	80

---

## Abreviaturas

COT	Carbono orgánico total
DBO	Demanda biológica de oxígeno
ED-TOC	Estrategia de Control de Tiempo Óptimo Dirigida por Eventos
g	Gramos
h	Horas
kDa	Kilodalton
$K_{La}$	Coefficiente de transferencia de oxígeno en masa
kPa	Kilopascal
L	Litros
m	Metros
MBR	Biorreactor con membranas
min	Minutos
mg	Miligramos
MSBR	Biorreactor discontinuo secuencial con membranas
NF	Nanofiltración
nm	Nanómetros
OD	Oxígeno disuelto
OI	Ósmosis inversa
PTM	Presión transmembrana
$q_x$	Tasa específica de degradación de sustrato
S	Concentración de sustrato
$S^*$	Concentración óptima de sustrato
SBR	Reactor discontinuo secuencial
$S_{max}$	Concentración de sustrato que causa inhibición
$S_{min}$	Concentración de sustrato limitante
SST	Sólidos suspendidos totales
SSV	Sólidos suspendidos volátiles
UF	Ultrafiltración
UNF	Unidades nefelométricas de turbidez
V	Volumen
$\mu$	Tasa de degradación de sustrato
$\mu m$	Micrómetros
	Tasa de consumo másico de oxígeno
*	Tasa óptima de consumo másico de oxígeno
4-CF	4-clorofenol

---

## Resumen

El enfoque de este trabajo fue la degradación biológica de aguas residuales con compuestos tóxicos en un biorreactor con membranas sumergidas, lo cual involucró la combinación de dos tecnologías: la tecnología de membranas y los reactores discontinuos secuenciales (SBR, por sus siglas en inglés). La degradación biológica de los contaminantes orgánicos se llevó a cabo en un biorreactor por medio de microorganismos adaptados y la separación de los mismos, del agua tratada se efectuó por medio de una membrana.

Con la finalidad de simular un agua residual industrial tóxica, se trabajó con agua residual sintética que contenía el compuesto orgánico tóxico 4-clorofenol (4-CF), ya que se trata de un compuesto comúnmente encontrado aguas residuales industriales.

El objetivo de este trabajo fue implementar una estrategia de control para solucionar dos problemáticas principales, la degradación biológica de aguas residuales industriales con compuestos tóxicos y la colmatación de las membranas. Para la estrategia de control se tomaron como base dos estrategias previamente desarrolladas. La estrategia de control de tiempo óptimo dirigida por eventos (ED-TOC) (Moreno *et al.*, 2006), estrategia que ha sido aplicada con éxito en reactores SBR para controlar la inhibición de los microorganismos, evitando los picos de concentración y manteniendo la tasa de degradación cercana a su valor máximo. Por otro lado estuvo la estrategia de filtración óptima que controla la colmatación a través de la aplicación óptima de retro-lavados y aumenta el rendimiento de las membranas (Vargas *et al.*, 2008).

La primera parte de la experimentación consistió en probar cada una de las estrategias por separado y posteriormente hacer una comparación. Los resultados obtenidos muestran que al combinar las estrategias (ED-TOC + filtración óptima) se redujo la duración del ciclo en un 20% con respecto a la estrategia de filtración óptima, logrando un efluente de mayor calidad al compararlo con el obtenido con la estrategia ED-TOC. Esto mostró el potencial de la combinación de las estrategias para ser aplicado en el control del biorreactor. El siguiente paso fue estudiar la estrategia por periodos más largos de operación para evaluar su viabilidad a largo plazo.

---

Durante la operación a largo plazo el reactor trabajó por 42 días. La colmatación fue controlada a través de la aplicación óptima de retro-lavados usando el flux permeado como variable de control. Sin embargo, esta técnica no es 100% efectiva, ya que a pesar de ser aplicada la presión transmembrana (PTM) continúa aumentando a una tasa de colmatación de 0.013 kPa/h e hizo que después de 31 días de operación alcanzara un valor crítico, tal que tuvo que realizarse primer lavado químico. La calidad del efluente fue excelente logrando eficiencias de remoción mayores al 95% como 4-CF, 99% como COT; el 99% de las muestras tuvieron una turbidez menor a 0.6 UTN (unidades de turbidez nefelométricas).

## 1. Introducción

La tendencia mundial en tratamiento de aguas residuales es desarrollar e implementar tecnologías que brinden mayor calidad en el efluente, aumenten su capacidad de tratamiento, disminuyan los costos de operación, demanden el mínimo espacio y reduzcan el tiempo de tratamiento, además de que se adapte a las necesidades del medio.

En cuanto al tratamiento de aguas residuales industriales, la problemática que se presenta se debe a: la variabilidad del agua residual de un giro industrial a otro, la presencia de compuestos tóxicos (ya que provocan inhibición de los microorganismos) y los picos de concentración (debidos a un aumento repentino de la concentración del compuesto tóxico en el influente). Los efectos inmediatos de esta problemática son la baja eficiencia de remoción del compuesto, que es el principal reto a vencer en la aplicación de tratamientos biológicos para aguas residuales tóxicas.

En este estudio se trabajó con un agua residual sintética contaminada con 4-clorofenol (4-CF) y complementada con nutrientes: se eligió este compuesto orgánico, porque sus características tóxicas son conocidas y ha sido comprobado, en estudios, que el 4-CF es un compuesto inhibitorio para los microorganismos y comúnmente es encontrado aguas residuales de origen industrial (Moreno-Andrade *et al.*, 2006; Parson y Commandeur, 1990).

Por otro lado, la degradación fue realizada en un reactor discontinuo secuencial con membranas sumergidas. Se decidió emplear esta tecnología debido a las diversas ventajas que se obtienen, si se compara con los procesos de tratamiento tradicionales, como son: la compactación del proceso, la mayor calidad del efluente, la flexibilidad de operación y el hecho de que se puede llegar hasta el reúso del agua *in situ* (Marrot *et al.*, 2004).

Con la aplicación de la tecnología de filtración con membranas es común que se presenten problemas de colmatación o ensuciamiento de la membrana, cuyos efectos son: la disminución del flux (el volumen permeado por unidad de área membrana por

unidad de tiempo, usualmente medido en  $L/m^2/h$ ) y el aumento de los costos, tanto operacionales como derivados de la limpieza y reemplazo de la membrana.

Los dos problemas principales a superar en este trabajo fueron: por una parte la degradación biológica de aguas residuales industriales con compuestos tóxicos y, por otra, la colmatación de las membranas. Esto hace evidente la necesidad de desarrollar estrategias de control que optimicen la degradación del 4-CF y la filtración del módulo de membranas, obteniendo así un sistema de tratamiento eficaz que logre remover el compuesto y aumentar el rendimiento del módulo de membranas.

La tesis se encuentra dividida en los siguientes capítulos: En la *Introducción* se presenta una breve historia del surgimiento de los reactores que emplean filtración con membranas y la justificación de este trabajo de investigación. En los *Antecedentes* se incluye información existente sobre el tratamiento de aguas residuales industriales tóxicas, en particular aquellas contaminadas con el compuesto 4-CF, los reactores discontinuos secuenciales y la tecnología de membranas. El capítulo de *Objetivos* presenta el objetivo general y los objetivos específicos, al igual que la hipótesis y los alcances de esta tesis. En la *Metodología* se describen los materiales y métodos empleados en esta investigación. En el capítulo de *Resultados y Discusión* en una primera etapa se muestran los resultados de la aclimatación de la biomasa, para posteriormente presentar la estrategia de operación del reactor para cumplir con los objetivos planteados. Finalmente, se presentan las *Conclusiones* que se desprenden de este trabajo de investigación.



## **2. Objetivos**

### **2.1. Objetivo general**

Implementar una nueva estrategia de filtración optimizada en un biorreactor discontinuo secuencial con membranas sumergidas para el tratamiento de efluentes tóxicos a nivel laboratorio.

### **2.2. Objetivos específicos**

- a) Obtener un consorcio microbiano aclimatado para la degradación del compuesto tóxico 4-clorofenol (4-CF).
- b) Implementar una estrategia de control que logre las condiciones óptimas de operación en el reactor, en cuanto a la degradación del compuesto tóxico y la filtración de la membrana.

### **2.3. Hipótesis**

La implementación de estrategias óptimas para el filtrado y control de la tasa de degradación lograrán aumentar el rendimiento de las membranas en los reactores con membranas sumergidas.

### **2.4. Alcances**

Implementación de la estrategia de filtración en un reactor discontinuo secuencial con membranas sumergidas a nivel laboratorio, para la degradación de agua residual sintética contaminada con 4-CF.

### **3. Antecedentes**

#### **3.1. Tratamiento biológico de aguas residuales industriales tóxicas**

Por su naturaleza, las aguas residuales industriales varían en características y generación dependiendo del giro industrial que se trate y el proceso de producción de la fábrica. Esto provoca que sean de difícil degradación por métodos biológicos de tratamiento tradicionales, en los que se obtienen bajas eficiencias y elevados tiempos de retención. Cabe destacar que la mayoría de los contaminantes pueden ser removidos biológicamente siempre y cuando se cuente con un consorcio microbiano aclimatado para la degradación de los contaminantes y estos métodos continúan siendo más económicos respecto al tratamiento químico.

Las aguas residuales industriales comúnmente pueden contener compuestos químicos sintetizados por el hombre, conocidos como xenobióticos, y que por sus características son de difícil degradación. Cuando este tipo de compuestos entran en contacto con un consorcio microbiano, que no está aclimatado para su degradación, el proceso se ve afectado inmediatamente disminuyendo su eficiencia y aumentando los tiempos de degradación. Esto se debe a la ausencia de microorganismos con la capacidad de degradar el contaminante, a las condiciones desfavorables para la degradación biológica (pH, temperatura, disponibilidad de nutrientes), ó bien, a la inhibición microbiana por la concentración de sustrato.

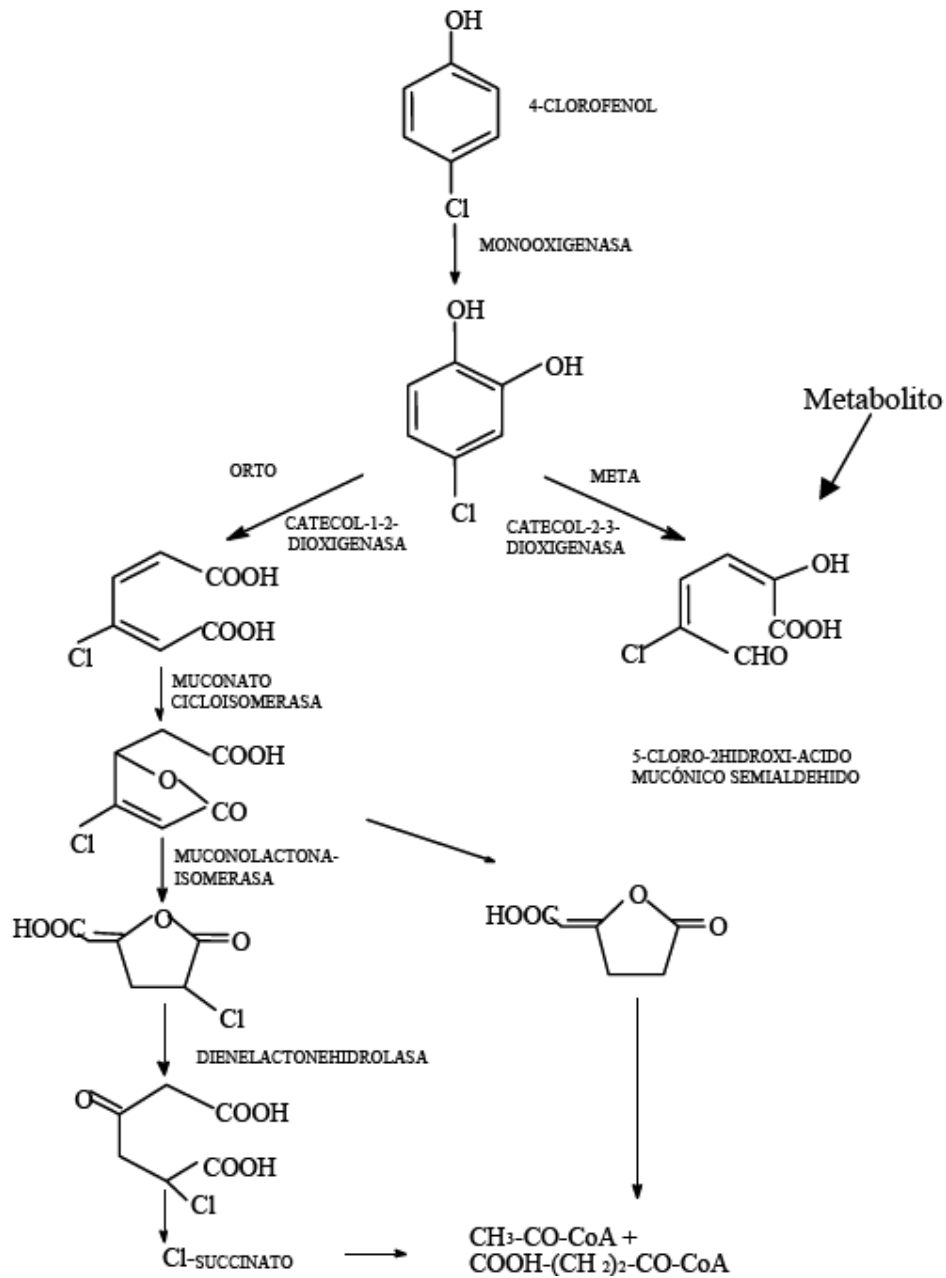
En este estudio se trabajó con agua residual modelo contaminada con 4-clorofenol (4-CF) un compuesto orgánico tóxico y xenobiótico que se encuentra en estado sólido cristalino de color blanco a amarillento. Es generado durante la cloración del agua, la cloración durante el proceso de blanqueo de la pulpa del papel y por la ruptura de herbicidas fenólicos. Se ha comprobado que el 4-CF es un compuesto inhibitorio para los microorganismos y es comúnmente encontrado en aguas residuales provenientes de las industrias químicas y petroquímicas, textil, resinas sintéticas, fibras sintéticas, hules,

adhesivos, agroquímicos, pigmentos y colorantes, farmacéutica, plásticos y polímeros, papel y celulosa, siderúrgica, eléctrica y electrónica (Moreno-Andrade, 2006).

Sin embargo, si se obtiene un consorcio de microorganismos aclimatadas para emplear el 4-CF como fuente de carbono y energía se pueden lograr velocidades de degradación en un rango de 35 a 40 mg4-CF/gSSV\*h (Moreno-Andrade *et al.*, 2004; Erkan *et al.*, 2007; Moreno-Andrade, 2006).

### **3.1.1. Vía metabólica para la degradación del 4-clorofenol**

La vía metabólica para la degradación del 4-CF se esquematiza en la figura 3.1 y es la siguiente (Parson y Commandeur, 1990): primeramente las bacterias oxidan el clorofenol a clorocatecol para después romper el anillo bencénico. La ruptura del anillo puede darse en la posición orto: es decir el anillo se rompe entre los dos grupos hidroxilo del catecol, transformando el compuesto en ácido cloromucónico y finalmente se pierde el cloro para la degradación del compuesto. O bien, la ruptura se puede dar en la posición meta, donde el rompimiento se da al lado de uno de los grupos hidroxilo, generando un metabolito conocido como ácido 5-cloro-2-hidroxi ácido mucónico semialdehído, el cual es un compuesto inhibitorio para los microorganismos. Generalmente esta última vía de degradación es seguida si la biomasa se encuentra en estrés (por picos de concentración, ayuno, falta de oxígeno) y su efecto es una disminución en la eficiencia de remoción del compuesto. Este metabolito produce una coloración amarillenta al agua tratada que indica visualmente la acumulación del mismo en el medio.



**Figura 3.1.** Vía metabólica de degradación aerobia del 4-CF  
 Fuente: Parson y Commandeur (1990)

### 3.2. Tecnología de membranas

En el tratamiento biológico de aguas residuales usualmente el agua tratada es separada de los microorganismos por decantación. Sin embargo, en los años sesenta la tecnología de membranas surgió como una nueva alternativa de separación. En un sentido amplio, una membrana puede ser definida como una barrera física al flujo de materia en suspensión, partículas coloidales o especies disueltas en cualquier solvente. Son delgadas películas de compuestos orgánicos o inorgánicos, capaces de separar los componentes de un fluido en función de sus propiedades físico-químicas, cuando se aplica una fuerza directora a través de la misma (presión).

Los procesos de membrana tienen un sitio por el cual se ingresa una corriente y otro sitio de salida. Al agua que entra al proceso se le ha denominado como “agua de alimentación”, la que pasa a través de la membrana se le designa como “permeado”. En algunos casos las membranas tienen un segundo sitio de salida que es para el flujo de agua que no pasa a través de la membrana y que va acumulando solutos nombrado apropiadamente “concentrado” (figura 3.2) (Metcalf y Eddy, 2003; Silva *et al.*, 2004)



**Figura 3.2.** Diagrama conceptual de un sistema de separación por membranas ( $P1 > P2$ )  
Fuente: Silva *et al.* (2004)

### 3.2.1. Terminología empleada en la tecnología de membranas

La terminología relacionada con los procesos de filtración que emplean membranas involucra muchos términos importantes. En los párrafos siguientes se definen los términos que tendrán aplicación en este trabajo.

El **permeado** es el agua limpia producto del filtrado con la membrana obtenido después del tratamiento biológico; también es conocido como efluente.

Cuando se habla del desempeño de las membranas, los parámetros por los que es afectado son: el flujo por unidad de área de membrana (flux) y la presión transmembrana (PTM), buscando siempre obtener el mayor flux, ó bien, un flux específico para una PTM dada (en la que es mejor obtener la menor PTM) (Liao *et al.*, 2004).

El **flux (J)** o tasa de permeado es la tasa volumétrica de flujo o fluido que pasa a través de la membrana por unidad de área y por unidad de tiempo, y se puede expresar como:

$$\text{flux} [L/m^2 \cdot h] = \frac{\text{flujo de permeado} [L/h]}{\text{área superficial de la membrana} [m^2]} \quad \text{Ecuación (3.1)}$$

El **flux crítico** es definido como el límite de permeado en litros por m<sup>2</sup> de área de membrana por hora (L/m<sup>2</sup>/h) a partir del cual se presenta un aumento considerable en la velocidad de colmatación de la membrana. Es decir, el sistema se encuentra por debajo del flux crítico cuando conforme avanza el tiempo no existe un aumento en la PTM, manteniéndose prácticamente constante. Se está operando por arriba del flux crítico cuando la PTM no se mantiene constante por mucho tiempo para cada etapa de flux permeado, lo cual da como resultado un incremento rápido en la acumulación de agentes que producen colmatación.

El flux crítico depende del transporte de materiales a través de la membrana, la turbulencia generada por el flujo de agua o aire, así como las interacciones soluto-membrana (Le-Clech *et al.*, 2006).

Se dice que a condiciones de operación por debajo del flux crítico puede no ocurrir colmatación, ó bien ocurre un grado mínimo de colmatación, por lo que se puede considerar que la PTM y el flux permeado se mantienen constantes. En la práctica se busca operar siempre debajo del flux crítico.

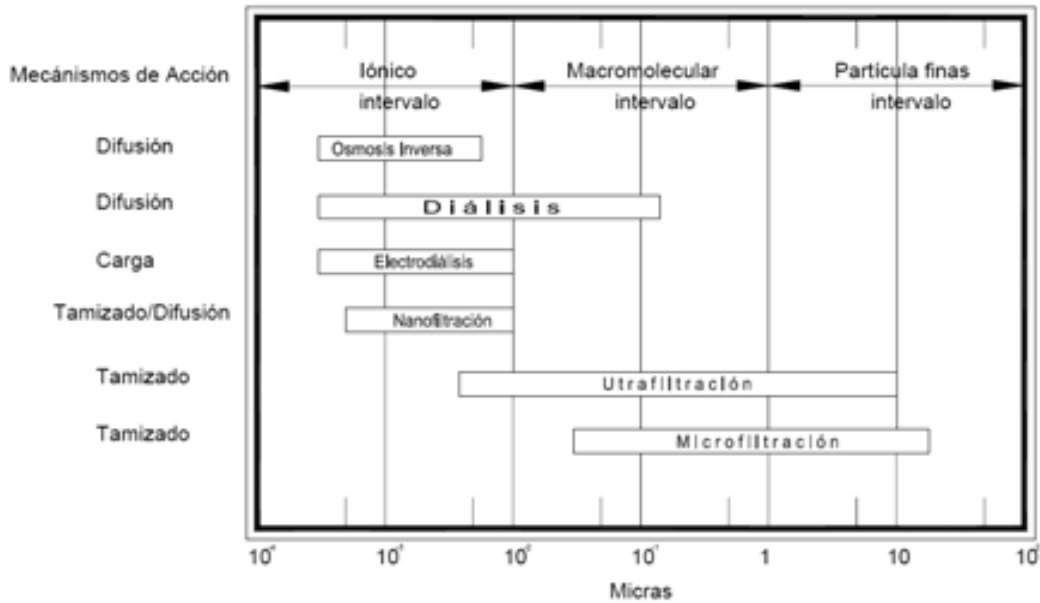
En general el flux a través de la membrana está asociado a una fuerza de presión que le proporciona una dirección al líquido. Esta presión está asociada a dos componentes: una presión estática a un flux de permeado cero, y a una presión dinámica con flux de permeado (Van der Roest *et al.*, 2002). Con estas dos presiones la PTM puede determinarse de la siguiente manera:

$$PTM [kPa] = \text{presión estática} [kPa] - \text{presión dinámica} [kPa] \quad \text{Ecuación (3.2)}$$

La **permeabilidad** es obtenida al dividir el flux entre la PTM dando como resultado la tasa específica de flujo a través de un área específica de la membrana a una presión particular.

### 3.2.2. Aplicaciones y clasificación de los procesos de membranas

Los procesos de membrana que se aplican con mayor frecuencia al tratamiento de agua potable y aguas residuales son: la ósmosis inversa (OI), la nanofiltración (NF), la ultrafiltración (UF) y la microfiltración (MF) (Silva *et al.*, 2004). La selección de la membrana depende básicamente de la calidad de agua que se desee en el efluente; es decir, aunque los procesos de ósmosis inversa, ultrafiltración y microfiltración son conceptualmente procesos similares, la diferencia en el tamaño del poro (o el diámetro aparente del poro) produce variaciones muy importantes en el empleo de las membranas, como se ilustra en la figura 3.3. (Baker, 2004).



**Figura 3.3.** Intervalos de aplicación de los procesos de membrana  
 Fuente: Silva *et al.* (2004)

Las membranas son aplicadas para remover contaminantes específicos que son encontrados en aguas residuales como los mostrados en la tabla 3.1.

**Tabla 3.1.** Remoción de contaminantes de acuerdo al tipo de proceso de membrana\*

Contaminante	Tecnología de Membranas				Comentarios
	MF	UF	NF	OI	
Materia orgánica		√	√	√	
Dureza			√	√	
Metales pesados			√	√	
Nitratos			√	√	
Contaminantes orgánicos prioritarios		√	√	√	
Compuestos orgánicos sintéticos			√	√	
Sólidos disueltos totales (SDT)			√	√	
Sólidos suspendidos totales (SST)	√	√			SST son removidos por pretratamiento para NF y OI
Bacterias	√**	√	√	√	Usados para desinfección con membranas. Removidos con pretratamiento para NF y OI con MF y UF
Esporas y quistes de protozoos y huevos de helminto	√	√	√	√	
Virus			√	√	Usados para desinfección con membranas

Fuente: Metcalf y Eddy (2003)

\*Las tasas específicas de remoción pueden depender de la composición y la concentración del contaminante en el agua residual.

\*\* Desempeño variable.



Su aplicación tiene la finalidad de separar, concentrar o purificar componentes de un proceso. De manera importante, se aplican en la potabilización del agua de fuentes de abastecimiento contaminadas (Silva *et al.*, 2004).

Los procesos de membrana pueden clasificarse de diferentes formas incluyendo: (1) el material de la membrana, (2) la naturaleza de la fuerza directora, (3) el mecanismo de separación, y (4) el tamaño del material separado. Las características generales de los procesos de membrana incluyendo los rangos de operación se presentan en la tabla 3.2.

**Tabla 3.2.** Clasificación de los procesos de membrana

Proceso	Fuerza directora (PTM)	Mecanismo típico de separación	Tamaño de poro	Rango típico de operación	Descripción del permeado	Materiales comúnmente removidos
Microfiltración (MF)	Diferencia de presión hidrostática o vacío en recipientes abiertos	Tamiz	Macroporos (mayores a 50 nm)	0.08-2.0	Agua con solutos disueltos	SST, turbidez, esporas o quistes de protozoos, algunas bacterias y virus
Ultrafiltración (UF)	Diferencia de presión hidrostática	Tamiz	Mesoporos (2-50 nm)	0.005-0.2	Agua con pequeñas moléculas	Macromoléculas, coloides, la mayoría de las bacterias, algunos virus y proteínas
Nanofiltración (NF)	Diferencia de presión hidrostática	Tamiz más solución/difusión más exclusión	Microporos (menores a 2 nm)	0.001-0.01	Agua con moléculas muy pequeñas, soluciones iónicas	Moléculas pequeñas, algo de dureza y virus
Ósmosis inversa (OI)	Diferencia de presión hidrostática	Solución/difusión más exclusión	Densa (menores a 2 nm)	0.0001-0.001	Agua con moléculas muy pequeñas, soluciones iónicas	Moléculas muy pequeñas, color, dureza, sulfatos, nitratos, sodio y otros iones
Diálisis	Diferencia de concentración	Difusión	Mesopores (2-50 nm)	-	Agua con pequeñas moléculas	Macromoléculas, coloides, la mayoría de las bacterias, algunos virus y proteínas
Electrodiálisis	Fuerza electromotriz	Intercambio iones con membranas selectivas	Microporos (menores a 2 nm)	-	Agua con soluciones iónicas	Iones de sal ionizados

Fuente: Metcalf y Eddy (2003)

### 3.2.3. Paso de materiales a través de la membrana

La separación en los procesos de membrana se da por tres mecanismos: la exclusión por tamaño (filtración), la difusión y la electrodiálisis.

**Exclusión por tamaño (filtración).** La separación ocurre debido a que uno de los materiales es rechazado (filtrado) por algunos de los poros en la membrana a través de los cuales otros materiales pueden pasar (Baker, 2004).

**Difusión.** Es el proceso mediante el cual la materia es transportada de una parte a otra del sistema por un gradiente de concentración. La dirección del transporte de los materiales va de la menor a la mayor concentración (Baker, 2004). Por lo tanto, para que la membrana actúe como un dispositivo útil de separación, debe transportar algunas moléculas más rápidamente que otras.

**Electrodiálisis.** Tiene que ver con la carga de repulsión: la membrana presenta cargas eléctricas, por lo tanto pueden llevar cualquier compuesto cargado positiva o negativamente y separarlo por exclusión o iones de la misma carga.

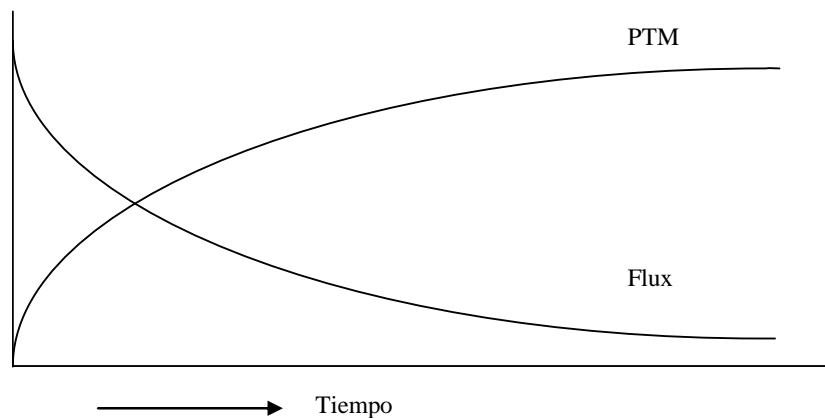
Finalmente, el rendimiento en la separación depende de las diferencias en la permeabilidad de la membrana para los diversos componentes (Silva *et al.*, 2004). La capacidad de una membrana es medida por el paso de partículas de peso de corte molecular relativo medido en Daltons, es decir indica el peso molecular de los solutos que son retenidos en un 95 a 99% por la membrana. El pH y la fuerza iónica de la solución afectan el tamaño, forma y flexibilidad de un soluto y con ello se limita su rechazo. Más aún, múltiples trabajos hacen referencia a la retención de iones de peso molecular de corte inferior al definido por el tamaño de poro de la membrana.

### 3.2.4. Colmatación de las membranas

La colmatación es un efecto que resulta de la deposición de partículas y materiales biológicos sobre y dentro de los poros de las membranas cuyos efectos son su deterioro y la disminución del flux permeado conforme aumenta el tiempo de filtración. Se han identificado cuatro potenciales categorías: (1) acumulación de partículas sedimentables (coloides); (2) crecimiento de microorganismos sobre la membrana (bioensuciamiento); (3) componentes orgánicos (materia orgánica natural) y; (4) componentes inorgánicos (minerales) (Cornelissen *et al.*, 2006; Liao *et al.*, 2004; Zondervan *et al.*, 2007).

La colmatación afecta la eficiencia, disminuye el flux, e incrementa los costos debidos a la necesidad de la limpieza o reemplazo de las membranas en los reactores con membranas (Sombatsompop *et al.*, 2006).

En la práctica los efectos de la colmatación se ven reflejados en una pérdida paulatina del flux y el aumento de la PTM conforme aumenta el tiempo de filtrado (Liao *et al.*, 2004); esto se puede observar en la figura 3.4.

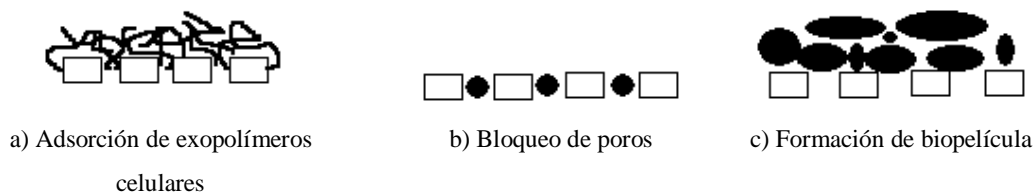


**Figura 3.4.** Curva representativa del flux y la PTM en función del tiempo de filtración

Dados los problemas y costos relacionados con la colmatación es importante la implementación de estrategias para reducir y/o prevenir este fenómeno con la mayor eficiencia posible.

### 3.2.4.1. Bioensuciamiento

Está relacionado con la interacción de los sólidos biológicos (microorganismos y productos extracelulares) con la membrana, lo que permite la formación de biopelículas o la acumulación de exopolímeros celulares (carbohidratos, proteínas, polisacáridos, DNA, lípidos y sustancias húmicas) sobre la superficie o en los poros de la membrana (Liao *et al.*, 2004; Xiao-Mao *et al.*, 2008). Este fenómeno usualmente está acompañado con la acumulación de partículas inorgánicas, lo que provoca que el proceso de colmatación se acelere (Cornelissen *et al.*, 2006). Por lo tanto, el bioensuciamiento en los reactores biológicos se puede clasificar en tres tipos: formación de biopelícula, adsorción de exopolímeros celulares y el bloqueo de los poros por pequeñas moléculas (figura 3.5.) (Sombatsompop *et al.*, 2006).



**Figura 3.5.** Mecanismos de bioensuciamiento en biorreactores con membranas  
Fuente: Liao *et al.* (2004)

La formación de biopelículas proporciona protección a sus miembros, lo cual dificulta la limpieza de las membranas, ya que se crean regiones inaccesibles durante el lavado. Los agregados biológicos dejan una huella residual de exopolímeros celulares, lo cual facilita que la biomasa crezca y se adhiera más rápidamente a la superficie de la membrana provocando la rápida regeneración de la biopelícula (Le-Clech *et al.*, 2006).

Algunas estrategias desarrolladas para el control del bioensuciamiento incluyen: periodos de relajación, retro-lavados, limpieza química, y la posible manipulación de las condiciones hidrodinámicas y las propiedades del lodo (Liao *et al.*, 2004), las cuales se describen con más detalle en el apartado 3.2.6.

### 3.2.5. Factores que afectan la colmatación

Todos los parámetros involucrados en el diseño y operación de los procesos que emplean membranas influyen en la colmatación de las mismas. La compleja interacción entre estos parámetros complica la percepción del problema, y por lo tanto, es esencial entender completamente los fenómenos biológicos, químicos y físicos, que ocurren en los biorreactores con membranas para evaluar que tan propenso es que se presente la colmatación y los mecanismos por los cuales se puede presentar (Le-Clech *et al.*, 2006).

Es común en los procesos de membrana determinar el grado de colmatación a través de los factores por los que es afectado, los cuales son:

- La naturaleza del agua de alimentación.
- Las propiedades físico-químicas de la biomasa.
- Las propiedades y material de la membrana (material, tamaño de poro, rugosidad, etc.).
- El ambiente hidrodinámico experimentado por la membrana.
- Las condiciones de operación del proceso (Di Bella *et al.*, 2006; Zhang *et al.*, 2006; Liao *et al.*, 2004).

Las características de la alimentación (DBO, carbón, nutrientes y variaciones de flujo) son impuestas en el reactor, pero todos los otros parámetros pueden estar controlados por el diseño o estrategias de operación.

La mayor comprensión de la estructura y composición de los materiales colmatantes determinará mejores medidas de control para prevenir su acumulación, o bien disminuir la capa de materiales formada sobre la superficie de la membrana (Le-Clech *et al.*, 2006).

La evolución de la colmatación y la irreversibilidad de la misma depende de las características del módulo de membranas y la forma de operación, lo que provee la clave del éxito del desempeño de la membrana (Zhang *et al.*, 2006).

### **3.2.5.1. Diseño del módulo de membranas**

El diseño del módulo de membranas es crucial para la operación de los procesos en los cuales se emplean, debido a su aplicación a escala experimental y real. Los diseños del módulo de membranas mayormente producidos a escala comercial son: hoja plana, fibra hueca y tubulares (Metcalf y Eddy, 2003).

Dos aspectos importantes del módulo de membrana son el material de fabricación de la membrana (su eventual manufacturado y forma) y la configuración del módulo. Estos factores, para aplicaciones reales son muy cercanos y no pueden considerarse como entidades separadas. El diseño requiere de una separación particular y el establecimiento de un mecanismo de transporte a través de la membrana; dicho mecanismo es frecuentemente limitado por el material elegido, el espesor, el tamaño del poro, etc. Estas limitaciones pueden ser acomodadas dentro de una apropiada configuración y diseño del módulo de membranas para resistir las condiciones de operación impuestas.

En todos los procesos de separación, la membrana es claramente la parte más importante del proceso. Desde entonces los materiales de las membranas han sido producidos en un amplio rango de diferentes estructuras y en diferentes formas de funcionamiento. Generalmente los materiales se pueden clasificar de la siguiente manera:

- Productos sintéticos: un vasto número de polímeros;
- Productos naturales modificados: a base de celulosa;
- Inorgánicos: cerámicos y metales.

Los materiales de la membrana idealmente deberían poseer muchas de las siguientes características para ser efectivos en la separación:

- Una apropiada resistencia química;
- Estabilidad mecánica;
- Estabilidad térmica;
- Elevada permeabilidad.

Una membrana ideal sería aquella en la cual se logre el mayor flux de permeado y la mayor retención, que sea tolerante a oxidantes como el cloro, que sea resistente al ataque biológico y a la colmatación por materiales coloidales y suspendidos, que muestre fuerza mecánica, estabilidad química, estabilidad térmica y que sea económicamente viable.

### **3.2.5.2. Condiciones de operación en los reactores con membranas**

Las condiciones de operación fijadas en el reactor de membranas tienen repercusiones sobre la colmatación. Dentro de un reactor pueden variarse: las condiciones hidrodinámicas, el tiempo de filtración, la aplicación de retro-lavados (duración y frecuencia), la temperatura, el pH, el tiempo de retención de sólidos, etc.; con la manipulación de estas variables puede disminuirse la velocidad con la que se colmata la membrana. Sin embargo, el seguimiento de la colmatación se puede hacer con sólo la medición del flux, la PTM o ambos. Debido a lo anterior, los reactores que emplean membranas pueden ser operados bajo condiciones de flux o PTM constantes, ó bien pueden ser operados variando ambos parámetros.

**Operación con PTM constante.** El flux permeado experimenta una disminución en la tasa de filtración hasta alcanzar un mínimo, que es el efecto ocasionado por la colmatación e indica la necesidad de aplicar un lavado a la membrana. La colmatación se presenta por la deposición irreversible de la fracción soluble de la biomasa en suspensión y la deposición de partículas del lodo en las capas previamente formadas (Le-Clech *et al.*, 2006).

**Operación a flux constante.** Cuando se opera con flux de permeado constante, la colmatación se presenta teniendo como efecto un fuerte incremento en la PTM. Realizando una limpieza periódica y operando bajo condiciones de flux sub-crítico se puede limitar la colmatación severa. Si se opera por periodos largos bajo condiciones de flux sub-crítico no se puede evitar por completo que la colmatación se presente.

**Operación con flux y PTM variables.** Cuando se opera bajo condiciones variables de flux y PTM, la colmatación se presenta con un aumento progresivo de la PTM y una disminución del flux permeado conforme avanza el tiempo de filtración. Esta fue la condición seleccionada para operar el biorreactor en este trabajo.

### 3.2.6. Control de la colmatación de las membranas

Las propuestas para controlar la colmatación varían de manera importante de un autor a otro. Sin embargo, básicamente se pueden englobar en métodos físicos (relajación de la membrana, retro-lavados) y químicos (agentes químicos) (Le-Clech *et al.*, 2006). La evaluación del éxito de la limpieza se puede hacer a través de una prueba con agua desionizada (Liao *et al.*, 2004).

Existe un tercer método para la limpieza de las membranas que se basa en la aplicación de cargas eléctricas. Consiste en aplicar pulsos eléctricos que provocan el movimiento de las especies cargadas (partículas y moléculas) fuera de la superficie de la membrana (Metcalf y Eddy, 2003).

A fin de lograr un mejor control de la colmatación se pueden emplear combinación de métodos tanto físicos como químicos, ya que en la práctica a veces no es suficiente sólo realizar una limpieza física, ó bien, sólo una limpieza química, dado que los agentes causantes de colmatación no son eliminados eficientemente dejando residuos de los colmatantes en la membrana que pueden dar lugar a una regeneración acelerada de la biomasa después de la limpieza. (Cornelissen *et al.*, 2006; Zhang *et al.*, 2006).

#### 3.2.6.1. Limpieza física

##### a) Control óptimo de las condiciones hidrodinámicas

Controlar las condiciones hidrodinámicas es esencial para prevenir la colmatación de la membrana, ya que ayuda a evitar la deposición y adhesión de materiales sobre la



membrana. En una planta que emplee biorreactores de membranas las condiciones hidrodinámicas se logran controlando la intensidad y tiempo de aireación (biorreactor de membranas sumergidas), ó bien la velocidad de flujo en el licor mezclado (biorreactores de separación de membrana con flujo turbulento) (Liao *et al.*, 2004; Tung-Wen *et al.*, 2008).

### **b) Retro-lavado**

Para reducir la colmatación de la membrana el método de retro-lavado es uno de los más empleados. Su finalidad es eliminar la biomasa adherida a la membrana y las partículas coloidales, este método consiste en invertir el flujo del filtrado empleando un fluido (agua o aire). El retro-lavado debe realizarse cada vez que se sobrepasen los límites establecidos en pérdida del flux o aumento en la PTM.

Cuando se emplea agua, es requerido entre un 15 a un 30% del flux permeado. El uso de aire para retro-lavado, también es un método eficiente para recobrar el flux, pero puede provocar posibles problemas como la ruptura de la membrana (Le-Clech *et al.*, 2006). Entre las estrategias de limpieza la aplicación de aire podría considerarse como una técnica rentable y ambientalmente adecuada para el control de la colmatación (Cornelissen *et al.*, 2006).

Los parámetros clave para la aplicación de retro-lavado son: su frecuencia y duración, la relación entre estos dos parámetros y su intensidad (Le-Clech *et al.*, 2006). La frecuencia y flujo del retro-lavado están relacionados con las condiciones de operación y ambientales en el biorreactor. Un retro-lavado periódico disminuye el taponamiento de los poros de la membrana (Liao *et al.*, 2004).

Se espera que se logre mayor remoción de agentes colmatantes con el incremento de la frecuencia y duración del retro-lavado; sin embargo, para su optimización se debe considerar el consumo energético y el permeado logrado. También para optimizar el proceso se puede establecer un control automático que controle la duración del retro-lavado en función de la variación de la PTM o el flux (Le-Clech *et al.*, 2006).

Sin embargo, cabe destacar que el retro-lavado no es una técnica 100% eficiente, debido a que el caudal de permeado y la presión de succión no se recuperan en su totalidad, pues las partículas en suspensión que se depositan en el interior de los poros de la membrana no son removidas totalmente por medio de esta técnica, ya que numerosos estudios comprueban que existe un tipo de colmatación que no es removida a pesar de la aplicación de este método de limpieza (Cornelissen *et al.*, 2006; Zhang *et al.*, 2006; Meng *et al.*, 2009; Zondervan *et al.*, 2007). Además el retro-lavado puede causar deterioro a la membrana y a la rigidez de la misma después de haberla sometido a esta técnica.

### c) Relajación de la membrana

La relajación de la membrana se logra a través de un filtrado discontinuo, con lo que se obtiene una mejora considerable de la productividad de la misma. Gracias a esta relajación, los materiales colmatantes reversibles se difunden fuera de la superficie de la membrana, efecto que se debe al gradiente de concentración. La eficiencia de remoción por este método puede ser mayor cuando se aplica aire durante el periodo de relajación. La relajación de la membrana permite que la filtración se mantenga por periodos más largos de tiempo antes de la necesidad de limpieza (Le-Clech *et al.*, 2006; JinlingWua *et al.*, 2008).

## 3.2.6.2. Limpieza química

Se emplean agentes de limpieza, cuya función es eliminar y en algunos casos disolver los materiales que provocan la colmatación y que se encuentran fuertemente adheridos a la superficie de la membrana o que son alojados en los poros de las mismas. Son sustancias que remueven efectivamente la materia que no es parte integral de la superficie de la membrana. Ejemplos de los agentes de limpieza son:

- Ácidos (fuertes o débiles);
- Alcalis (NaOH);
- Detergentes;

- Enzimas;
- Agentes complejos;
- Desinfectantes (biocidas).

El cloro ha sido ampliamente usado como un oxidante para la limpieza de las membranas. Es sabido que el cloro disminuye la biopelícula al reaccionar con las proteínas y los exopolímeros celulares; sin embargo no con todo tipo de membranas se puede emplear cloro (Liao *et al.*, 2004).

La efectividad de un agente de limpieza química depende de varios factores, dentro de los cuales se encuentran: el tipo de agente de limpieza, su concentración, la interferencia que pueda tener con otras sustancias, el tiempo de contacto, el pH, la temperatura de lavado, el tipo de microorganismos y su estado fisiológico. Comercialmente existen muchas mezclas disponibles para la limpieza química, las cuales emplean agentes activos como hidróxido de sodio e hipoclorito de sodio para la remoción de compuestos orgánicos, así como ácido clorhídrico y ácido cítrico para inorgánicos (Zondervan *et al.*, 2007; Le-Clech *et al.*, 2006).

Los agentes de limpieza pueden reaccionar física o químicamente con el agente que provoca la colmatación, para debilitar las fuerzas de cohesión entre estos agentes y la adhesión de los agentes sobre la superficie de membrana. Estudios realizados por Zondervan *et al.* (2007) mostraron que las reacciones posibles entre el agente que provoca la colmatación y el agente de limpieza son: hidrólisis, peptización, saponificación, solubilización, dispersión (suspensión) y quelante. De igual manera muestran que los agentes de limpieza química pueden afectar los materiales que provocan la colmatación de tres maneras:

- Posible remoción de los agentes que provocan la colmatación;
- Posible cambio de la morfología de los agentes que provocan la colmatación (aumento, compactación); y/o
- La superficie química del depósito puede ser alterada, tal que la hidrofobicidad o la carga sea modificada.

El módulo de membranas generalmente es expuesto por un periodo de varias horas al agente químico de limpieza. En algunos casos la alimentación de la planta y la circulación de burbujas son empleados para recircular el agente de limpieza a través de la membrana a elevada velocidad y baja presión de operación. Cabe destacar que no hay productos químicos genéricos que sean efectivos para recobrar el 100% del flujo a través de la membrana (Liao *et al.*, 2004).

Además de los efectos positivos entre los agentes de limpieza y los que ocasionan la colmatación, también pueden ocurrir efectos negativos en caso de elegir un inadecuado agente de limpieza, ya que el rendimiento de la membrana podría ser incluso afectado adversamente (tabla 3.3.). Los proveedores de los agentes de limpieza brindan asesoría sobre cuál agente de limpieza podría ser empleado, de acuerdo a las características de la membrana que se desea lavar (Zondervan *et al.*, 2007).

**Tabla 3.3.** Limpieza preferente

	Proteína	Glucanos	Pigmentos	Minerales	Hidrofóbicos	Almidón	Taninos	Pectina	grasa
Alcalinos	0	-	-	-	-	0	0	0	0
Ácidos	0	-	0	+	-	-	-	-	-
Surfactantes	0	0	+	-	+	0	-	0	+
Dispersión de sólidos	0	0	+	0	0	0	0	0	0
Agentes complejos	0	0	+	+	0	0	0	0	0
Enzimas	+	+	-	-	-	+	-	+	+
Oxidantes	+	+	-	-	0	+	+	+	0

(+) efecto de limpieza positivo; (-) efecto de limpieza negativo; (0) ningún efecto

Fuente: Zondervan *et al.* (2007)

La mejor manera de elegir el agente de limpieza es basándose en el conocimiento de la alimentación y la composición del agente que provoca la contaminación, pero en la mayoría de los casos es seleccionado por prueba y error. Otro criterio de selección se basa en la seguridad, la estabilidad, el precio y el tratamiento de los residuos del agente de limpieza. Especialmente el impacto del agente de limpieza en el ambiente y la membrana son importantes criterios de selección (Zondervan *et al.*, 2007).

### 3.3. Reactores con membranas

A finales de los años sesenta se implementaron los primeros reactores biológicos con membranas y emplearon las tecnologías de ultrafiltración (UF) y microfiltración (MF). La finalidad fue sustituir el tanque de sedimentación secundario del proceso convencional de lodos activados y aumentar la calidad del efluente. Sin embargo, los principales retos a vencer para el empleo de esta tecnología fueron el elevado costo de las membranas y la rápida pérdida del desempeño de las mismas debido al proceso de colmatación (Le-Clech *et al.*, 2006).

La tecnología de los reactores biológicos con membranas (MBR, por sus siglas en inglés), es la combinación de un reactor biológico (biomasa suspendida) y filtración con membranas para separar los sólidos. Pueden ser usados en tratamiento aerobio o anaerobio de biomasa suspendida (Metcalf y Eddy, 2003). Surgieron como una nueva alternativa de investigación y de aplicación comercial a escala real cuya finalidad es generar procesos menos costosos y más eficientes, así como la obligación de cumplir con estándares normativos cada vez más estrictos. Actualmente está avanzando rápidamente a nivel mundial; no obstante, se requieren desarrollar más líneas de investigación que busquen un análisis a fondo de las potencialidades de la tecnología de membranas acopladas a los reactores biológicos (Yang *et al.*, 2006; Cicek, 2003).

Los reactores que emplean membranas pueden clasificarse en dos categorías: reactores con membranas sumergidas o reactores con membranas externas. Los primeros reactores emplearon membranas externas, que tenían la desventaja de demandar gran cantidad de energía para la filtración, pero alrededor de los años ochenta se introdujo la idea de las membranas sumergidas, que disminuyó la demanda energética y llevó al desarrollo de nuevas estrategias para controlar la colmatación en los reactores con membranas sumergidas. Actualmente el empleo de membranas sumergidas comienza a ser el sistema más comúnmente utilizado para el tratamiento de aguas residuales con MBR (Liao *et al.*, 2004).

En aplicaciones industriales, la tecnología de membranas tiene diversas ventajas comparada con los procesos de tratamiento convencionales: se obtiene la compactación del proceso, una mayor calidad del efluente y se puede llegar hasta el reúso del agua *in situ* (Marrot *et al.*, 2004). Cicek (2003) señala que la retención de todo el material suspendido y una parte del material soluble dentro del reactor tiene como producto un efluente de excelente calidad, que por un lado cumple la normatividad y por otro, permite el reúso del agua. Algunas de las aplicaciones típicas de la tecnología de membranas en reactores biológicos para el tratamiento de aguas residuales se muestran en la tabla 3.4.

**Tabla 3.4.** Aplicaciones típicas de la tecnología de membranas en reactores biológicos

Aplicaciones	Reactor	Descripción
Tratamiento biológico anaerobio	Biorreactores con membranas	Las membranas son usadas para separar el agua tratada de la biomasa activa en los procesos de lodos activados. La configuración de la membrana puede ser sumergida o externa
Tratamiento biológico anaerobio	Biorreactor anaerobio completamente mezclado	Las membranas son usadas para separar el agua tratada de la biomasa activa
Tratamiento con membranas aireadas	Biorreactores con membranas aireadas	Placa, tubulares y membranas de fibra hueca son usadas para transferir oxígeno a la biomasa que se encuentra adherida en la parte exterior de la membrana
Tratamiento biológico extracción con membranas	Biorreactores de extracción con membranas	Las membranas son usadas para extraer moléculas orgánicas degradables de constituyentes inorgánicos como ácidos, bases y sales de corrientes residuales de los tratamientos biológicos

Fuente: Metcalf y Eddy (2003)

### 3.4. Métodos de limpieza aplicados para controlar la colmatación en biorreactores con membranas

Los métodos de limpieza de membranas se basan en los descritos en el apartado 3.2.6. Sin embargo, en la práctica su aplicación varía considerablemente de un trabajo a otro (tablas 3.5 y 3.6). Cabe destacar que los autores, de los trabajos mostrados en las tablas, aplicaron estas técnicas considerando las condiciones de operación, experimentación,

recomendaciones del proveedor y experiencia adquirida durante la operación del proceso; esto da explicación a que haya tanta discrepancia entre los métodos de limpieza aplicados por cada autor.

En la tabla 3.5 se observa la variación en aplicación de relajación y retro-lavados a la membrana, en rangos que van desde 3 a 10 min de filtración seguidos de 1 a 2 min de relajación y en algunos casos la aplicación de un retro-lavado empleando permeado con una duración de 0.25 hasta 1 min.

La limpieza química comúnmente aplicada en la práctica consiste en someter la membrana a un tratamiento alcalino ( $\text{pH} \approx 12$ ), y generalmente se emplea hipoclorito de sodio, ó bien, hidróxido de sodio, seguido por un tratamiento ácido ( $\text{pH} \approx 3$ ) que emplea por lo general ácido cítrico, ácido clorhídrico ó ácido sulfúrico. El lavado químico puede ser de mantenimiento o bien de recuperación (tabla 3.6).

- a) **Limpieza química de mantenimiento.** Típicamente hace referencia a la adición de sustancias químicas durante el ciclo de retro-lavado para proveer una limpieza adicional e incrementar el flux. El hipoclorito puede ser usado para controlar el crecimiento orgánico, mientras que el ácido cítrico es muy útil si el problema es la deposición de materiales inertes. Se emplean concentraciones bajas de hipoclorito de sodio (100-500 mg/L) de 1 a 4 veces al mes.
  
- b) **Limpieza química de recuperación.** Es la causa de una serie de eventos que ocurren durante la operación y que inicia con la pérdida de desempeño del módulo de membranas hasta un cierto nivel (en PTM, flux o permeabilidad) ó bien, un tiempo de operación programado (cada 6 meses independientemente de que el rendimiento disminuya). Son aplicadas altas concentraciones del agente de limpieza (0.3-0.5% en peso) cada 2 ó 4 meses. (WEF, 2006; Judd, 2008).

Tabla 3.5. Aplicaciones de métodos físicos de limpieza en MBR

Descripción del biorreactor	Relajación de la membrana (min) filtración/ relajación	Retro-lavado (min)	Referencia
Biorreactor aerobio de membranas sumergidas de fibra hueca de ultrafiltración (poro 0.04 $\mu\text{m}$ y área 0.93 $\text{m}^2$ ). Tratamiento avanzado de aguas residuales municipales	9.5/SR	0.5	Dialynas <i>et al.</i> , 2009
Biorreactor aerobio de membranas sumergidas de ultrafiltración de fibra hueca (poro 0.01 $\mu\text{m}$ y área 0.4 $\text{m}^2$ ). Aeración: 0.08 $\text{m}^3/\text{h}$	8/2	Día 7 y día 34 un lavado a fondo	Jia-yu, <i>et al.</i> , 2009
Biorreactor aerobio de membrana sumergidas de ultrafiltración (poro 0.04 $\mu\text{m}$ y área 1.86 $\text{m}^2$ ). Tratamiento de agua residuales domésticas. Aeración: 6 $\text{m}^3/\text{h}$	9.75/SR	0.25	Molina-Muñoz <i>et al.</i> , 2009
Biorreactor aerobio de membranas sumergidas de hoja plana de acero inoxidable (poro 0.2 $\mu\text{m}$ y área 0.12 $\text{m}^2$ ). Tratamiento de agua residual doméstica. Aeración: 0.6 $\text{m}^3/\text{h}$	Dos periodos de 3/1	1 min después de la relajación (5.82 L/h)	Shoutong <i>et al.</i> , 2005
MSBR aerobio con membrana de fibra hueca de polisulfona (poro 0.1 $\mu\text{m}$ y área 1 $\text{m}^2$ ). Tratamiento de agua residual de la industria lechera. Aeración: 1.2 $\text{m}^3/\text{h}$	30/15	SRL	Tae-Hyun <i>et al.</i> , 2003
Biorreactor aerobio de membranas sumergidas de fibra hueca (poro 0.4 $\mu\text{m}$ y área 315 $\text{m}^2$ )	No especificado/4 horas diarias	A flux de 20 $\text{L}/\text{m}^2/\text{h}$	Van der Roest <i>et al.</i> , 2002
Reactor aerobio con membranas sumergidas de fibra hueca de polietileno (poro 0.4 $\mu\text{m}$ , área 0.2 $\text{m}^2$ ). Tratamiento de agua residual tóxica del coque. Aeración: 2 $\text{m}^3/\text{h}$	8/2	SRL	Wen-Tao <i>et al.</i> , 2009
Biorreactor aerobio con membranas sumergidas de fibra hueca (poro 0.04 $\mu\text{m}$ ). Tratamiento de agua residual de la industria textil	10/SR	0.25 (a 36 L/h)	Yigit <i>et al.</i> , 2009
Biorreactor aerobio de membranas sumergidas de polietileno (poro 0.1 $\mu\text{m}$ ). Tratamiento de las aguas residuales de un aeropuerto	8/2	SRL	Zhiqiang <i>et al.</i> , (2007)
Biorreactor aerobio con membranas sumergidas de hoja plana de fluoruro de polivinilideno (poro 0.2 $\mu\text{m}$ y área 0.7 $\text{m}^2$ ). Tratamiento de agua residual municipal. Aeración: 6 $\text{m}^3/\text{h}$	10/2	SRL	Zhiwei <i>et al.</i> , 2008

SR: Sin relajación

SRL: Sin retro-lavado



**Tabla 3.6.** Aplicaciones de métodos químicos de limpieza en MBR

Descripción del biorreactor	Limpieza química de mantenimiento	Limpieza química de recuperación	Referencia
Biorreactor aerobio de membranas sumergidas de ultrafiltración de fibra hueca (poro 0.01 $\mu\text{m}$ y área 0.4 $\text{m}^2$ ). Aeración: 0.08 $\text{m}^3/\text{h}$	SLQM	Lavado con NaOH (5g/L) y NaClO (200mg/L). Aplicado después de 61 días	Jia-yu, <i>et al.</i> , 2009
Biorreactor aerobio de membranas sumergidas de hoja plana de acero inoxidable (poro 0.2 $\mu\text{m}$ y área 0.12 $\text{m}^2$ ). Tratamiento de agua residual doméstica. Aeración: 0.6 $\text{m}^3/\text{h}$	SLQM	Lavado con agua del grifo, remoción física de la biomasa y finalmente sumergida en una solución 0.25% en peso de NaClO por 2 h (pH = 12)	Shoutong <i>et al.</i> , 2005
Biorreactor aerobio de membranas sumergidas de fibra hueca (poro 0.4 $\mu\text{m}$ y área 315 $\text{m}^2$ )	SLQM	Concluyen que es necesaria una limpieza <i>in situ</i> o intensiva cada 2 a 4 meses (NaClO, NaOH y HCl)	Van der Roest <i>et al.</i> , 2002
Biorreactor aerobio de membranas sumergidas de fibra hueca de polímero (poro 0.35 $\mu\text{m}$ )	<i>In situ</i> , un retro-lavado por semana con cloro (250 mg/L, 30 min) y otro con ácido clorhídrico (10% pH = 2.5, por 30 s)	A los 5 y a los 9 meses (1000 mg/L NaClO pH = 10.5 y 3 g/L ácido cítrico pH = 2.5). Concluyen que podría reducirse a una vez por año	Van der Roest <i>et al.</i> , 2002
Reactor aerobio con membranas sumergidas de fibra hueca de polietileno (poro 0.4 $\mu\text{m}$ , área 0.2 $\text{m}^2$ ). Tratamiento de agua residual tóxica del coque. Aeración: 2 $\text{m}^3/\text{h}$	SLQM	Emplearon una solución de NaClO al 0.05% por 24 h, los lavados fueron los días 62 y 107	Wen-Tao <i>et al.</i> , 2009
Biorreactor aerobio con membranas sumergidas de fibra hueca (poro 0.04 $\mu\text{m}$ ). Tratamiento de agua residual de la industria textil	Cuando la presión alcanzó los 62 kPa, día 35. Retro-lavado con solución de hipoclorito de sodio a 250 mg/L como cloro por 5 min. No fue exitosa	Después de la limpieza de mantenimiento (día 35) con hipoclorito de sodio (250 mg/L como cloro) por 3 h, seguida de una solución de HCl por 5 h (pH = 2)	Yigit <i>et al.</i> , 2009
Biorreactor aerobio de membranas sumergidas de polietileno (poro 0.1 $\mu\text{m}$ ). Tratamiento de las aguas residuales de un aeropuerto	Automática, diferencial de PTM dentro y fuera de la membrana de -70 kPa, Aproximadamente cada 3 meses con 3 g/L de NaClO	Una vez al año desmantelando todo el módulo. Emplearon NaClO y reemplazaron el 1% de las membranas dañadas	Zhiqiang <i>et al.</i> , (2007)
Biorreactor aerobio con membranas sumergidas de hoja plana de fluoruro de polivinilideno (poro 0.2 $\mu\text{m}$ y área 0.7 $\text{m}^2$ ). Tratamiento de agua residual municipal. Aeración: 6 $\text{m}^3/\text{h}$	SLQM	Cuando la PTM alcanzó 30 kPa (0.5% en peso de NaClO por 2 h). primera después de 80 días, segunda a los 120 días	Zhiwei <i>et al.</i> , 2008

SLQM: Sin lavado químico de mantenimiento

## 4. Metodología

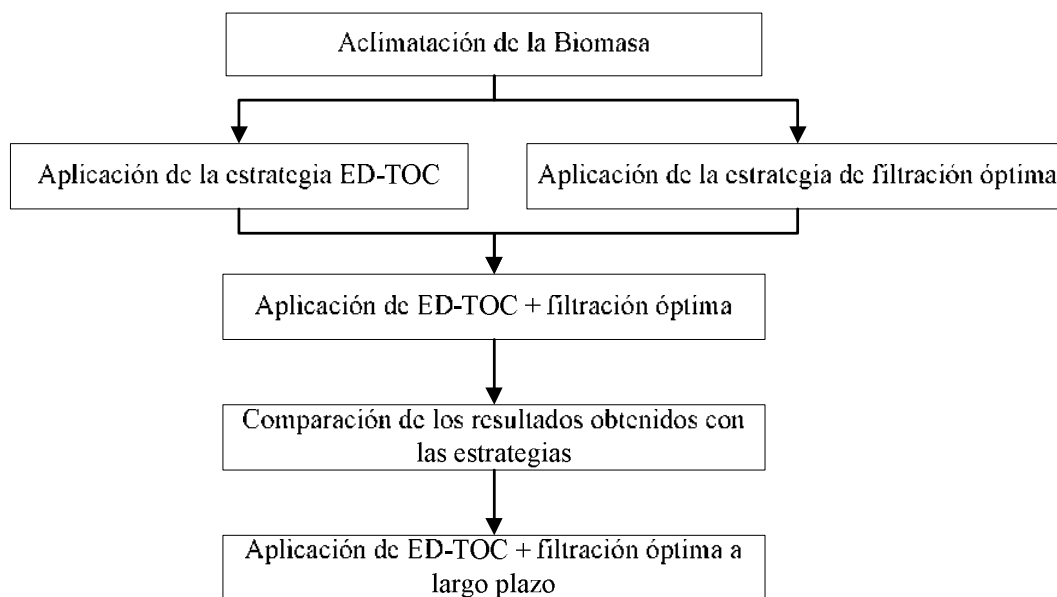
### 4.1. Estrategia experimental

La primera parte de la estrategia experimental consistió en obtener un consorcio de microorganismos adaptados para la degradación del compuesto tóxico 4-CF.

Posteriormente, para lograr el cumplimiento de los objetivos planteados, existieron dos retos a vencer. Por una parte estuvo el control biológico, cuya finalidad fue establecer las condiciones óptimas de degradación del compuesto tóxico 4-CF. Por otra parte estuvo la filtración a través del módulo de membranas, que buscó obtener las condiciones óptimas de filtración mediante el control de la colmatación para lograr el mayor rendimiento del módulo.

Para el control biológico, Moreno *et al.* (2006) desarrollaron una estrategia de control de tiempo óptimo dirigida por eventos (ED-TOC), que se aplicó con éxito en reactores discontinuos secuenciales. Para el establecimiento de las condiciones óptimas de filtración del módulo de membranas, Vargas *et al.* (2008) desarrollaron una estrategia de filtración óptima, que aplicaron con éxito en un reactor discontinuo secuencial con membranas sumergidas.

La última parte de la experimentación consistió en combinar estas estrategias con la finalidad de lograr una nueva estrategia que combine los beneficios de ambas y obtener un mejor desempeño del reactor en cuanto a degradación del 4-CF y filtrado del módulo de membranas. La figura 4.1 muestra en resumen las etapas de esta investigación.



**Figura 4.1.** Diagrama de la estrategia experimental

## 4.2. Agua residual modelo

El agua residual de alimentación para el reactor fue agua sintética preparada con 4-CF (Aldrich, pureza  $\geq 99.0\%$ ) como única fuente de carbono y energía para los microorganismos, además de nutrientes y oligoelementos (tabla 4.1).

**Tabla 4.1** Concentración de nutrientes dentro del reactor

Nombre	Fórmula	Concentración (mg/L)
Fosfato monobásico de potasio	$\text{KH}_2\text{PO}_4$	51
Fosfato dibásico de potasio	$\text{K}_2\text{HPO}_4$	19.44
Cloruro de amonio	$\text{NH}_4\text{Cl}$	15
Sulfato de magnesio heptahidratado	$\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	8.67
Cloruro de calcio dihidratado	$\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	36.4
Cloruro férrico hexahidratado	$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	0.25
Cloruro de manganeso tetrahidratado	$\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	0.0353
Ácido bórico	$\text{H}_3\text{BO}_3$	0.0572
Cloruro de zinc	$\text{ZnCl}_2$	0.0203
Molibdato de amonio	$(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}$	0.0347
Ácido etilendiaminotetraacético	EDTA	0.0555
Cloruro férrico hexahidratado	$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	0.0540

Cabe destacar que antes de adicionar las soluciones alimenticias y el 4-CF al agua sintética, fue necesario neutralizar el agua del grifo con ácido fosfórico, debido a su pH ligeramente alcalino.

### **4.3. Reactor piloto: biorreactor discontinuo secuencial con membranas sumergidas (MSBR)**

En este trabajo se combinaron dos tecnologías: la tecnología de membrana y los reactores discontinuos secuenciales (SBR, por sus siglas en inglés). La degradación biológica de los contaminantes orgánicos se llevó a cabo en el biorreactor por medio de microorganismos adaptados y la separación de los mismos del agua tratada se efectúa por medio del módulo de membranas.

El uso de reactores tipo SBR se ha incrementado en los últimos años, ya que ofrece varias ventajas sobre otros tipos de reactores de lodos activados. El proceso SBR presenta tres características principales: la repetición periódica de una secuencia de fases bien definidas (llenado, reacción, sedimentación, vaciado y tiempo muerto), planeación de la duración de cada fase del proceso de conformidad con las necesidades del tratamiento y progreso de las diversas reacciones biológicas y físicas como una función del tiempo.

Al combinar estas tecnologías se obtiene un reactor discontinuo secuencial con membranas sumergidas (MSBR, por sus siglas en inglés), la finalidad es aprovechar los beneficios de la filtración con membranas y los reactores SBR. Cuando se emplea esta combinación de tecnologías generalmente se emplea micro y ultrafiltración (con tamaño de poro en un intervalo de 0.001 a 10 $\mu$ m) (Le-Clech *et al.*, 2006).

Las ventajas obtenidas son: el uso de membranas puede reducir el ciclo SBR dado que la fase de sedimentación ya no es requerida y pueden eventualmente reemplazar los tratamientos terciarios, el tratamiento se lleva a cabo en una sola unidad (bajo condiciones de temperatura y concentración controladas), se eliminan los problemas relacionados con la sedimentación de los microorganismos, se obtienen bajos tiempos

de retención hidráulica y un aumento del tiempo retención celular. Debido a lo anterior se incrementa su capacidad de tratamiento, ya que permite el crecimiento de microorganismos especializados (como los nitrificantes) y al mismo tiempo permite la formación de flóculos contribuyendo a evitar colmatación de la membrana (Tay *et al.*, 2007). Como resultado se obtiene un efluente de mayor calidad y se reduce la producción de lodos, por la mayor concentración de biomasa y la completa retención de los sólidos.

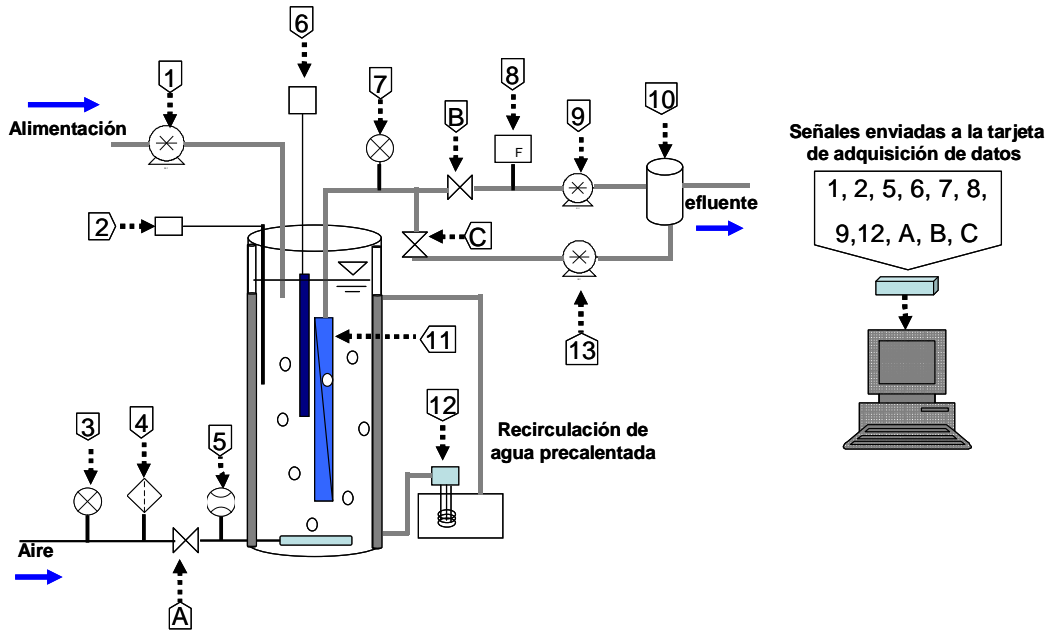
Las principales desventajas son: los costos de las membranas y la necesidad de mantenimiento o reemplazo de las mismas a causa de su colmatación. Debido a este fenómeno el proceso de colmatación ha sido estudiado desde el inicio de la aplicación de la tecnología de membranas.

El enfoque actual de operación en los biorreactores SBR con membranas sumergidas es tratar de disminuir los costos relacionados con el flujo a tratar, la inversión inicial y los costos de operación (energía y químicos) (Zhang *et al.*, 2006). La viabilidad económica de una membrana depende del mayor flujo de permeado logrado por unidad de área de membrana y que involucre el menor costo energético para el control de la colmatación (Le-Clech *et al.*, 2006).

### 4.3.1. Montaje experimental

El reactor fue un MSBR aerobio con membranas sumergidas de 7L; para mantener la temperatura se colocó una chaqueta al reactor a través de la cual se recirculó agua precalentada. Se empleó una membrana tubular de ultrafiltración hidrofílica de fluoruro de polivinilideno (peso molecular de corte de 250 kDa, tamaño de poro de 0.1  $\mu\text{m}$ , y un área superficial de 0.04  $\text{m}^2$ ). El reactor se equipó con un controlador de flujo másico para suministrar el aire (AALBORG modelo GFC17), un manómetro (Cole-Primer modelo C-206), un sensor de oxígeno disuelto (Endress+Hauser modelo COS4 con un transmisor LIQUISYS-M modelo COM223-WX1105), un sensor de nivel, bomba peristáltica para llenado (Cole-Primer “Masterflex” modelo 7523-20), bomba peristáltica para vaciado (Cole-Primer modelo 7553-30) y bomba de diafragma para retro-lavados (ProMinent modelo CNPA0215PPB200D01). Toda esta instrumentación

se conectó a una tarjeta de adquisición de datos y las señales se enviaron a una computadora, donde la información se procesó con un algoritmo de control diseñado en el paquete de programación de LabVIEW 7.0 y cuya interfase con el usuario sólo mostró gráficas en línea para el seguimiento de cada una de estas variables. En la figura 4.2 puede verse el diagrama del reactor.



**Figura 4.2.** Equipamiento del reactor

1) bomba de llenado, 2) sensor de nivel, 3) manómetro, 4) filtro de aire, 5) controlador de flujo másico, 6) sensor de oxígeno disuelto, 7) manómetro, 8) flujómetro, 9) bomba de vaciado, 10) dique de almacenamiento, 11) módulo de membranas, 12) resistencia, 13) bomba de reto-lavado, A,B,C) válvulas solenoides

#### 4.4. Inóculo y aclimatación de los microorganismos

El objeto de la aclimatación es lograr la selección y reproducción de microorganismos capaces de degradar un sustrato específico, en este caso el 4-CF. La aclimatación fue conducida como lo describen Moreno y Buitrón (2004), usando una estrategia de tiempos variables, es decir, el tiempo de reacción fue variable y la fase de reacción se detuvo una vez que el grado de remoción de 4-CF fue igual o mayor al 99%.

El reactor fue inoculado con microorganismos provenientes del licor mezclado de la planta municipal de tratamiento de aguas de Santa Rosa Jáuregui, Querétaro. Las condiciones de operación del reactor durante la aclimatación se muestran en la tabla 4.2

**Tabla 4.2** Condiciones de operación en aclimatación

Parámetro	Descripción
Volumen de operación	7 L
Volumen de intercambio	57.14%
Flujo de aire	1 L/min
Temperatura	20 °C
pH	6.5-7.5
Tiempo de reacción	Variable
Inóculo	1466 mgSSV/L

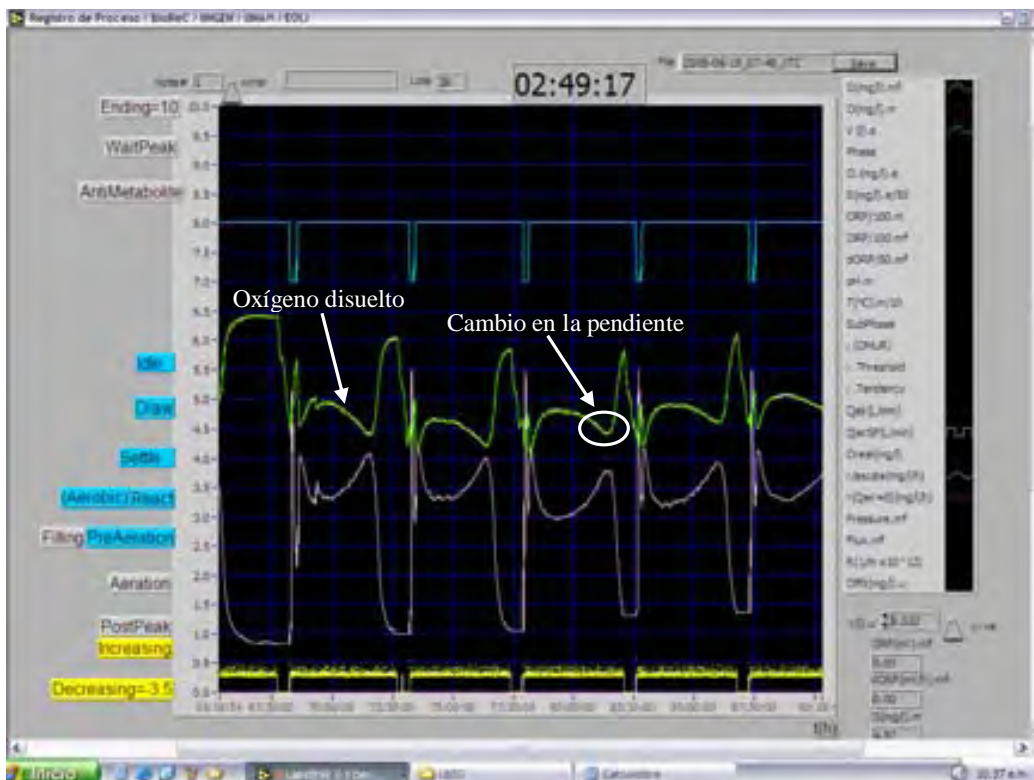
#### 4.4.1. Estrategia de aclimatación

La aclimatación fue iniciada con 50 mg/L de 4-CF, ya que es recomendable iniciar con concentraciones bajas de sustrato, pues el 4-CF en grandes concentraciones es tóxico para los microorganismos (Moreno-Andrade *et al.*, 2006). El tiempo necesario para degradar el sustrato disminuyó de un ciclo a otro y la concentración de 50 mg/L fue mantenida hasta que el tiempo de degradación se mantuvo constante en al menos tres ciclos, una vez alcanzada esta condición, la concentración fue aumentada a 100 mg/L y se siguió el mismo procedimiento, para finalmente llegar a 200 mg/L y mantener esta concentración.

El reactor fue automatizado, de manera que la estrategia de tiempos variables operó automáticamente usando como variable de control la lectura en línea del oxígeno disuelto, además de un tiempo mínimo y máximo de duración de la reacción que son fijados por el operador.

El principio de funcionamiento de la estrategia fue calcular la pendiente del oxígeno disuelto en el tiempo y observar su evolución. Cuando existe 4-CF en el reactor se presenta un consumo de oxígeno por los microorganismos para degradar el sustrato, por lo que la pendiente es negativa, el controlador busca constantemente el cambio de la

pendiente a valores positivos. Una vez detectado monitorea su evolución y espera a que su valor sea prácticamente cero, situación que se presenta cuando el oxígeno disuelto tiende a la saturación, indicando que la demanda de oxígeno disuelto por los microorganismos es sólo para realizar la respiración endógena ya que el sustrato ha sido consumido. En este punto el controlador espera durante 15 minutos de estabilidad en la lectura, establecidos como factor de seguridad de la eliminación del 4-CF, y detiene la reacción, siempre y cuando el tiempo mínimo de la reacción fijado por el operador haya transcurrido, e inicia la fase de sedimentación para iniciar un nuevo ciclo. En la figura 4.3 se muestra una pantalla de operación del proceso donde se puede observar, en un gráfico, la lectura en línea del oxígeno disuelto, que fue la variable usada para el funcionamiento de la estrategia.



**Figura 4.3.** Gráfica de la lectura en línea del oxígeno disuelto que permite el cálculo de su pendiente y da el principio de funcionamiento de la estrategia de tiempos variables



## **4.5. Estrategia de operación en el reactor discontinuo secuencial con membranas sumergidas**

La estrategia de operación involucró la combinación de dos estrategias de control previamente desarrolladas con la finalidad de obtener los beneficios de ambas. Por un lado estuvo la estrategia de control de tiempo óptimo dirigida por eventos (ED-TOC), que ha sido aplicada con éxito en reactores SBR para controlar la inhibición de los microorganismos, evitando los picos de concentración y manteniendo la tasa de degradación cercana a su valor máximo. Por otro lado estuvo la estrategia de filtración óptima, que ha sido aplicada con éxito en reactores SBR con membranas sumergidas para controlar la colmatación y aumentar el rendimiento de las membranas. Los beneficios adicionales de usar filtración con membranas son: un efluente de mayor calidad y la eliminación de la fase de sedimentación ahorrando espacio y evitando los problemas de sedimentación de la biomasa que se presentan en los tratamientos convencionales. El principio de operación y funcionamiento de las estrategias aplicadas son descritos en los apartados siguientes.

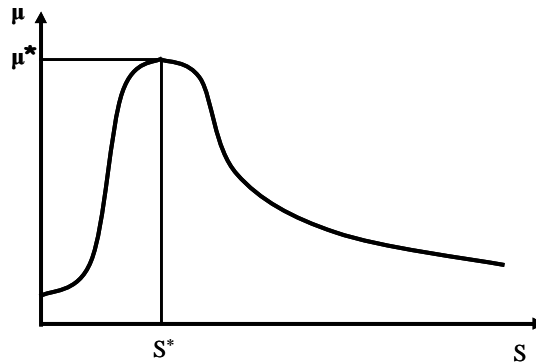
### **4.5.1. Estrategia de control de tiempo óptimo dirigida por eventos (ED-TOC)**

La estrategia ED-TOC fue desarrollada por Moreno *et al.* (2006) y su aplicación tuvo la finalidad de solucionar dos problemas de operación: la inhibición y los picos de concentración, que se presentan comúnmente en biorreactores que degradan sustratos tóxicos. Las repercusiones directas de esta problemática van desde la disminución de la velocidad de degradación del sustrato tóxico, hasta la inutilización total del reactor.

La inhibición microbiana es causada por la presencia de sustancias tóxicas, en este caso el 4-CF. La inhibición provoca la disminución e incluso la pérdida total de la actividad microbiana, lo cual depende de la capacidad intrínseca de los microorganismos para tolerar la sustancia tóxica. Un efecto de inhibición microbiana es causado por picos de concentración en el influente del reactor, problema que tradicionalmente ha sido

solucionado construyendo tanques previos de igualación; sin embargo, esto involucra mayores costos y no son capaces de evitar la inhibición al 100%.

La estrategia ED-TOC es útil cuando la cinética de biodegradación es similar a la ley de Haldane, en el sentido de que la tasa de crecimiento de la biomasa o tasa de degradación del sustrato ( $\mu$ ) es una función de la concentración de un sustrato tóxico ( $S$ ) y  $\mu$  alcanza un valor máximo ( $\mu^*$ ), cuando el valor de la concentración de sustrato es  $S^*$  (figura 4.4.).



**Figura 4.4.** Curva de comportamiento tipo Ley de Haldane  
Fuente: Moreno *et al.* (2006)

Las concentraciones tóxicas por arriba o por debajo de  $\mu^*$  reducen la tasa de crecimiento y, consecuentemente, la tasa de reacción. Por lo tanto si se garantiza que  $S$  está cerca de  $S^*$ , la tasa de degradación estará cerca del valor máximo.

Al implementar la estrategia ED-TOC, se busca mantener  $S$  cercana al valor de  $S^*$  (que es equivalente a mantener  $\mu$  en el valor de  $\mu^*$ ), lo cual se logra calculando la tasa de consumo másico de oxígeno por los microorganismos ( $\dot{V}_O$ ), la cual está relacionada con la actividad de los microorganismos y por lo tanto su comportamiento es muy similar al de la tasa de consumo de sustrato ( $\mu$ ).

En la práctica la determinación en línea de  $\mu$  es muy complicada. Es por esto que en la estrategia ED-TOC se desarrolló un método que estima  $\dot{V}_O$  y la relaciona con  $\mu$ , de tal manera que ambas encuentren su valor máximo cuando  $S=S^*$ . Según el modelo empleado, de hecho  $\dot{V}_O$  guarda una relación lineal con  $\mu$ ; es decir  $\dot{V}_O = a\mu + c$ , pero para propósitos de control no es necesario conocer los valores de  $a$  o  $c$ .

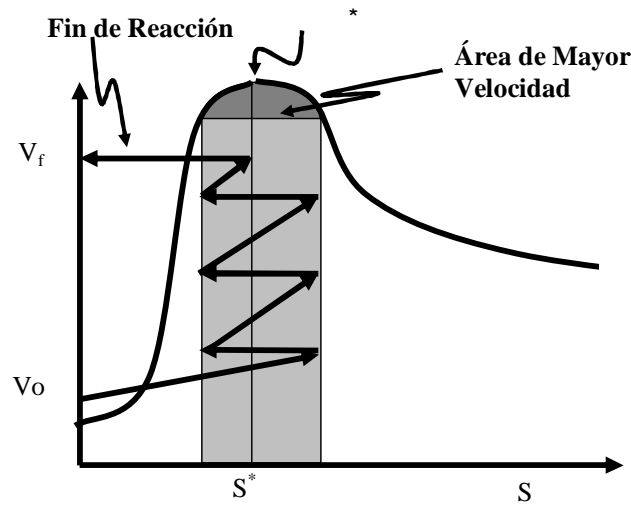
La ecuación que describe la tasa de consumo másico de oxígeno se obtiene del modelo de un reactor discontinuo secuencial (Moreno *et al.*, 2006) y puede expresarse como:

$$= \frac{XV}{Y_{X/O}} + bXV = K_L a(O_s + O)V - OQ_{in} + V \frac{dO}{dt} \quad \text{Ecuación (4.1)}$$

- Donde:
- $\gamma$  = tasa de consumo másico de oxígeno [mgO/h]
  - X = concentración de la biomasa en el reactor [mgSSV/L]
  - V = volumen de agua en el reactor [L]
  - O = concentración de oxígeno disuelto [mg/L]
  - $Y_{X/O}$  = coeficiente de rendimiento biomasa/oxígeno [mgSSV/mgOD]
  - $K_L a$  = coeficiente de transferencia de oxígeno en masa [ $h^{-1}$ ]
  - b = tasa específica de respiración endógena [ $h^{-1}$ ]
  - $\mu$  = tasa específica de crecimiento de la biomasa [ $h^{-1}$ ]
  - $Q_{in}$  = flujo volumétrico del influente [L/h]
  - $O_s$  = concentración de saturación de oxígeno disuelto [mg/L]

El valor de  $\gamma$  puede ser estimado en tiempo real por la medición en línea de la concentración de oxígeno disuelto en el tanque de reacción, ya que todas las variables del lado derecho de la ecuación son de fácil medición. Para estimar  $\gamma$  sólo es necesario conocer el valor de dos parámetros: el coeficiente de transferencia de oxígeno en masa ( $K_L a$ ) y la concentración de saturación de oxígeno disuelto ( $O_s$ ).

Para mantener el sustrato tan cerca como sea posible de su valor máximo ( $S^*$ ), la estrategia controla el caudal del influente a través del monitoreo en línea de  $\gamma$ . Así, el llenado del reactor se hace por etapas durante la reacción. La etapa de llenado finaliza cuando se detecta inhibición por exceso de sustrato, lo que implica que  $\gamma$  ya pasó por un máximo y posteriormente comenzó a disminuir. El llenado vuelve a reanudarse cuando el sustrato ha sido degradado por los microorganismos y ahora es limitante en el proceso, lo que nuevamente involucró el paso de  $\gamma$  por un máximo y una posterior disminución (esto se puede observar en la figura 4.5., donde el eje de las ordenadas indica tanto el volumen como el valor de  $\gamma$  en el reactor). Una ventaja adicional de controlar el llenado es que se evitan los picos de concentración.



**Figura 4.5.** Estrategia ED-TOC  
Fuente: Moreno *et al.* (2006)

Para que la estrategia trabaje de manera correcta, sólo es necesaria una buena estimación de  $\gamma$ , que es exitosa a pesar del conocimiento o la variación de todas las variables y parámetros no incluidos en la ecuación. Esto hace que ED-TOC sea un método robusto con relación a la incertidumbre entre casi todos los parámetros y también en contra de perturbaciones en el influente o picos de concentración. Sin embargo, ofrece las ventajas de tiempo de control óptimo, minimiza el tiempo de reacción y evita la inhibición (Moreno-Andrade, 2006).

### 4.5.2. Estrategia de filtración óptima

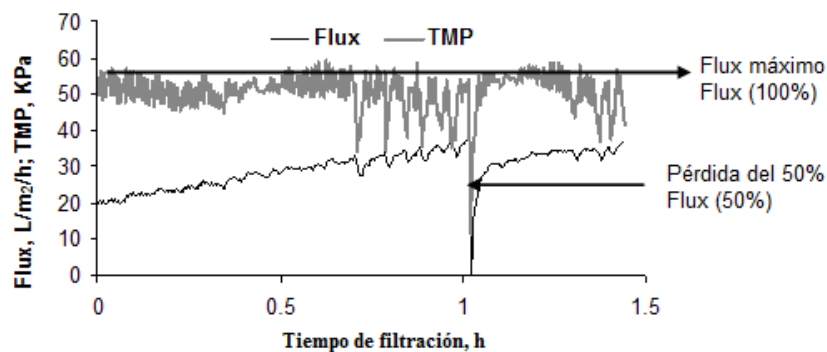
La finalidad de la estrategia es controlar la colmatación a través de la aplicación óptima de retro-lavados, con la finalidad de evitar la rápida colmatación, mantener el flux durante toda la fase de filtración y adicionalmente se puede disminuir el consumo de energía.

La optimización de la técnica de retro-lavados se realizó empleando un algoritmo de control automático desarrollado por Vargas *et al.* (2008). La aplicación y duración, del retro-lavado, son automáticos y se fundamentan en tres parámetros: el flux, la PTM

máxima y el tiempo de duración del retro-lavado, variables que son fáciles de conocer o establecer en la práctica.

Básicamente, consiste en monitorear la variación de la PTM y el flux conforme avanza el tiempo empleando un algoritmo de control automático que continuamente busca el flux máximo. Cuando detecta una pérdida en fracción del flux máximo, inicia un retro-lavado por un periodo de tiempo determinado y posteriormente reinicia la filtración logrando recobrar un valor de flux cercano al máximo. Tanto el porcentaje de pérdida como la duración del retro-lavado pueden ser variados por el operador. Lo ventajoso y novedoso de controlar automáticamente los retro-lavados usando el flux como variable de control es que se optimiza esta técnica aplicando sólo la cantidad de retro-lavados que la membrana necesita para realizar la filtración y mantener un buen desempeño.

La aplicación de la estrategia puede observarse en la figura 4.6. Se muestra claramente que conforme avanza el tiempo de filtración, el flux se mantiene cerca de un valor máximo pero tiende a disminuir, mientras que la PTM aumenta gradualmente. Cuando el algoritmo detecta una disminución del 50% del flux máximo, aplica un retro-lavado automático para remover la capa de materiales depositados sobre la superficie de la membrana y recuperar su rendimiento.



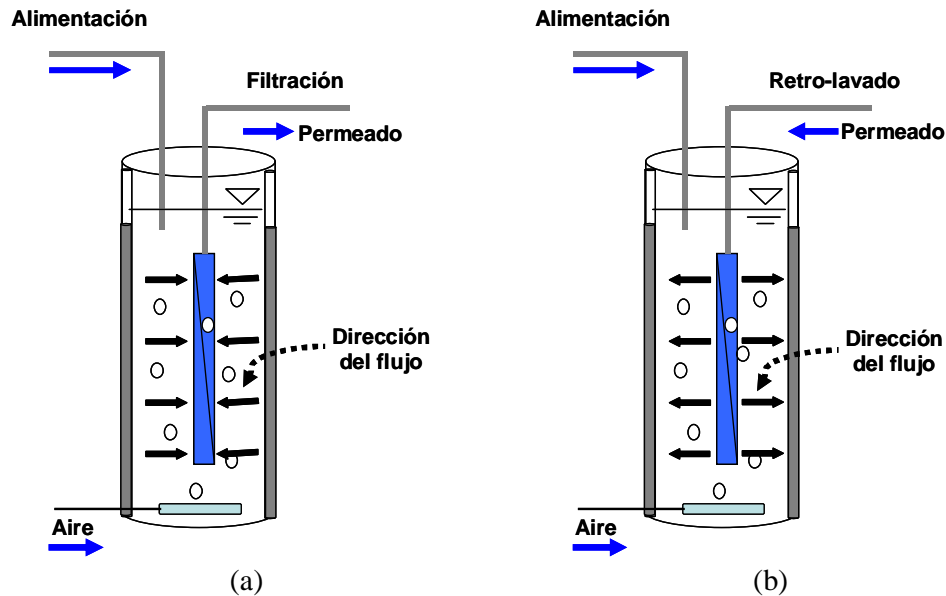
**Figura 4.6.** Seguimiento de la PTM y el flux durante el tiempo de filtración para controlar la aplicación óptima de retro-lavados durante la filtración

Para el control de la colmatación, adicionalmente a los retro-lavados, se aplicaron las siguientes técnicas:

- a) **Periodos de relajación.** El módulo de membranas operó únicamente durante el vaciado permitiendo un periodo de relajación el resto de las fases; esta relajación mejora su redimiendo según ha sido reportado en estudios como el de Le-Clech *et al.* (2006).
- b) **Control de las condiciones hidrodinámicas.** El módulo de membranas fue colocado por arriba del sistema de aireación, ya que el flujo de aire genera un esfuerzo de corte sobre la superficie de la membrana, que ayuda a evitar que se adhieran materiales en la superficie de la misma y por lo tanto contribuye a disminuir la colmatación.
- c) **Lavado químico.** El lavado químico de la membrana fue aplicado cuando la PTM alcanzó un valor cercano a su límite de operación (60 kPa) y a pesar de la aplicación de las técnicas anteriores no pudo recuperarse su rendimiento. La limpieza química de la membrana fue realizada según las recomendaciones del proveedor sometiéndola a dos tratamientos: (1) tratamiento alcalino: la membrana fue sumergida en una solución de hidróxido de sodio (NaOH) a pH 11 durante 12 h finalizando con un retro-lavado de 15 s con agua destilada; (2) tratamiento ácido: la membrana fue sumergida en una solución de ácido nítrico (HNO<sub>3</sub>) a pH 1.5 durante 12 h finalizando con un retro-lavado de 15 s con agua destilada.

### **4.5.3. Diagramas de flujo del filtrado, limpieza del módulo de membranas y la combinación de la estrategia ED-TOC con filtración óptima**

Con la finalidad de mostrar esquemáticamente el sentido del flujo de la filtración del agua tratada y de la aplicación de la técnica de retro-lavado; en la figura 4.7 se presenta un diagrama ilustrativo para ejemplificar cual es la dirección del filtrado del agua tratada a través de la membrana empleada y el ocasional cambio de dirección del flujo para la aplicación de la técnica de retro-lavado.



**Figura 4.7.** Diagrama de la dirección del flujo: (a) durante la filtración del agua tratada, y (b) en la aplicación del método de retro-lavado al módulo de membranas

El controlador automático del biorreactor fue desarrollado de acuerdo a tres variables:  $\gamma$  tomada de la ED-TOC para el control biológico de la reacción; además del flux y la PTM tomadas de la estrategia de filtración óptima para controlar la colmatación de la membrana a través de la aplicación óptima de retro-lavados. El diagrama de flujo mostrado en la figura 4.8 presenta el principio de operación del controlador automático que combina ambas estrategias y que fue programado en LabVIEW 7.0.

El control comienza estableciendo el valor de  $\gamma$  máxima en cero e iniciando con el llenado; mientras tanto, el controlador seguirá el valor de  $\gamma$  hasta detectar que pase por un valor máximo y comience a disminuir hasta una fracción P% del máximo (porcentaje que le permite el control a  $\gamma$  desviarse de  $\gamma_{\max}$ ) y detener el llenado para comenzar la reacción; aquí  $\gamma$  disminuirá para luego volver a aumentar hasta pasar por un máximo y nuevamente disminuir, esta vez hasta un valor mínimo de  $\gamma$  en el cual esperará durante 15 min de estabilidad en la lectura para dar fin a la reacción (establecidos como factor de seguridad de la eliminación del 4-CF). La siguiente etapa fue obtenida de la estrategia de filtración óptima y comienza estableciendo el valor del flux máximo en cero e iniciando con la filtración, el valor del flux obtenido al inicio de la filtración será establecido como el flux máximo y el controlador comenzará a buscar que haya una pérdida en fracción del flux máximo, ó que la presión alcance un valor máximo para

aplicar un retro-lavado; condición que será mantenida hasta que el volumen del reactor llegue a su valor mínimo de operación y dar fin al ciclo.

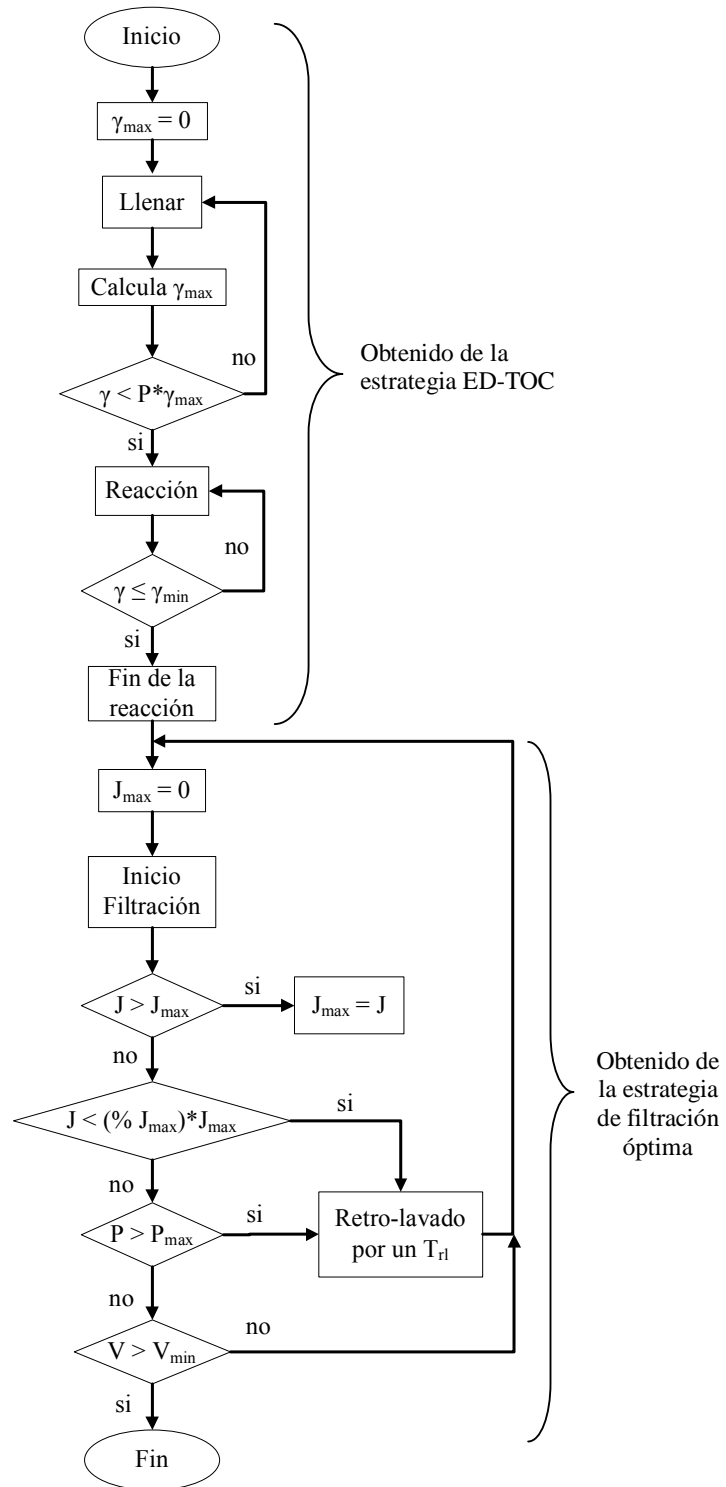


Figura 4.8. Diagrama de flujo del controlador automático de la combinación de ED-TOC con la estrategia de filtración óptima



## 4.6. Métodos analíticos

Para evaluar el desempeño del reactor se hicieron varias determinaciones con métodos analíticos. La eliminación del 4-CF se siguió a través de cinéticas de degradación. La concentración de microorganismos en el biorreactor fue determinada de manera indirecta con la medición de los sólidos suspendidos volátiles (SSV). La calidad del efluente se determinó midiendo el carbono orgánico total (COT) y la turbidez. Finalmente para determinar el correcto funcionamiento del reactor, se monitoreó el metabolito 5-cloro-2-hidroxi- ácido mucónico semialdehído.

**Fenoles.** La concentración de 4-CF se determinó a través de una técnica colorimétrica modificada de 4-aminoantipirina (APHA, 1992). El principio del método consiste en la reacción de los compuestos fenólicos con la 4-aminoantipirina a un pH de  $7.9 \pm 0.1$  en presencia de ferrocianuro de potasio para formar un tinte de antipirina que va de amarillo intenso a rojo. Este tinte se mantiene en solución acuosa y se mide su absorbancia a 500 nm.

Para conservar las muestras se bajó el pH a un valor inferior a 2 (se usó una solución 0.5 M de  $H_2SO_4$ ) y se colocaron a una temperatura de  $4^\circ C$  ó menor. Este proceso permite almacenar las muestras por un periodo de 4 semanas.

Los sólidos suspendidos totales (SST) y los sólidos suspendidos volátiles (SSV) fueron determinados según métodos estandarizados (APHA, 1992). El carbono orgánico total (COT) se determinó con un analizador Shimadzu TOC-5050. Estos análisis se realizaron para evaluar la mineralización de 4-CF. La turbidez fue medida en un nefelómetro Turner modelo TD-40. También se determinó un metabolito inhibitorio (5-cloro-2-hidroxi-ácido mucónico semialdehído) por espectrofotometría a 380 nm (espectrofotómetro UV/Visible PerkinElmer Lambda 25).

## 5. Resultados y discusión

### 5.1. Aclimatación

La aclimatación fue realizada en el reactor piloto descrito en el apartado **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.**, pero operando como un reactor SBR convencional (sin la membrana), logrando un consorcio microbiano adaptado para degradar 4-CF. Un ciclo en la operación del biorreactor involucró la realización de todas las fases de un SBR, la duración de cada fase se presenta en la tabla 5.1.

**Tabla 5.1.** Duración de las fases del SBR

Ciclo	
Fase	Duración (min)
Llenado	16
Reacción	Variable
Vaciado	4
Sedimentación	30
Tiempo muerto	15

El tiempo muerto fue un periodo de pre-aeración establecido al final de cada ciclo, cuya finalidad fue llevar la concentración de oxígeno disuelto a la saturación dentro del biorreactor, ya que es necesario para el buen funcionamiento de la estrategia de control.

La duración de la reacción fue variable y disminuyó de un ciclo a otro indicando el avance en la adaptación de los microorganismos al sustrato. Fue considerado que los microorganismos estuvieron aclimatados cuando el tiempo de duración de la reacción se mantuvo constante al menos en tres ciclos.

Para observar cómo evolucionaba la aclimatación se hicieron cinéticas de degradación del 4-CF a lo largo de la reacción. Cabe destacar que no se hizo seguimiento del 4-CF para el total de ciclos, sino que se tomaron sólo algunos ciclos representativos. En el resto de los ciclos la desaparición del 4-CF fue monitoreada de manera indirecta a partir

de la lectura en línea del oxígeno disuelto, debido al comportamiento tan peculiar que manifiesta cuando entra un sustrato tóxico dentro del reactor, misma característica que brinda el principio de operación de la estrategia de tiempos variables empleada para la aclimatación.

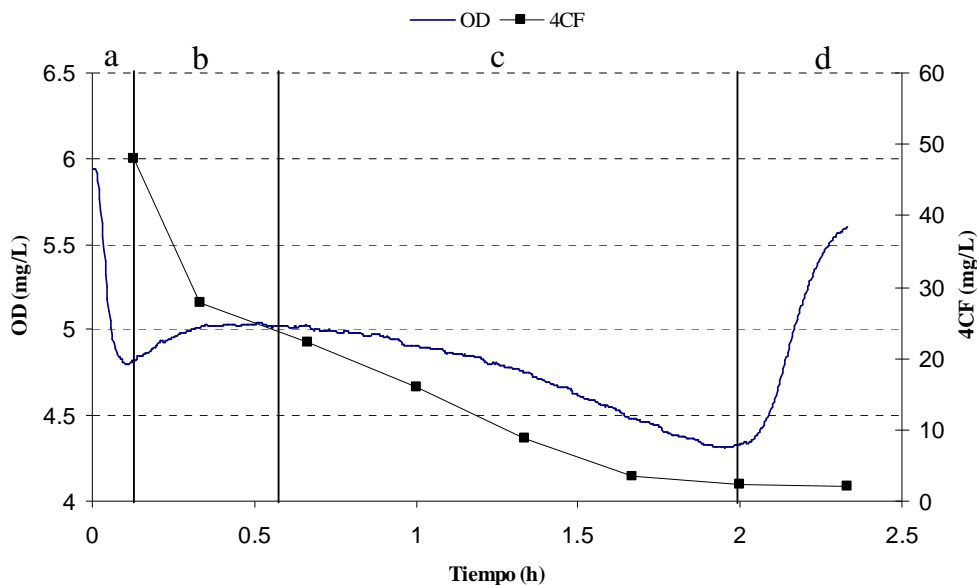
Para explicar cómo operó el reactor con la estrategia de tiempos variables, determinando de manera indirecta la eliminación del 4-CF con la lectura del oxígeno disuelto, se presenta la figura 5.1 que muestra el comportamiento del 4-CF y del oxígeno disuelto durante un ciclo de operación a 50 mg/L de 4-CF, misma que ha sido dividida en 4 zonas (a, b, c y d) para fines explicativos.

**Zona a)** Cuando el reactor es alimentado e inicia la reacción hay una ligera disminución en el oxígeno disuelto; una parte es asociada a la dilución, debido a que la concentración de oxígeno disuelto en el agua de alimentación es prácticamente cero; el resto se debe a un posible consumo por los microorganismos.

**Zona b)** Posteriormente el oxígeno disuelto incrementa y se mantiene casi constante por un lapso de tiempo, esto es asociado a la inhibición microbiana causada por el incremento repentino de sustrato, ya que no hay consumo de oxígeno por los microorganismos para realizar sus funciones metabólicas.

**Zona c)** Seguido a lo anterior, comienza una disminución del oxígeno disuelto, debido al incremento en la demanda de oxígeno por los microorganismos para realizar sus funciones metabólicas y degradar el 4-CF.

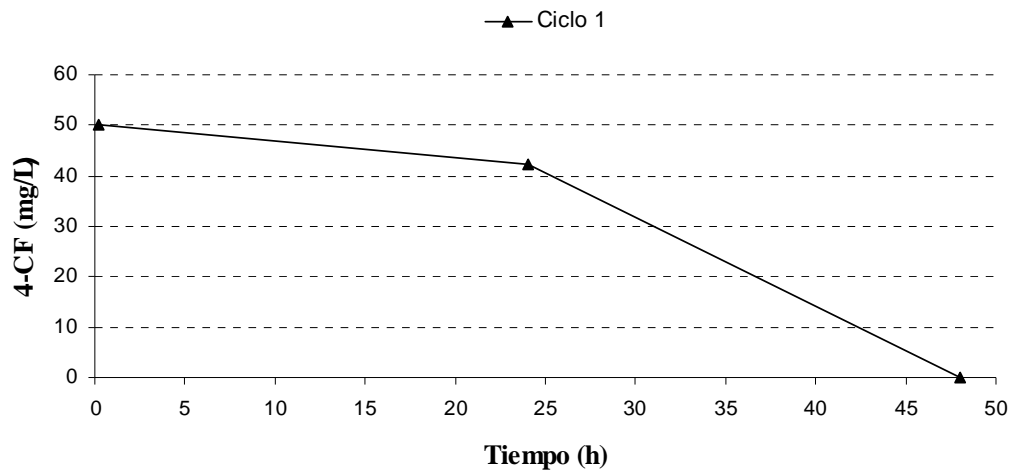
**Zona d)** Finalmente viene un aumento en la concentración de oxígeno disuelto que tiende a alcanzar su valor de saturación; este último aumento es debido a la ausencia de sustrato, ya que los microorganismos únicamente demandan oxígeno para realizar la respiración endógena, por lo que el oxígeno excedente tiende a aumentar su concentración y llegar a la saturación en el reactor. Este punto coincide con la desaparición del 4-CF, como puede observarse en la figura 5.1.



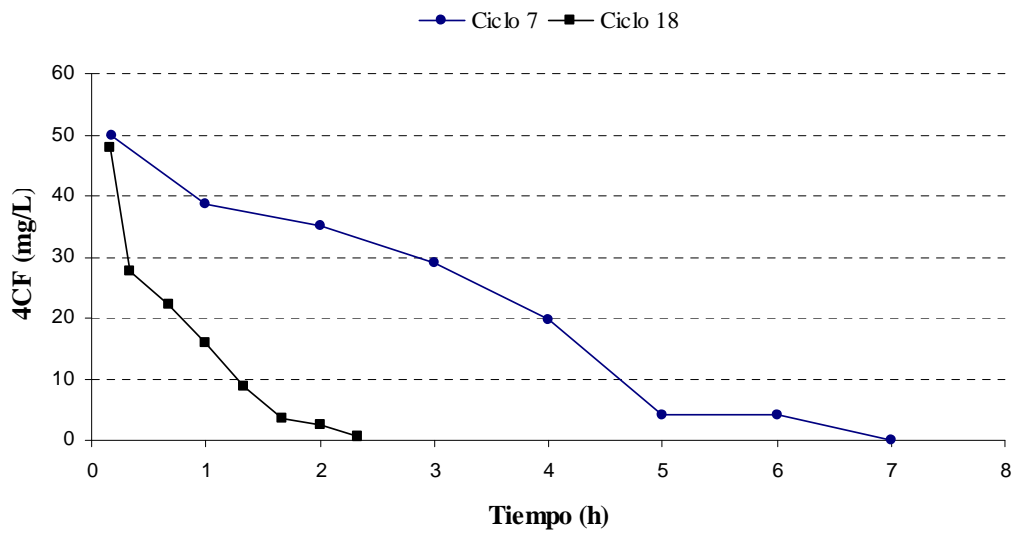
**Figura 5.1.** Comportamiento del oxígeno disuelto y eliminación del 4-CF en función del tiempo de reacción

En la figura 5.2, se presentan las cinéticas, de los ciclos 1, 7 y 18, que son representativas de la degradación del 4-CF a una concentración de 50 mg/L. Claramente se observa la disminución del tiempo necesario para degradar la misma cantidad de sustrato conforme la biomasa se fue aclimatando.

Durante los ciclos 7 y 18 se midió la cinética de aparición del metabolito en el transcurso de la reacción. Su presencia y acumulación es un indicador del desempeño del proceso, ya que es producido cuando los microorganismos están bajo estrés y provoca una disminución en la eficiencia del proceso. Puede observarse en la figura 5.3 que durante los primeros minutos de la reacción se presenta la mayor absorbancia del metabolito, lo cual es asociado al estrés de la biomasa por el aumento de la concentración del 4-CF después del llenado.

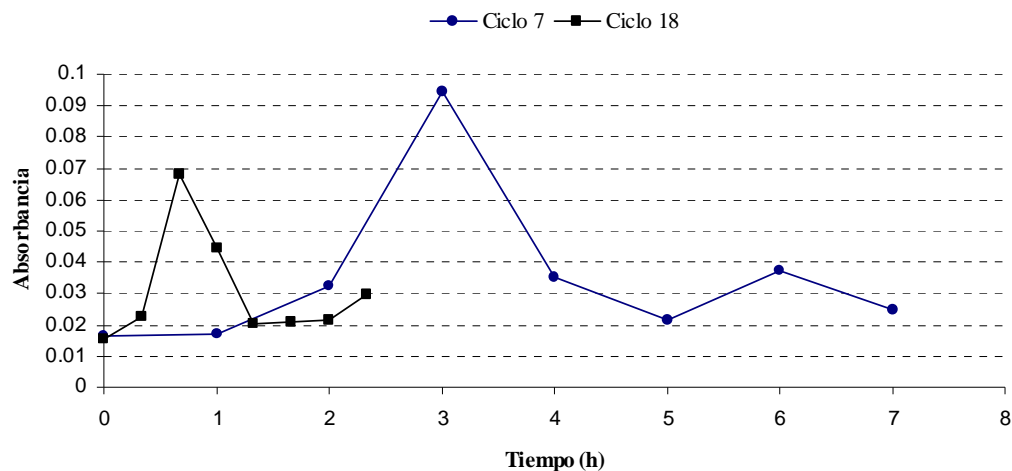


(a)



(b)

**Figura 5.2.** Cinéticas de degradación del sustrato en función del tiempo de reacción  
a) ciclo 1, b) ciclo 7 y 18

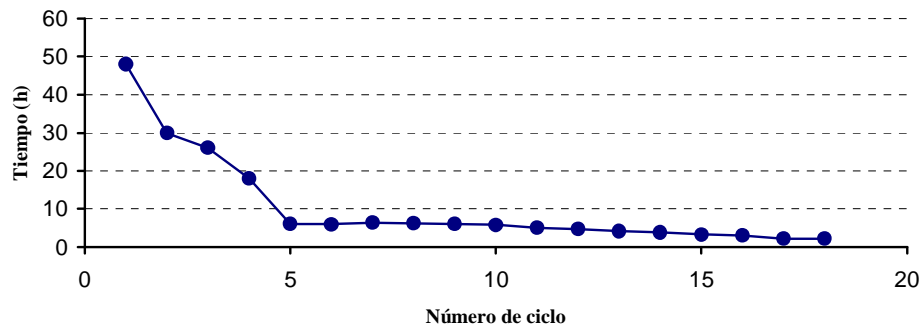


**Figura 5.3.** Absorbancia del metabolito en función del tiempo de reacción

En la figura 5.4 se muestra completa la etapa de aclimatación. Puede observarse como varió el tiempo de la reacción con el avance de la aclimatación de los microorganismos al 4-CF en función del ciclo y para las diferentes concentraciones. Se aprecia la disminución en la duración de la reacción conforme la biomasa se aclimató al sustrato.

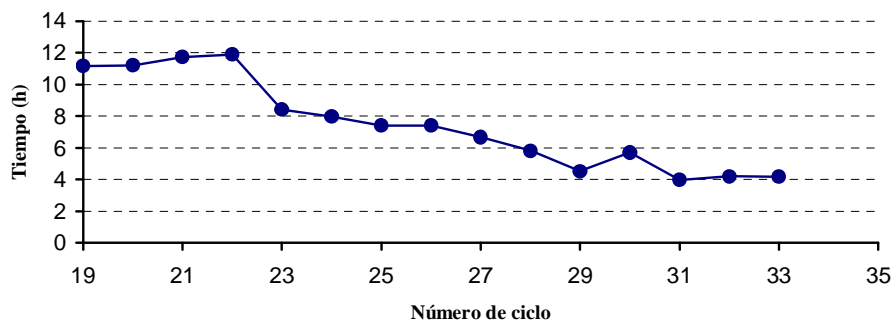
Los resultados obtenidos fueron: para 50 mg/L de 4-CF el tiempo de degradación se logró reducir de 48 h a  $2.66 \text{ h} \pm 0.52$  en un total de 18 ciclos. Cuando fue aumentada la concentración a 100 mg/L el tiempo de reacción se redujo de 11.5 h a  $4.12 \text{ h} \pm 0.12$  en 15 ciclos y finalmente al aumentar la concentración a 200 mg/L se disminuyó de 6.17 h a  $4.52 \text{ h} \pm 0.32$  en 10 ciclos.

Aclimatación a 50mg/L



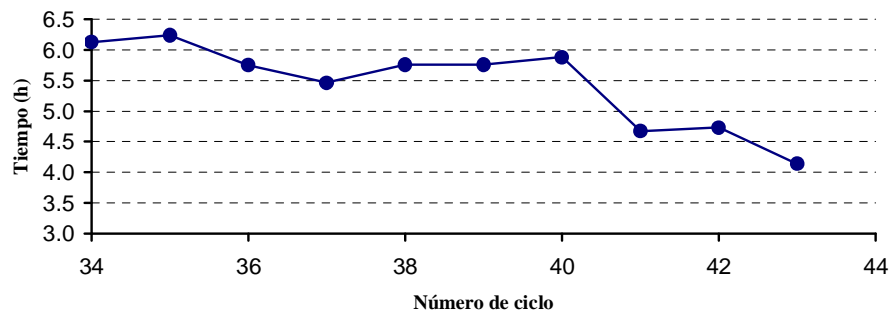
(a)

Aclimatación 100mg/L



(b)

Aclimatación 200mg/L



(c)

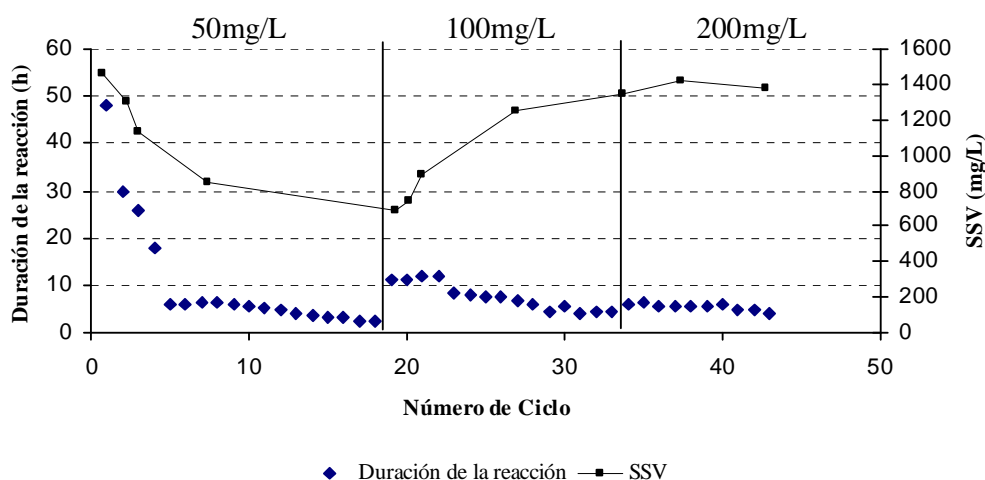
**Figura 5.4.** Tiempo necesario para degradar el 4-CF en función del ciclo de operación a) concentración de 50 mg/L, b) concentración de 100 mg/L y c) concentración de 200 mg/L

### 5.1.1. Evolución de los microorganismos durante la aclimatación

La evolución de los microorganismos fue monitoreada de manera indirecta midiendo la concentración de sólidos suspendidos volátiles. Este parámetro sirvió para calcular la tasa específica de degradación de sustrato,  $q_x$ , que también sirve como indicador de la aclimatación.

El biorreactor arrancó con una cantidad conocida de biomasa 1466 mgSSV/L. La figura 5.5 muestra la duración total de la reacción durante la aclimatación a las diferentes concentraciones y la evolución de la biomasa durante la aclimatación.

En un inicio, hubo una disminución en la concentración de biomasa, cuyas causas fueron: una dilución por aumento de volumen, ya que el reactor no inició operaciones con su volumen efectivo (7 L), así como la eliminación de los microorganismos que no pudieron metabolizar el 4-CF. Posteriormente se presentó un enriquecimiento de la biomasa; es decir hubo crecimiento de los microorganismos viables para la degradación del 4-CF.



**Figura 5.5.** Evolución de la concentración de la biomasa y la duración de la reacción en función del ciclo de operación durante la aclimatación



### 5.1.2. Tasa específica de degradación de sustrato

Conforme avanzó la aclimatación aumentó la tasa específica de consumo de sustrato ( $q_x$ ). El cálculo de  $q_x$  se realizó a través de la ecuación 5.1.

$$q_x = -\frac{d(S)}{d(t)X} \approx -\frac{\Delta S}{\Delta t(X)} \quad \text{Ecuación (5.1)}$$

Donde:  $q_x$  = tasa específica de degradación de sustrato [mg4-CF/gSSV\*h]

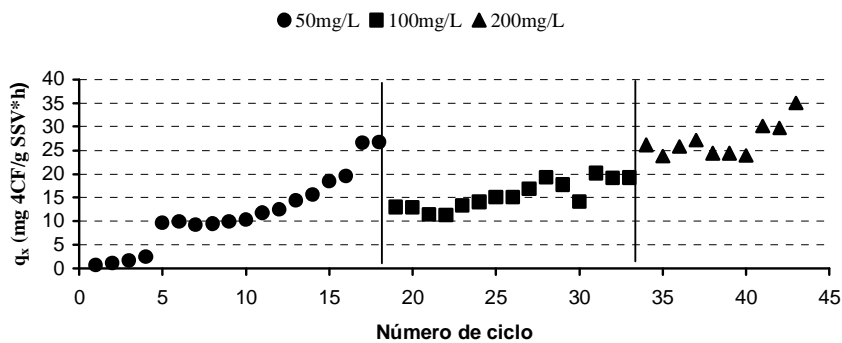
$X$  = concentración de la biomasa en el reactor [mgSSV/L]

$\Delta S$  = diferencia en la concentración de sustrato al inicio y final de la reacción [mg4-CF/L]

$\Delta t$  = tiempo de reacción [h]

Fuente: Erkan *et al.* (2007)

La figura 5.6 muestra que al ser lograda la aclimatación a 50 mg/L y aumentar la concentración del sustrato a 100 mg/L, el valor de  $q_x$  no disminuye hasta el valor inicial anterior; sólo tiene una disminución pequeña y vuelve a aumentar. El mismo comportamiento fue observado cuando se aumentó a 200 mg/L. Una vez aclimatada la biomasa se logró una  $q_x$  de  $31.65 \pm 2.97$  mg4-CF/gSSV\*h, para una concentración de 200 mg4-CF/L.



**Figura 5.6.** Evolución de la tasa específica de degradación de sustrato en función del ciclo de operación

Según los resultados reportados en la literatura el valor de  $q_x$ , para la degradación de 4-CF, muestra ligeras variaciones. Moreno y Buitrón (2004) reportan tasas de consumo de

sustrato de 35 a 58 mg4-CF/gSSV\*h; Erkan *et al.* (2007) reporta una  $q_x$  de 38.83 mg4-CF/gSSV\*h para una concentración de 200 mg4-CF/L y Moreno-Andrade (2006) reporta una  $q_x$  máxima de 40 mg4-CF/gSSV\*h con una concentración de 200 mg4-CF/L.

## **5.2. Operación del reactor discontinuo secuencial con membranas sumergidas**

Para cumplir con el objetivo de optimizar la filtración del módulo de membranas y la degradación biológica de un contaminante tóxico, se combinaron la estrategia ED-TOC y la estrategia de filtración óptima. Con la finalidad de hacer una comparación posterior entre las estrategias, el reactor fue operado funcionando con cada una de las estrategias por separado y finalmente operó con la combinación de ambas.

Los parámetros de comparación para determinar la mejor estrategia fueron: el tiempo de duración del ciclo para degradar una concentración conocida en el influente de 4-CF y la calidad del efluente.

### **5.2.1. Condiciones de operación del reactor discontinuo secuencial con membranas sumergidas**

Las fases de operación del reactor fueron cuatro: llenado, reacción, vaciado (filtración) y tiempo muerto.

Buscando una comparación representativa entre las estrategias, se establecieron las mismas condiciones de operación en el reactor, para aplicar la estrategia ED-TOC, la estrategia de filtración óptima y la combinación de ambas. Las condiciones fijadas se muestran en la tabla 5.2.

**Tabla 5.2** Condiciones de operación

<b>Parámetro</b>	<b>Descripción</b>
Volumen de operación	7 L
Flujo de aire	1.5 L/min
Temperatura	20 °C
pH	6.5-7.5
Tiempo de reacción	Variable
Concentración en el influente	350 mg4-CF/L
Volumen de intercambio	14.29%

La concentración de 350mg4-CF/L en el influente fue elegida teniendo en consideración que las concentraciones típicas de fenol varían de 35 a 400mg/L en las aguas residuales de la industria química, farmacéutica, papelera, industrias alimenticias y fundición del hierro (Moreno-Andrade et al., 2006, Chen et al., 1997)

Al combinar la estrategia ED-TOC con filtración óptima, se obtiene un controlador automático que dosifica el volumen de agua alimentado al reactor, de tal manera que la concentración de sustrato se mantenga cerca de su valor óptimo ( $S^*$ ) y así mantener la mayor actividad de los microorganismos hasta depurar el agua e iniciar con la filtración del lote de agua alimentado. Haciendo un cálculo aproximado del volumen de intercambio alimentado al reactor, es decir el volumen dosificado automáticamente, se obtuvo un valor de 14.29% (mostrado en la tabla 5.2), este valor fue calculado con la finalidad de emplearlo para la operación del reactor con la estrategia ED-TOC y con la estrategia de filtración óptima, de tal manera que la posterior comparación, entre las estrategias, fuera representativa.

### **5.2.2. Aplicación de la estrategia de control de tiempo óptimo dirigida por eventos (ED-TOC)**

Antes de iniciar operaciones con esta estrategia se calcularon dos parámetros de control que tienen que ser introducidos por el usuario para el funcionamiento del algoritmo de

control: la concentración de saturación de oxígeno disuelto, que considerando la altitud de Querétaro fue de 7.54 mg/L a 20°C y el coeficiente de transferencia de oxígeno en masa ( $K_{La}$ ) que se realizó de acuerdo a la metodología establecida por Ramalho (1996) y fue de 15.81 h<sup>-1</sup> con un flujo de aire de 1.5 L/min.

La estrategia fue desarrollada para ser aplicada en un reactor SBR, así que durante la aplicación de esta estrategia se trabajó sin la membrana. La duración de las fases se presenta en la tabla 5.3.

**Tabla 5.3.** Duración de las fases del SBR

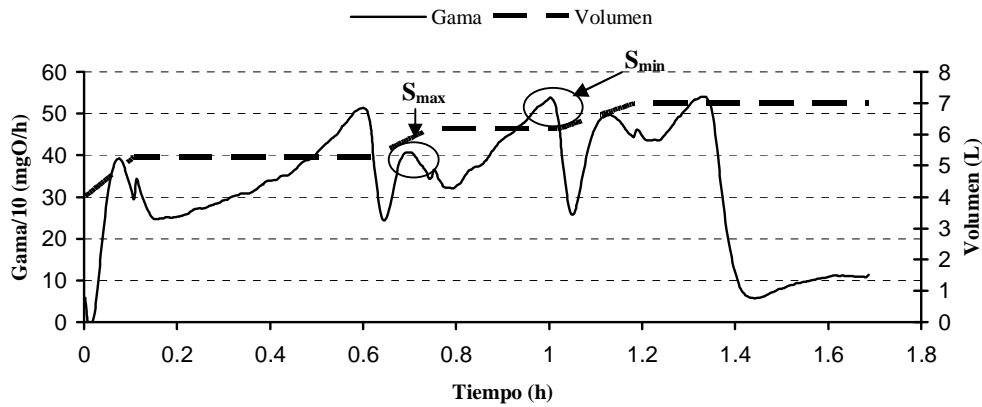
Ciclo	
Fase	Duración (min)
Llenado	Variable
Reacción	Variable
Vaciado	4
Sedimentación	30
Tiempo muerto	15

El llenado es variable porque la estrategia ED-TOC dosifica el agua de alimentación, a través del control automático del llenado, que es detenido una vez que el controlador detecta una disminución en  $\gamma$ , lo que provoca su variabilidad de un ciclo a otro.

La figura 5.7 fue obtenida cuando el reactor operó con un volumen de intercambio de 42.86%. El objetivo de esta figura es mostrar cómo la estrategia ED-TOC dosifica el agua de alimentación. Debido a que es distinto a la forma como operó la combinación de ED-TOC con filtración óptima, que sólo alimentó un lote de agua, ya que una vez depurada el agua en lugar de continuar llenado, como lo haría normalmente ED-TOC, se inicia con el filtrado.

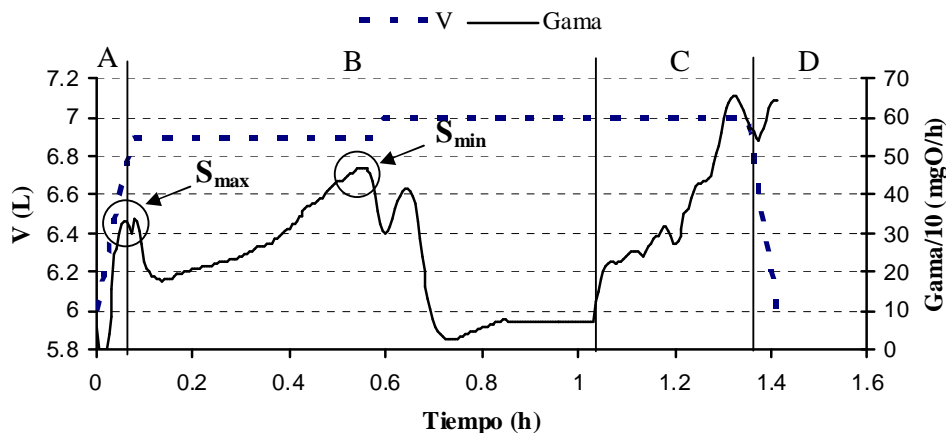
En la figura 5.7 se muestra la evolución de  $\gamma$ . Se puede observar que en la figura se han colocado dos círculos que indican los puntos donde la velocidad de degradación (equivalente a  $\gamma$ ) alcanza un máximo y comienza a disminuir. Estos puntos son los que hacen que  $\gamma$  sirva como control automático, ya que el primer punto ( $S_{max}$ ) indica la

inhibición por exceso de sustrato y la acción inmediata del controlador es apagar la bomba de llenado; el segundo punto ( $S_{\min}$ ) indica que el sustrato es limitante y la acción inmediata es la reanudación del llenado; con esto se logra hacer un llenado por etapas durante la reacción hasta llegar al volumen máximo de operación y continuar con la fase de sedimentación.



**Figura 5.7.** Ejemplo de operación común con la estrategia ED-TOC

Se realizaron un total de 35 ciclos operando con ED-TOC bajo las condiciones establecidas en la tabla 5.2. La figura 5.8 muestra un ciclo de operación bajo estas condiciones y como puede apreciarse el volumen de llenado prácticamente fue en un sólo lote, introduciendo así sólo la concentración óptima de sustrato para mantener la mayor actividad de los microorganismos. Si es comparada con la figura 5.7, esta condición hace que prácticamente se observen sólo dos máximos en el valor de  $\gamma$ , uno cuando el sustrato inhibe por exceso y otro cuando comienza a ser limitante, y la acción inmediata es continuar con la sedimentación. Esto impide apreciar el trabajo posterior que haría normalmente la estrategia ED-TOC para dosificar la alimentación, si trabajara en condiciones normales, es decir con un volumen mínimo y máximo de operación.



**Figura 5.8.** Aplicación de la estrategia ED-TOC  
A) llenado, B) reacción, C) sedimentación y D) vaciado

### 5.2.3. Aplicación de la estrategia de filtración óptima

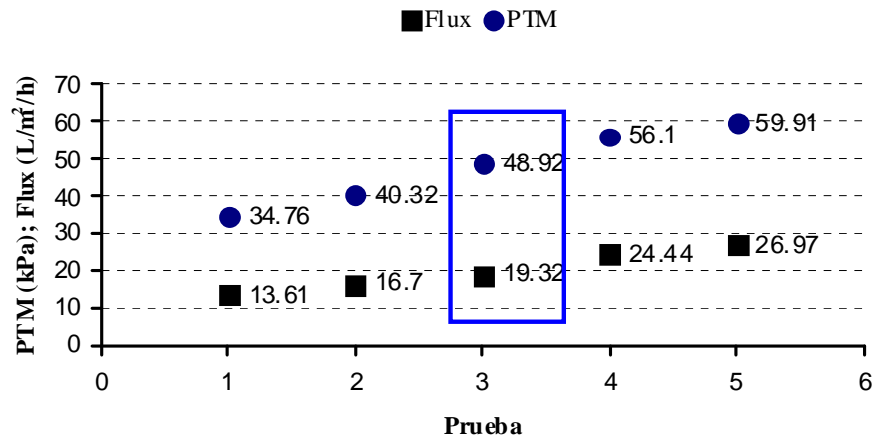
Antes de iniciar la filtración se seleccionaron las condiciones bajo las cuales operó la bomba peristáltica de vaciado. Esto consistió en hacer pruebas de filtración con una duración de 30 minutos, variando la succión de la bomba de una prueba a otra, y monitoreando los cambios en el flux y la PTM: estas pruebas son realizadas para determinar el flux crítico (Ohsung *et al.*, 2008; Ognier *et al.*, 2002).

El límite de PTM, para la aplicación de las pruebas, fue establecido según las recomendaciones del proveedor (presión máxima de operación 60 kPa). En la figura 5.9, se muestra la media del flux y la PTM obtenida en cada una de las pruebas. La concentración de SSV dentro del reactor estuvo en  $4910 \pm 70.71$  mg/L.

De los resultados obtenidos, se seleccionó operar con la prueba 3 (flux =  $19.32 \pm 3.77$  L/m<sup>2</sup>/h y PTM =  $48.92 \pm 1.81$  kPa), ya que como puede observarse la PTM se mantiene abajo y no tan cercana a su valor límite de operación.

Una vez seleccionada la succión de la bomba y siguiendo las condiciones establecidas en la tabla 5.2, el reactor operó durante 31 ciclos con la estrategia de filtración óptima. La aplicación de retro-lavados fue realizada por la ley de control que buscó la pérdida del 50% del flux máximo para retro-lavar por 10 s la membrana (empleando un 0.3%

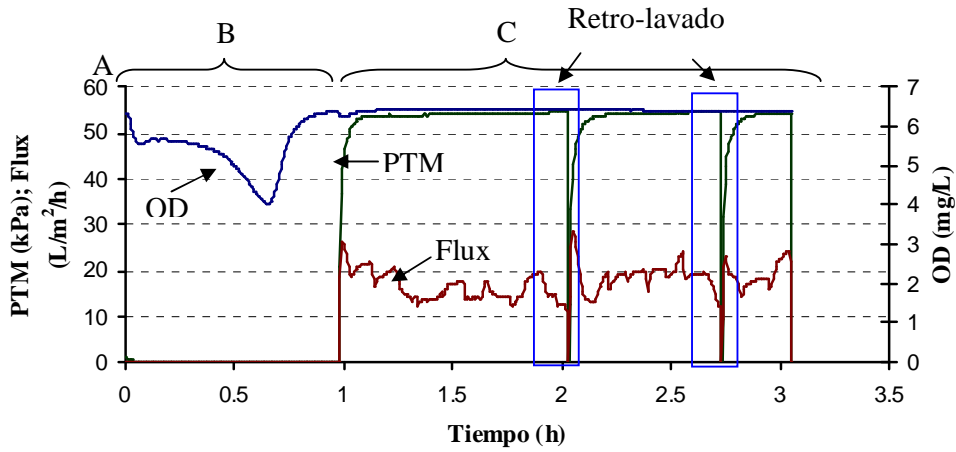
del permeado en cada retro-lavado aplicado), esta condición fue seleccionada según las pruebas realizadas por Vargas *et al.*(2008).



**Figura 5.9.** PTM y flux en función de la prueba, aumentando paulatinamente la succión entre una prueba y otra

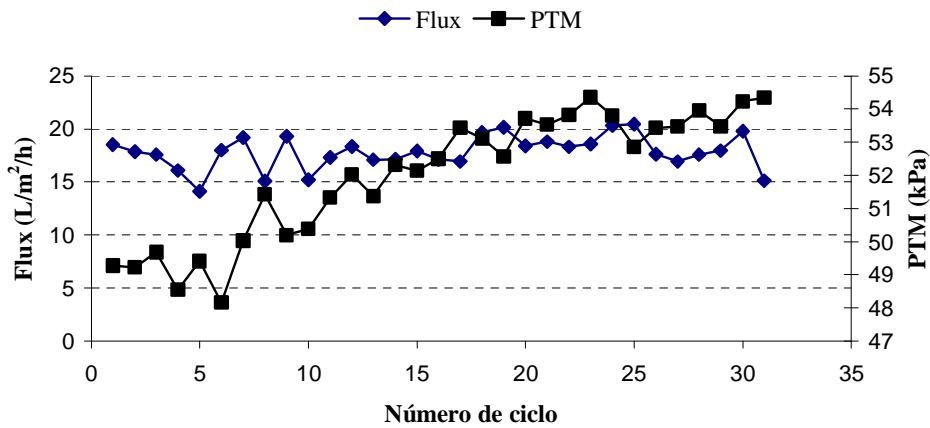
La figura 5.10 muestra una grafica representativa de un ciclo de operación bajo estas condiciones. El oxígeno disuelto fue la variable de control empleada por la estrategia de filtración para indicar el fin de la reacción (basada en el funcionamiento de la estrategia de tiempos variables, descrita en el apartado **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.**). La PTM y el flux fueron variables de interés medidas en línea para controlar la colmatación; en la figura 5.10 puede observarse su desempeño y la aplicación de dos retro-lavados, cada uno con duración de 10 s, por la ley de control que buscó detectar una pérdida del 50% del flux máximo para iniciar un retro-lavado.

En cada uno de los 31 ciclos de operación se calculó la media del flux y la PTM. El flux y la PTM promedio del ciclo mostrado en la figura 5.10 fueron de  $17.61 \pm 3.21$  L/m<sup>2</sup>/h y la PTM de  $53.43 \pm 2.62$  kPa, respectivamente. Esto fue con la finalidad de graficarlos para apreciar el desempeño del módulo de membranas.



**Figura 5.10.** Ciclo de operación con la estrategia de filtración óptima  
 A) llenado, B) reacción y C) filtrado

En la figura 5.11 se presenta cómo evolucionó la PTM y el flux durante el total de ciclos de operación bajo la estrategia de filtración óptima. Puede observarse que el flux tuvo pocas variaciones. Sin embargo, la PTM fue ligeramente aumentando de un ciclo a otro, indicando indirectamente el taponamiento de la membrana y la colmatación no removida con los retro-lavados.



**Figura 5.11.** Flux y PTM en función del ciclo de operación con la estrategia óptima de filtración



### 5.2.4. Combinación de las estrategias ED-TOC y filtración óptima

Se realizaron dos series de experimentos. En este capítulo se muestran los estudios preliminares ó a corto plazo de la combinación de las estrategias, cuya finalidad fue determinar si se lograba mejorar la degradación y la filtración en el biorreactor. Con estos resultados se evaluaría la factibilidad de aplicar una segunda serie de experimentos para probar la combinación de las estrategias en el biorreactor a largo plazo.

Durante la combinación de las estrategias el reactor operó con las condiciones establecidas en la tabla 5.2. La succión empleada por la bomba peristáltica de vaciado fue la obtenida para aplicar la estrategia de filtración óptima (prueba 3, que logró un  $\text{flux} = 19.32 \pm 3.77 \text{ L/m}^2/\text{h}$  y  $\text{PTM} = 48.92 \pm 1.81 \text{ kPa}$ ).

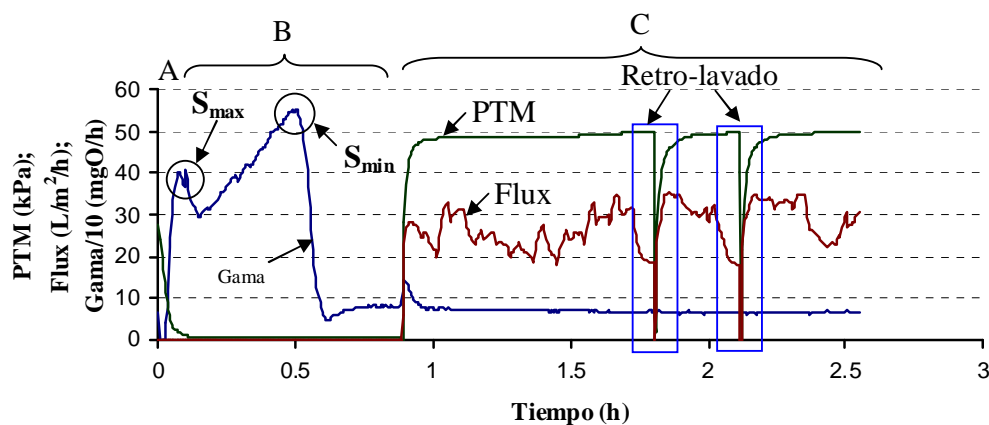
La combinación permitió aprovechar el control de la reacción ofrecido por la estrategia ED-TOC, a través de la variable  $\gamma$ , combinado con el control de la colmatación ofrecido por la estrategia de filtración óptima, cuyas variables fueron la PTM y el flux.

La operación inició con el llenado. En esta etapa el controlador buscó que  $\gamma$  alcanzara un valor máximo y disminuyera, indicando la inhibición por exceso de sustrato y tomado como acción inmediata la detención del llenado y de esta manera continuar con la fase de reacción. Durante la reacción la estrategia buscó que  $\gamma$  volviera a pasar nuevamente por un máximo, que indicó la ausencia de sustrato, finalizando así la reacción e iniciando la etapa de filtración

Durante la filtración las variables monitoreadas fueron el flux y la PTM. La aplicación de retro-lavados estuvo regida por la ley de control que aplica un retro-lavado durante 10 s, cuando hubo un 50% de pérdida del flux máximo (empleando un 0.3% del permeado por retro-lavado). Esta ley fue aplicada para controlar la colmatación del módulo de membranas.

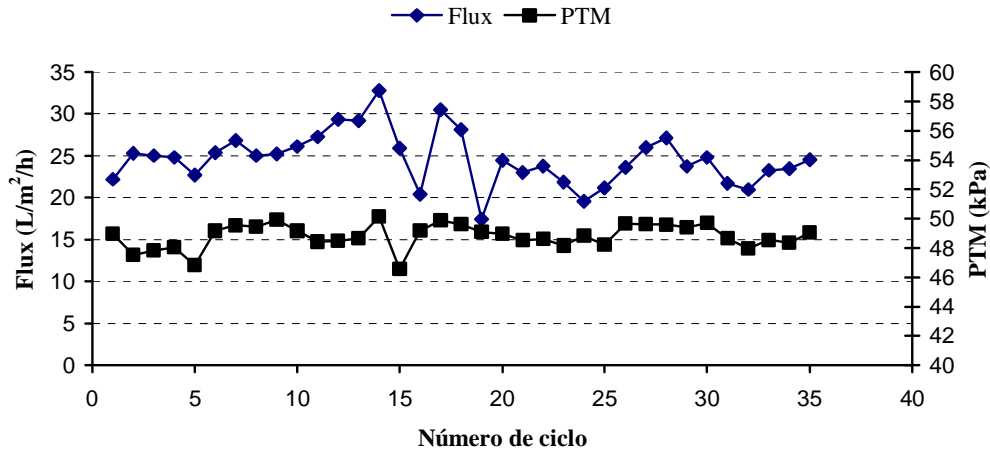
En la figura 5.12 se muestra un ciclo de operación con la combinación de ambas estrategias. En la gráfica se pueden apreciar las tres variables de control. Por una parte

está  $\gamma$ , valor tomado de la estrategia ED-TOC para controlar la inhibición de los microorganismos y mantener la tasa de degradación cerca a su valor máximo. En este sentido, a través del control con  $\gamma$  sólo se dosificó un lote de agua residual y una vez degradado el 4-CF inició la filtración. Por otra parte se monitoreó la evolución de la PTM y el flux para la aplicación óptima de los retro-lavados y evitar la colmatación de la membrana. Adicionalmente fueron mantenidas las condiciones hidrodinámicas dentro del reactor a través de la inyección de aire y la membrana estuvo en relajación durante la reacción, condiciones que han demostrado ser benéficas para controlar la colmatación (Jinling *et al.*, 2008; Tung-Wen *et al.*, 2008).



**Figura 5.12.** Ciclo de operación con la combinación de las estrategias  
A) llenado, B) reacción y C) filtrado

Para el seguimiento de la colmatación del módulo de membranas durante la operación con la combinación de las estrategias se calculó el promedio de la PTM y el flux en cada uno de los 35 ciclos de operación de la prueba y los resultados se presentan en la figura 5.13.



**Figura 5.13.** Evolución de la PTM y el flux con respecto al ciclo de operación en el reactor con la combinación de las estrategias

Cabe destacar que se logró cumplir con el objetivo de estas pruebas de corta duración; es decir, se consiguió operar de manera eficiente el biorreactor con la nueva estrategia que combinó a ED-TOC con filtración óptima; ya que mediante la medición de  $\gamma$  se mantuvo la mayor actividad de los microorganismos y adicionalmente la estrategia promete un buen control de la colmatación con la aplicación eficiente de retro-lavados

## 5.2.5. Comparación entre las estrategias

### 5.2.5.1. Comparación en función del tiempo de reacción

Con la finalidad de comparar la estrategia de filtración óptima con la combinación de ED-TOC y filtración óptima, se calculó el tiempo efectivo de duración del ciclo para degradar aproximadamente un litro de agua residual sintética con 350 mg4-CF/L en el influente.

En la figura 5.14 se muestran los resultados obtenidos y que sirven de comparación entre las estrategias. Puede observarse que con la combinación se redujo el tiempo de duración del ciclo aproximadamente en un 20% con respecto a la estrategia de filtración óptima, sin sacrificar la calidad del efluente.

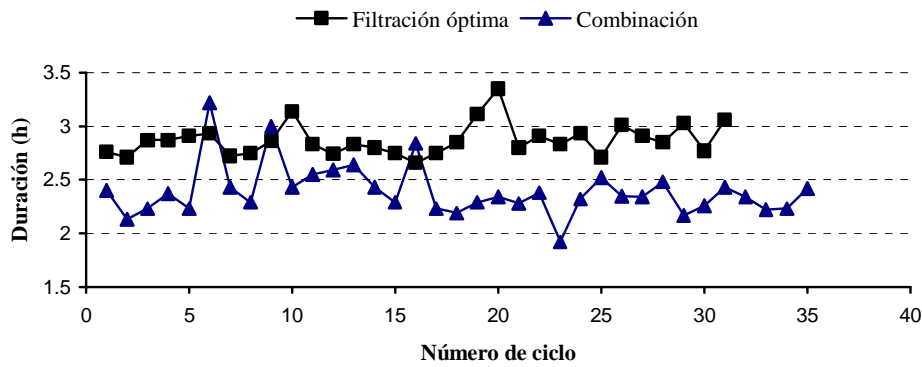


Figura 5.14. Comparación de la duración del ciclo entre la estrategia de filtración óptima y la combinación de ED-TOC más filtración óptima

### 5.2.5.2. Comparación en función de la calidad del efluente

La tabla 5.4 muestra una comparación entre la calidad del efluente obtenido con la aplicación de cada una de las estrategias.

Los resultados muestran que la calidad del efluente en cuanto a degradación del sustrato es excelente y en cuanto a turbidez también, ya que incluso cumple con el requisito exigido en la normatividad mexicana para turbidez en agua potable (NOM-127-SSA1-1994) cuyo límite máximo es 5 UTN (unidades de turbidez nefelométricas), excepto cuando el reactor operó con la estrategia ED-TOC, debido a que supera este valor.

Tabla 5.4. Comparación de la calidad del efluente entre las estrategias

Estrategia	Remoción (%)		Turbidez (UTN)
	COT	4-CF	
ED-TOC	98 ± 0.6	97 ± 1.0	5.93 ± 0.65
Filtración óptima	99 ± 0.2	97 ± 0.6	0.28 ± 0.18
ED-TOC + Filtración óptima	99 ± 0.3	97 ± 0.4	0.39 ± 0.21

Adicionalmente cuando se realiza la filtración con membranas se logran retener las bacterias y los huevos de helminto (Metcalf y Eddy, 2003) cumpliendo así con la NOM-

003-SEMARNAT-1997, por lo que el agua tratada podría ser usada directamente en riego sin necesidad de aplicar desinfección. En cambio, el efluente obtenido después de la sedimentación, con la estrategia ED-TOC requiere la aplicación de un tratamiento de desinfección antes de su reúso.

Los resultados muestran el potencial de la combinación de las estrategias, para ser propuesto como un nuevo método de operación en los SBR con membranas sumergidas para degradar compuestos tóxicos, debido a los beneficios obtenidos: disminución de la duración del ciclo, control de la colmatación y mayor calidad en el efluente. Sin embargo, el siguiente paso fue probar la estrategia por periodos más amplios de operación y poder hacer una conclusión final.

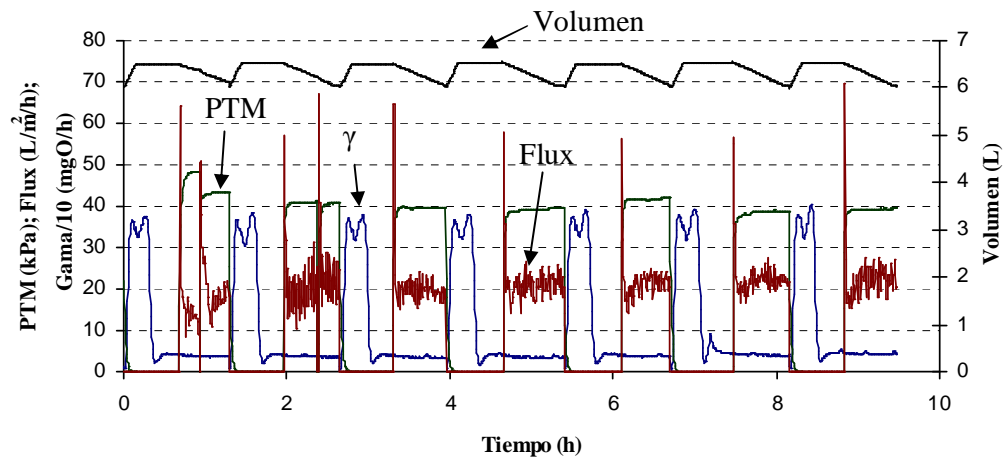
### **5.3. Operación del reactor a largo plazo con la combinación de la estrategia ED-TOC con filtración óptima**

Los resultados anteriores mostraron que con la combinación de las estrategias se logró optimizar la filtración y la degradación, lo cual dió pauta a la segunda etapa de la investigación: operar el reactor a largo plazo. La finalidad fue observar el desempeño de la estrategia durante la operación del reactor, para determinar durante cuánto tiempo la estrategia controla la colmatación, evitando la necesidad de un lavado químico de la membrana para remover la colmatación irreversible no eliminada con los métodos físicos aplicados.

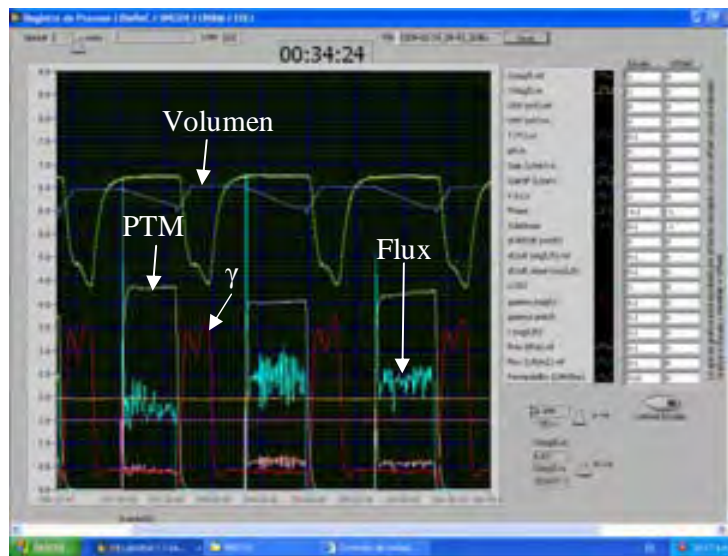
El reactor operó de manera eficiente con la combinación de las estrategias durante 42 días, equivalente a 640 ciclos. La figura 5.15 muestra una serie de ciclos representativos de la operación del reactor, puede observarse en la gráfica el comportamiento de las variables de interés para el control del proceso medidas en línea (flux, PTM y  $\gamma$ ).

La figura 5.16 muestra la evolución de la PTM y el flux durante la operación total del reactor. Después de 419 ciclos de operación (31 días) la PTM aumentó hasta alcanzar un valor crítico, es decir un valor cercano al límite de operación de la membrana de 60

kPa. En promedio la presión en dicho ciclo fue de  $55.75 \pm 0.63$  kPa. Al tener un valor tan alto, se tomó la decisión de parar el proceso y realizar un lavado químico. Puede observarse, en la figura 5.16, cómo después de la aplicación del lavado químico la PTM disminuyó y el flux aumentó, indicando la efectiva limpieza de la membrana.

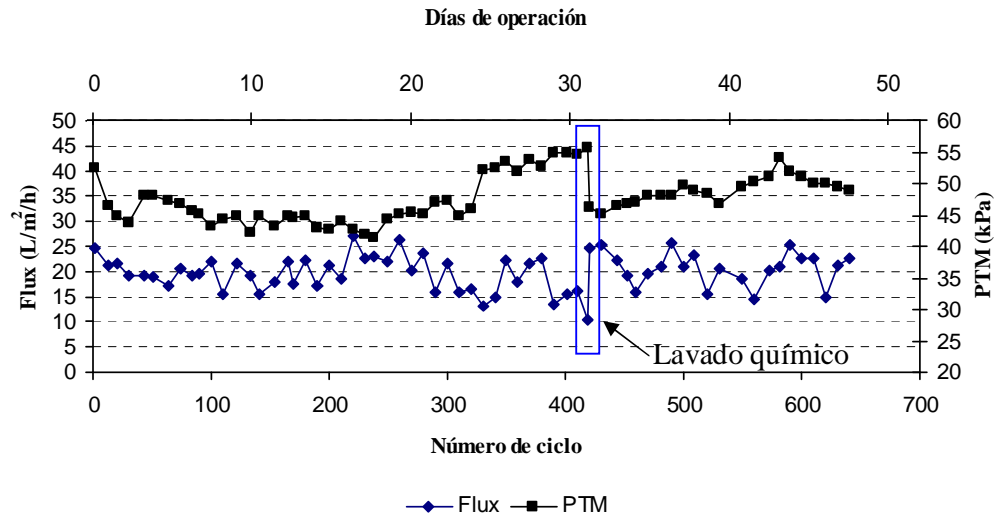


(a)



(b)

**Figura 5.15.** Volumen, PTM, flux y  $\gamma$  en función del tiempo en el reactor operado con la combinación de las estrategias. a) gráfica de los datos almacenados por la computadora, b) gráfica de las variables como eran observadas en la pantalla de la computadora



**Figura 5.16.** Variación de la PTM y el flux en función del ciclo y del tiempo de total de operación del MSBR

La diversidad de métodos para controlar la colmatación de las membranas puede observarse en las tablas 3.5 y 3.6. Tal variabilidad puede asociarse a las condiciones particulares de cada proceso: las características del módulo de membranas, las propiedades físico-químicas de la biomasa, la estrategia de operación y el tipo de agua residual. Al respecto, Le-Clech, *et al.* (2006) señalaron que la velocidad con la que se colmata una membrana varía significativamente dependiendo del tipo de membrana y las condiciones de operación particular de cada proceso.

Para aplicar las técnicas de control de colmatación, en los trabajos mostrados en la tabla 3.5, el criterio de los investigadores fue establecer y combinar un tiempo de filtración, un periodo de relajación y la aplicación de un retro-lavado (que varió entre los trabajos y no necesariamente aplicaron todas estas técnicas juntas). Si bien se trata de una manera efectiva de controlar la colmatación, la forma en que se seleccionó la duración y frecuencia de un retro-lavado, puede llevar a aplicar más retro-lavados de los necesarios deteriorando la membrana, ó menos provocando que la colmatación se acelere.

Contrario a lo expuesto en el párrafo anterior, en este trabajo se automatizó la aplicación de retro-lavados en función del flux, haciendo más eficiente el lavado de la membrana

ya que sólo se aplicó la cantidad de retro-lavados necesarios para mantener su buen desempeño y el lavado químico fue aplicado en el momento que la membrana lo necesitó; es decir cuando a pesar de los retro-lavados la membrana no recuperó su desempeño llegando a valores críticos de la PTM durante la operación.

### 5.3.1. Tiempo de regeneración

Es el tiempo efectivo de filtración entre una limpieza química y otra, el cual puede ser calculado a través de la ecuación 5.2 (McAdam *et al.*, 2005). La  $PTM_f$  es el valor máximo al cual puede operar la membrana, que en este caso fue 60 kPa según recomendación del proveedor, la  $PTM_i$  es la presión medida en el primer ciclo de operación, que resultó ser en promedio de  $47.86 \pm 0.03$  kPa.

$$t_{op} = \frac{PTM_f - PTM_i}{\Delta_{PTM} / \Delta_t} \quad \text{Ecuación (5.2)}$$

Donde:  $t_{op}$  = tiempo de regeneración [h]

$PTM_i$  = presión transmembrana inicial [kPa]

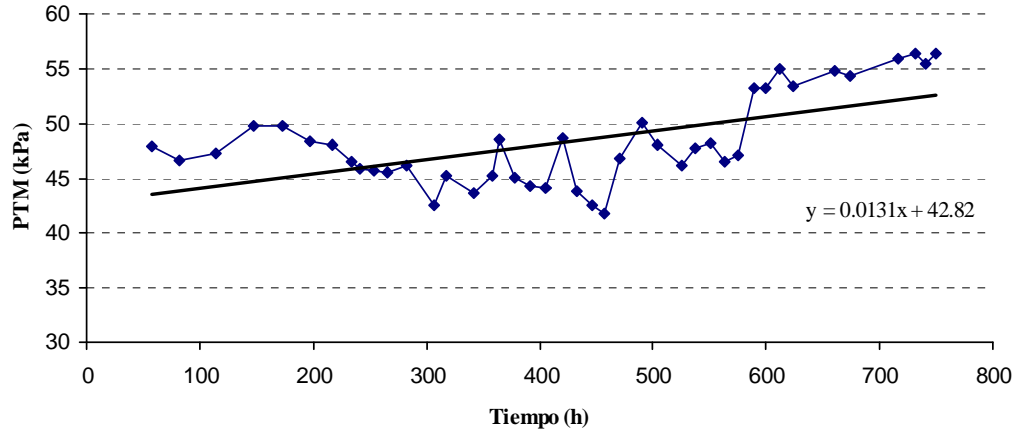
$PTM_f$  = presión transmembrana máxima de operación [kPa]

$\Delta_{PTM} / \Delta_t$  = diferencial de la PTM con respecto al tiempo (kPa/h)

Para determinar el tiempo de regeneración, cuando el reactor operó a largo plazo, fue necesario obtener la tasa de colmatación, es decir la diferencial de la PTM con respecto al tiempo ( $\Delta_{PTM} / \Delta_t$ ). Dicho valor fue obtenido promediando los tres valores más altos de la PTM alcanzados en cada ciclo, los cuales fueron graficados y ajustados a una recta (figura 5.17). Aplicando una regresión lineal, el valor de la pendiente obtenido corresponde a la tasa de colmatación, dando como resultado 0.013 kPa/h. El valor de la tasa de colmatación es variable de un autor a otro y se han reportado valores desde 0.4 kPa/h por Zhang *et al.* (2006) en una membrana de hoja plana de microfiltración, 0.6 kPa/h por Smbatsompop *et al.* (2006) utilizando una membrana de polietileno



hidrofílica y 2.33 kPa/h por Cervantes (2007) en una membrana tubular de fluoruro de polivinilideno.



**Figura 5.17.** Variación de la PTM con respecto al tiempo de operación para el cálculo de la tasa de colmatación

El valor del tiempo de regeneración fue calculado en 993.85 h (38.91 días). Comparado con el tiempo real el valor está 7.91 días por arriba de la aplicación real del lavado químico. Sin embargo, cabe destacar que la PTM no había alcanzado el valor máximo de operación (60 kPa), cuando fue lavada químicamente, sino que llegó a un promedio de  $56.45 \pm 0.03$  kPa. Sin embargo, la decisión fue tomada por seguridad buscando evitar daños a la membrana. Por lo que la diferencia en tiempo se compensa con la diferencia de la PTM al no haber alcanzado el límite de operación.

### 5.3.2. Calidad del efluente durante la operación del reactor con la combinación de las estrategias

El control de la calidad del efluente fue monitoreado determinando la eliminación del 4-CF, el COT, la aparición del metabolito y la turbidez del efluente.

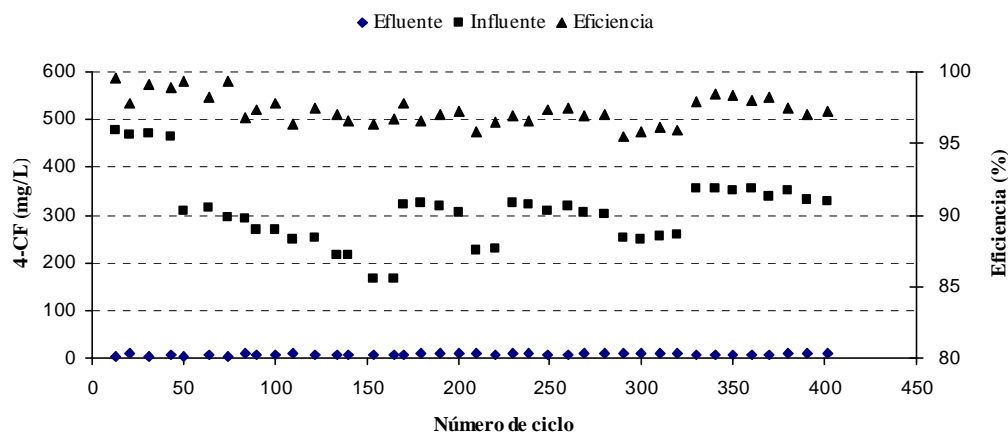
La figura 5.18 muestra los resultados obtenidos de la concentración del 4-CF medidos en el influente y el efluente, con estos datos se calculó la eficiencia de remoción,

mostrando resultados satisfactorios logrando porcentajes de remoción mayores al 95%. La eficiencia de remoción fue calculada con la ecuación 5.3.

$$Eficiencia = \frac{S_{in} - S_{ef}}{S_{in}} \times 100 \quad \text{Ecuación (5.3)}$$

Donde:  $S_{in}$  = concentración de sustrato en el influente [mg/L]

$S_{ef}$  = concentración de sustrato en el efluente [mg/L]



**Figura 5.18.** Concentración de 4-CF en el influente y el efluente para calcular la eficiencia de remoción en función del ciclo de operación

Para comprobar la eliminación del 4-CF y asegurarse de que no se produjera algún otro intermediario de la degradación del contaminante, se realizó el análisis de carbono orgánico total (COT). La figura 5.19 muestra el COT en el influente y el efluente del reactor, mostrando la eficiente eliminación del carbono.

Puede observarse la desaparición del carbono en el efluente, lo que indicó la eliminación del 4-CF y aseguró que no se produjera algún otro intermediario en la degradación, como el metabolito (5-cloro-2-hidroxi-ácido mucónico semialdehído).

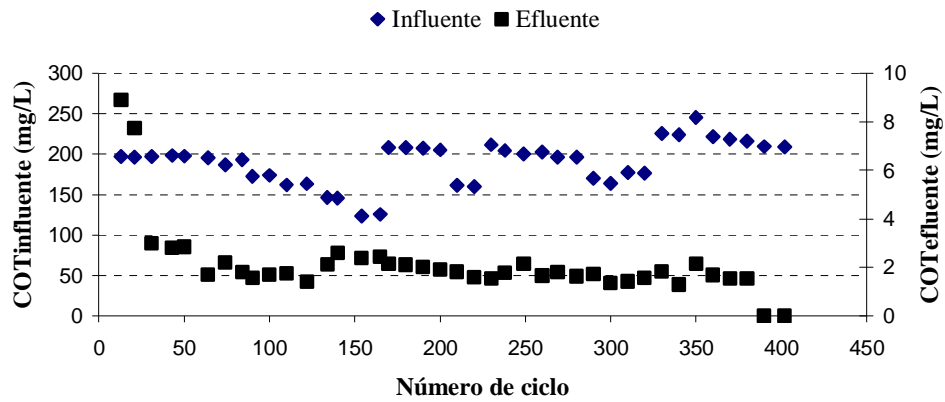


Figura 5.19. COT en el influente y efluente en función del ciclo de operación

Estos datos fueron analizados estadísticamente, con la finalidad de determinar la normalidad de la distribución a través de una gráfica de probabilidad normal, obtenida en el programa STATGRAFICS 5.0. El análisis es aplicado para una variable a analizar, los resultados muestran que el 99% de las muestras tomadas tuvo menos de 4 mg/L de COT en el efluente (figura 5.20), esto equivale a una eficiencia de remoción de  $99 \pm 0.8\%$ , indicando una excelente eliminación del carbono.

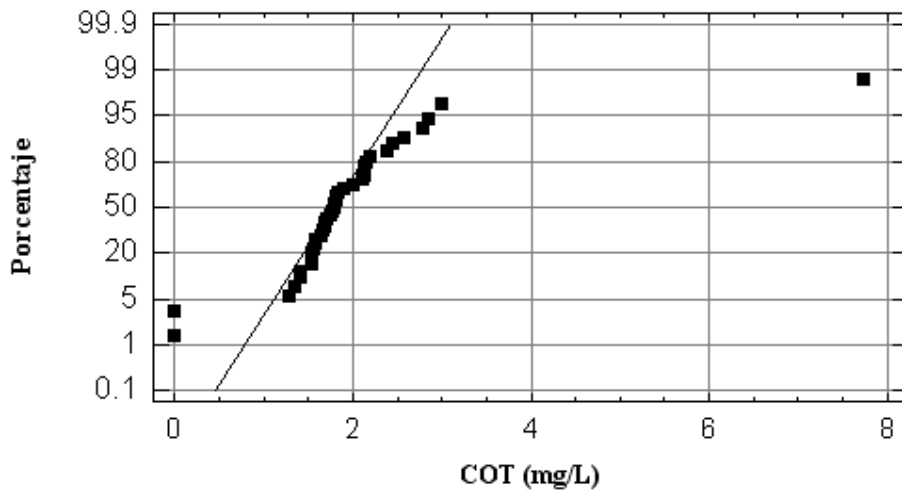
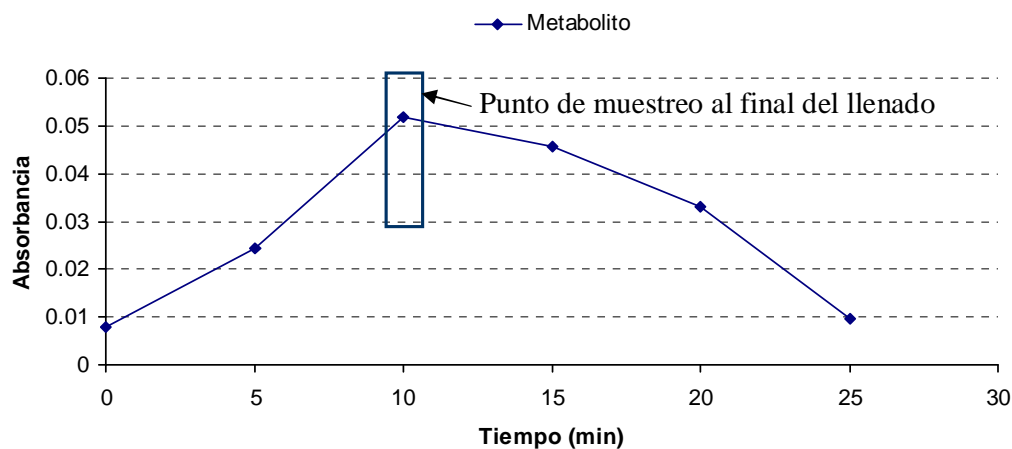


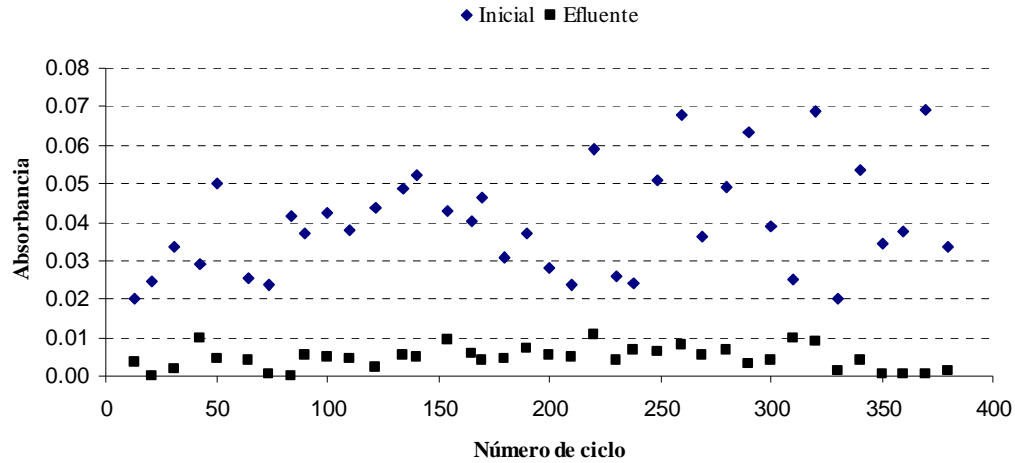
Figura 5.20. Análisis de la distribución normal del COT en el efluente

El metabolito (5-cloro-2-hidroxi-ácido mucónico semialdehído) fue monitoreado con la finalidad de observar que no se estuviera acumulando en el biorreactor. Se tomaron dos muestras: la primera inmediatamente después de que finalizaba el llenado, es decir en el momento en que se detectaba inhibición por exceso de sustrato con  $\gamma$ . A esta muestra se le denominó metabolito inicial y en este punto de muestreo se presentó la mayor producción del metabolito como puede observarse en la figura 5.21, la cual muestra una cinética de generación del metabolito durante la reacción. La segunda muestra fue tomada del efluente una vez finalizada la reacción.



**Figura 5.21.** Cinética de producción del metabolito en función del tiempo de reacción

Los resultados del seguimiento del metabolito se muestran en la figura 5.22, los valores iniciales fueron tomados inmediatamente cuando finalizó el llenado y posteriormente fue medido en el efluente. Claramente puede observarse que el metabolito no se acumuló en el biorreactor, puesto que los valores promedio de absorbancia en el influente fueron de  $0.04 \pm 0.01$  y siempre en efluente la absorbancia disminuía hasta valores promedio de  $0.004 \pm 0.002$ . Esto es un buen indicador, ya que cuando el metabolito se acumula provoca inhibición de los microorganismos e indica mala operación del reactor.



**Figura 5.22.** Metabolito en el influente y efluente en función del ciclo de operación

Finalmente fue determinada la turbidez del efluente filtrado con el módulo de membranas y los datos fueron sometidos a un análisis estadístico de distribución normal. Los resultados se presentan en la figura 5.23, encontrando que en el 99% de las muestras la turbidez fue menor a 0.6 UTN: esto indica un efluente de excelente calidad por ser un valor que cumple incluso con la normatividad mexicana para agua potable (menor a 5 UTN).

Como resultado se obtiene un efluente de alta calidad en cuanto a la eliminación del sustrato y turbidez. Además, debido a de que por sus características el módulo de membranas retiene bacterias y huevos de helmintos (Metcalf y Eddy, 2003), se podría eliminar parcialmente un tratamiento terciario (desinfección), ya que el agua cumple con las normas mexicanas para ser reutilizada en riego (NOM-003-SEMARNAT-1997).

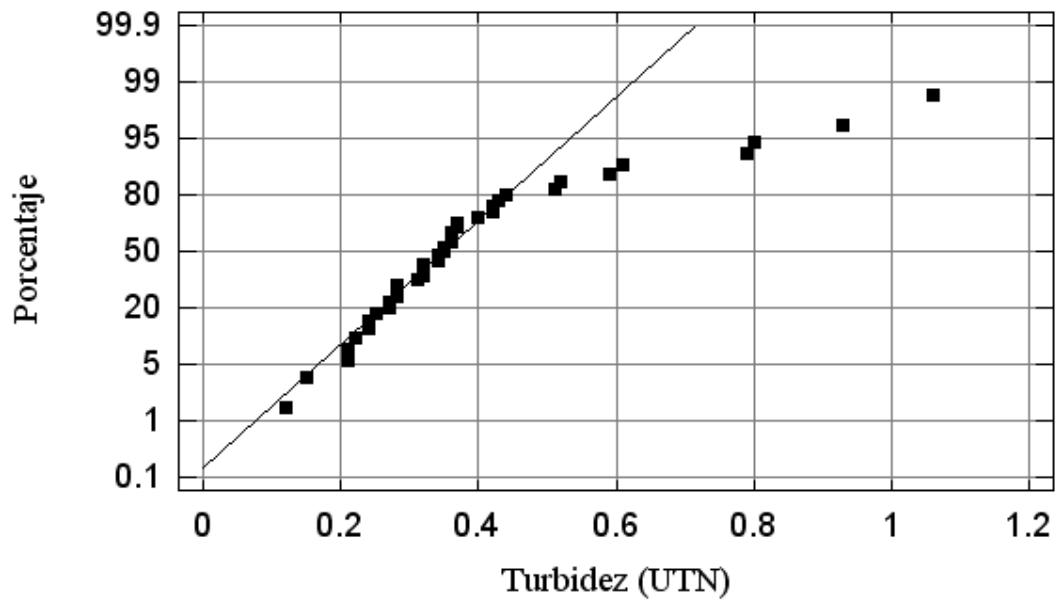


Figura 5.23. Análisis de distribución normal de la turbidez en el efluente

## **6. Conclusiones**

Se logró obtener un consorcio de microorganismos adaptados a la degradación de 4-CF, a través de la aplicación de la estrategia de tiempos variables.

Con la combinación de las estrategias ED-TOC y filtración óptima, se obtuvo una nueva estrategia de operación que aprovechó los beneficios de ambas. Por un lado disminuyó el tiempo del ciclo, dado que la tasa de degradación fue mantenida cercana a su máximo, obtenido de la estrategia ED-TOC, y por otro lado se logró aprovechar el control de la colmatación ofrecido por la estrategia de filtración óptima. Logrando además un efluente de mayor calidad característico de la filtración con membranas.

Dependiendo de la finalidad última del agua que se va a tratar dependerá la aplicación de la estrategia de tratamiento; es decir si se desea rapidez y baja calidad en el efluente puede aplicarse ED-TOC, en cambio si se busca rapidez y alta calidad la mejor opción es emplear la combinación de ambas estrategias.

Durante la operación prolongada del reactor con la combinación de las estrategias, el controlador mostró estabilidad, optimizando la degradación biológica y evitando la colmatación.

Los resultados logrados muestran el potencial de la combinación de las estrategias, por lo que se propone como un nuevo método de operación en los MSBR para la degradación de compuestos tóxicos.

---

## 7. Referencias

- American Public Health Association (APHA)/American Water Works Association (AWWA)/Water Environment Federation (WEF). (1992). *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. 18th ed. Greenberg, A.E., Clesceri, A.E., Eaton, A.D. (Eds.). Washington D.C.
- Baker R.W. (2004). *Membrane Technology and Applications*. 2nd ed. John Wiley & Sons. England.
- Buitrón G., Moreno-Andrade I., Betancur M., Moreno J. (2004). Application of the event-driven time optimal control strategy for the degradation of inhibitory wastewater in a discontinuous bioreactor. *4th IWA World Water Congress*. Marrakech.
- Cervantes L.R. (2007). *Evaluación de la colmatación en una membrana sumergida dentro de un biorreactor discontinuo automatizado*. Tesis de maestría. Universidad Nacional Autónoma de México. México D.F.
- Chen J., Rulkens W.H., Bruning H., (2007). Photochemical elimination of phenols and COD in industrial wastewaters. *Water Science Technology*. 35, 231–238.
- Cornelissen E.R., Vrouwenvelder J.S., Heijman S.G.J., Viallefont X.D., Van Der Kooij D., Wessels L.P. (2006). Periodic air/water cleaning for control of biofouling in spiral wound membrane elements. *Journal of Membrane Science*. **287**(1), 94-101.
- Cicek N. (2003). A review of membrane bioreactors and their potential application in the treatment of agricultural wastewater. *Canadian Biosystems Engineering*. **45**(6), 37-49.



- 
- Dialynas E. and Diamadopoulos E. (2009). Integration of a membrane bioreactor coupled with reverse osmosis for advanced treatment of municipal wastewater. *Desalination*. **238**, 302-311.
- Di Bella G., Durante F., Torregrosa M. (2006). The role of fouling mechanisms in a submerged membrane bioreactor during the start-up. *Desalination*. **200**(1-3), 722-724.
- Erkan S. and Filiz B.D. (2007). Biodegradation kinetics of 2,4-dichlorophenol by acclimated mixed cultures. *Journal of Biotechnology*. **127**, 716-726.
- Jia-yu T., Heng L., Jun N., Yan-ling Y., Shi-jie Y., Gui-bai L. (2009). Submerged membrane bioreactor (sMBR) for the treatment of contaminated raw water. *Chemical Engineering Journal*. **148**, 296-305.
- Jinling W., Le-Clech P., Stuetz R.M., Fane A.G., Vicki C. (2006). Effects of relaxation and backwashing conditions on fouling in membrane bioreactor. *Journal of Membrane Science*. **324**, 26-32.
- Judd S. (2008). The status of membrane bioreactor technology. *Trends in Biotechnology*. **26** (2), 109-116.
- Le-Clech P., Chen V., Fane A.G. (2006). Fouling in membrane bioreactors used in wastewater treatment. *Journal of Membrane Science*. **284**, 17-53.
- Liao B., Bagley D.M., Kraemer H.E., Leppard G.G., Liss S.N. (2004). A review of biofouling and its control in membrane separation bioreactors. *Water Environment Research*. **76**(5), 425-436.
- Marrot B., Barrios-Martínez A., Moulin P., Roche N. (2004). Industrial wastewater treatment in a membrane bioreactor: a review. *Environmental Progress*. **23**, 59-68.

- 
- McAdam E., Judd S.J., Gildemeister R., Drews A., Kraume M. (2005). Critical analysis of submerged membrane sequencing batch reactor operating conditions. *Water Research*. **39**, 4011-4019.
- Meng F., Chae S., Drews A., Kraume M., Shin H., Yang F. (2009). Recent advances in membrane bioreactors (MBRs): Membrane fouling and membrane material. *Water Research*. **43** (6), 1489-1512.
- Metcalf and Eddy. (2003). *Wastewater engineering treatment and reuse*. McGraw-Hill. 4th ed. United States of America.
- Molina-Muñoz M., Poyatos J.M., Sánchez-Peinado M., Hontoria E. (2009). Microbial community structure and dynamics in a pilot-scale submerged membrane bioreactor aerobically treating domestic wastewater under real operation conditions. *Science of the Total Environment*. **407**, 3994-4003.
- Moreno-Andrade I. (2006). *Biodegradación óptima de compuestos fenólicos en un reactor discontinuo secuencial*. Tesis de doctorado. Universidad Nacional Autónoma de México. México D.F.
- Moreno-Andrade I., Buitrón G., Betancur M., Moreno J. (2006). Optimal degradation of inhibitory wastewaters in a fed-batch bioreactor. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*. **81**, 713-720.
- Moreno-Andrade I. y Buitrón G. (2004). Variation of the microbial activity during the acclimation phase of a SBR system degrading 4-chlorophenol. *Water Science and Technology*. **5**, 251-258.
- Moreno G. and Buitrón G. (2004). Influence of the origin of the inoculum and the acclimation strategy on the degradation of 4-chlorophenol. *Bioresource Technology*. **94**(2), 215-218.

- 
- Moreno J.A., Betancur M.J., Buitrón G., Moreno-Andrade I. (2006). Event-drive time optimal control for a class of discontinuous bioreactors. *Biotechnology and Bioengineering*. **94**(4), 803-814.
- Ognier S., Wisniewski C., Grasmick A. (2002). Characterisation and modelling of fouling in membrane bioreactors. *Desalination*. **146**, 141-147.
- Ohsung K., Hyungmo Y., Youngkeun C., Soohong N. (2008). Fouling control of a submerged membrane module (YEF) by filtration modes. *Desalination*. **234**, 81-88.
- Parson J.R. and Commandeur L.C.M. (1990). Degradation of halogenated aromatic compounds. *Biodegradation*. **1**, 207-220.
- Ramalho R.S. (1996). *Tratamiento de aguas residuales*. Reverté. Barcelona. España.
- Shoutong Z., Yanbo Q., Yihui L., Fenglin Y., Xingwen Z., Kenji F., Yuji Y. (2005). Experimental study of domestic sewage treatment with a metal membrane birreactor. *Desalination*. **177**, 83-93.
- Silva A.E., Vega E., Martínez P. (2004). Criterios de selección de procesos de separación por membranas. *XIV Congreso Nacional de Ingeniería Sanitaria y Ambiental. Facultad de Ingeniería. UNAM*.
- Sombatsompop K., Visvanathan C., Ben A.R. (2006). Evaluation of biofouling phenomenon in suspended and attached growth membrane bioreactor systems. *Desalination*. **201**(1-3), 138-149.
- Tay, J.H. Yang, P. Zhuang, W.Q. Tay, S.T.L. Pan, Z.H. (2007). Reactor performance and membrane filtration in aerobic granular sludge membrane bioreactor. *Journal of Membrane Science*. **304**, 24-32.

- 
- Tae-Hyun B., Sung-Soo H., Tae-Moon T. (2003). Membrane sequencing batch reactor system for the treatment of dairy industry wastewater. *Process Biochemistry*. **39**, 221-231.
- Tung-Wen C. and Zeh-Wae L. (2008). Effects of aeration and inclination on flux performance of submerged membrane filtration. *Desalination*. **234**, 74-80.
- Van der Roest H.F., Lawrence D. P., Van Bentem A. G. (2002). *Membrane biorreactor for municipal wastewater treatment*. STOWA Report. STOWA. IWA Publishing (Ed.).
- Vargas A., Moreno-Andrade I., Buitrón G. (2008), Controlled backwashing in a membrane sequencing batch reactor used for toxic wastewater treatment, *Journal of Membrane Science*. **320** (1-2), 185-190.
- Water Environment Federation (WEF). (2006). *Membrane systems for wastewater treatment*. McGraw-Hill. United States of America. Pages 93-94.
- Wen-Tao Z., Xia H., Duu-Jong L., Xiao-Hui W., Yue-Xiao S. (2009). Use of submerged anaerobic–anoxic–oxic membrane bioreactor to treat highly toxic coke wastewater with complete sludge retention. *Journal of Membrane Science*. **330**, 57-64.
- Winkler M. (2008). *Tratamiento biológico de aguas de desecho*. LIMUSA. México D. F.
- Xiao-Mao W. and Xiao-Yan L. (2008). Accumulation of biopolymer clusters in a submerged membrane bioreactor and its effect on membrane fouling. *Water Research*. **42**, 855-862.
- Yang W., Cicek N., Ilg J. (2006). State-of-the-art of membrane bioreactors: worldwide research and commercial applications in North America. *Journal Membrane Science*. **270**, 201-211.

- 
- Yigit N.O., Uzal N., Koseoglu H., Harman I., Yukseler H., Yetis U., Civelekoglu G., Kitisa M. (2009). Treatment of a denim producing textile industry wastewater using pilot-scale membrane bioreactor. *Desalination*. **240**, 143-150.
- Zhang J., Chua H.C., Zhou J., Fane A.G. (2006). Factors affecting the membrane performance in submerged membrane bioreactors. *Journal of Membrane Science*. **284**(1-2), 54-66.
- Zhiwei W., Zhichao W., Xing Y., Lumei T. (2008). Membrane fouling in a submerged membrane bioreactor (MBR) under sub-critical flux operation: Membrane foulant and gel layer characterization. *Journal of Membrane Science*. **325**, 238-244.
- Zhiqiang L., Miao Q., Wenchao A., Zhenai S. (2007). An application of membrane bioreactor process for the wastewater treatment of Qingdao International Airport. *Desalination*. **202**, 144-149.
- Zondervan E., Ben H.L., Betlem B.R. (2006). Development of a dynamic model for cleaning ultra filtration membranes fouled by surface water. *Journal of Membrane Science*. **289**, 26-31.
- Zondervan E. and Brian R. (2007). Evaluation of different cleaning agents used for cleaning ultra filtration membranes fouled by surface water. *Journal of Membrane Science*. **304**(1-2), 40-49.

---

## 8. Publicaciones

Buitrón G., Sandoval J.L., Vargas A. (2009). Automated batch membrane bioreactor for the degradation of inhibitory wastewater. *5<sup>th</sup> IWA Specialised Membrane Technology Conference for Water and Wastewater Treatment*. 1-3/09/2009. Beijing, China. Aceptado.

Sandoval J.L., Vargas A., Buitrón G. (2009). Maximización de la degradación y la filtración en un biorreactor con membranas sumergidas. *XIII Congreso Nacional de Biotecnología y Bioingeniería y VII Simposio Internacional de Producción de Alcoholes y Levaduras*. 21-26/06/2009. Acapulco Guerrero, México.

Vargas A., Sandoval J.L., Buitrón G. (2009). Controlled operation of a membrane SBR for inhibitory wastewater treatment. *10<sup>th</sup> IWA Conference on Instrumentation, Control and Automation*. 14-17/06/2009. Cairns, Australia. Aceptado en Water Science and Technology. WST-WSTWS-EM09230.