

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONÓMA DE MÉXICO

PROGRAMA DE POSGRADO DE MAESTRÍA Y DOCTORADO EN INGENIERÍA

Ingeniería Ambiental

SISTEMA DE MEMBRANAS SUMERGIDAS PARA EL SISTEMA DE LODOS ACTIVADOS DE LA PLANTA DE TRATAMIENTO DE AGUAS RESIDUALES EN CIUDAD UNIVERSITARIA, UNAM

TESIS

Que para obtener el grado de MAESTRO EN INGENIERÍA AMBIENTAL Presenta

MEMBRILLO PACHECO RAÚL

TUTOR:

DR. OSCAR GONZÁLEZ BARCELÓ

México D.F.

Junio 2012

INSTITUTO DE INGENIERÍA

"POR MI RAZA HABLARÁ EL ESPÍRITU"



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.

Pensamiento

"Actúa en vez de suplicar. Sacrifícate sin esperanza de gloria ni recompensa. Si quieres conocer los milagros, hazlos tú antes. Solo así podrá cumplirse tu peculiar destino".

Ludwig van Beethoven

Jurado ampliado:

Presidente:	Dr. Alfonso Durán Moreno
Secretario:	Dra. Petia Mijaelova Nacheva
Vocal:	Dr. Oscar González Barceló
1 ^{er} Suplente:	Dr. Enrique Cesar Valdez
2 ^{do} Suplente:	Dr. Iván Moreno Andrade

Lugar donde se realizó la tesis:

Laboratorio de Bioprocesos e Ingeniería Ambiental del Instituto de Ingeniería.

Tutor de tesis

Dr. Oscar González Barceló

Agradecimientos

Dr. Oscar González Barceló:

Le agradezco primeramente el gran apoyo y paciencia que recibí de usted durante el desarrollo de este trabajo y las más sinceras gracias.

Jurado:

Les agradezco su apoyo en sus comentarios y asesoría para la elaboración de este estudio, muchas gracias.

Planta de tratamiento de aguas residuales de CU

Les agradezco al M.I. Juan Hilario García Gil y a los operadores su ayuda y apoyo. Las más sinceras gracias.

A mis amigos

Flor, Ulises, Julio, Alfredo, Rubí, Marisol, Luis, Beatriz C., Beatriz G., Mónica, Everardo, Tania G., Lucero C., Rosalinda, Judith, Candy, Miriam, Karen, Sandra, Tetzin, Nancy, Daniela y Betzabeth. Porque su amistad fue una de las mejores experiencias.

"El ser humano puede soportar una semana de sed, dos semanas de hambre, muchos años sin techo, pero no puede soportar la soledad" *Once minutos*, Paulo Coehlo.

CONACYT

Les agradezco su apoyo económico en la estancia de la maestría.

He aprendido de todos ellos

Dedicatorias

A mis padres

María Guadalupe Pacheco Luna y José Luis Membrillo Estrada, por siempre mostrarme su gran incondicionalidad en todo y apoyo.

A mis hermanos

Rocío, Luis, Marisol, Ma Guadalupe, y Dulce María. Por todo el afecto y amor en la vida familiar.

ÍNDICE

1. In	troducción	1
1.1 1.2 1.2.1 1.2.2 1.3	Justificación Objetivos General Particulares Alcances	1 2 2 2 2
2. An	itecedentes	3
2.1 2.1.1	Reactores biológicos con membranas Diagramas de flujo para sistemas MBR	3 4
2.2 2.2.1 2.2.2 2.2.3 2.2.4	Ensuciamiento de membranas en MBR Clasificación de factores que producen el ensuciamiento Características de la biomasa Condiciones de operación Características de la membrana	5 6 7 19 27
2.3	Clasificación del ensuciamiento de la membrana. Ensuciamiento reversible, irreversible e irrecuperable	30
2.4	Modelos para explicar el ensuciamiento	31
2.5	Parámetros hidráulicos	32
2.6	Problemática identificada	39
3. Metodología		40
3.1	Sistema de membranas instalado en CU	40
3.2	Plan experimental	44
3.3	Métodos analíticos	47
4. Re	sultados	49
4.1 4.1.1 4.1.2 4.1.3	Primera etapa de operación del sistema con membranas Sólidos suspendidos, DQO y DBO. Comportamiento de los parámetros hidráulicos de operación por día Comportamiento del sistema MBR a largo plazo	49 49 51 53

4.2	Segunda etapa de operación del sistema con membranas	63
4.2.1	SSLM en el ensuciamiento	70
4.2.2	SSLM y EPS en el ensuciamiento	71
4.2.3	SSLM, EPS atrapadas y EPS solubles en el ensuciamiento	75
4.2.4	Proteínas y carbohidratos solubles en el ensuciamiento	80
5. Co	nclusiones	88
6. Ref	ferencias bibliográficas	91
ANEXC	I Sistema MBR implantado en la PTAR de Ciudad Universitaria	101
ANEXC) II Construcción de gráficas de los parámetros hidráulicos	109
ANEXO III Determinación de los contenidos de SPE y SMP como: carbohidratos, proteínas y ácidos húmicos		121

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1	Esquema de lodos activados convencional.	3
Figura 2.2	Sistema de membranas externo.	4
Figura 2.3	Sistema de membranas inmerso.	4
Figura 2.4	Biorreactor de membranas sumergidas.	4
Figura 2.5	Biorreactor de membranas con NF/OI.	5
Figura 2.6	Tratamiento convencional de lodos activados con MF/UF.	5
Figura 2.7	Tratamiento convencional de lodos activados con MF/UF y NF/OI.	5
Figura 2.8	Clasificación de factores que propician el ensuciamiento de las membranas (Judd, 2006).	6
Figura 2.9	Factores que participan en el ensuciamiento de membranas sumergidas en MBR (Le-Clech et al., 2007).	7
Figura 2.10	Contribuciones relativas (en %) de las diferentes fracciones de la biomasa, al ensuciamiento de las membranas (Judd, 2006).	8
Figura 2.11	Caracterización de EPS.	12
Figura 2.12	Representación simplificada de EPS, eEPS y SMP (Judd, S., 2006).	13
Figura 2.13	Clasificación de EPS, PAU, PAB y la biomasa activa e inerte (Laspidou et al., 2002).	15
Figura 2.14	Viscosidad a diferentes concentraciones de SSLM y tasas específicas de cortante (Le-Clech et al., 2007).	18
Figura 2.15	Dos zonas operativas de filtración que relacionan el flux (J) con la PTM (Chang et al., 2002).	23
Figura 2.16	Información del flux típico empleando el método de flux a pasos (Chang et al., 2002).	24
Figura 2.17	Ensuciamiento reversible, irreversible e irrecuperable (Meng et al., 2009).	31
Figura 2.18	Filtrado a presión.	34
Figura 2.19	Filtrado por gravedad, sin succión por vacío.	34

Figura 2.20	Filtrado con succión.	35
Figura 2.21	Valores de PTM con el empleo de una bomba de succión de permeado.	35
Figura 2.22	Valores de PTM con el empleo de una bomba para la alimentación a presión (WEF, 2006).	36
Figura 2.23	La rapidez de ensuciamiento reversible y la rapidez de ensuciamiento residual durante los ciclos de permeado y relajación (Guglielmi et al., 2007).	37
Figura 2.24	La rapidez de ensuciamiento reversible y la rapidez de ensuciamiento residual durante los ciclos de permeado.	37
Figura 2.25	Esquema de las diferentes rapideces de ensuciamiento en un MBR (Kraume et al., 2009).	38
Figura 2.26	Después de un largo tiempo de operación del MBR, en que la limpieza física no es suficiente para controlar el ensuciamiento o atascamiento, (Gao et al., 2009).	39
Figura 3.1	Distribución en planta de la PTAR de CU.	41
Figura 3.2	Línea de cargas piezométricas del sistema de succión del reactor biológico de membranas sumergidas.	42
Figura 3.3	Sistema MBR.	42
Figura 3.4	Tanque de lodos activados.	42
Figura 3.5	Tanque de membranas.	43
Figura 3.6	Unidad de membranas.	43
Figura 3.7	Recirculación de lodos.	44
Figura 3.8	Bomba de lóbulos para efectuar el permeado.	44
Figura 3.9	Componentes de la línea piezométrica en la alimentación y en el filtrado para la obtención de la PTM.	46
Figura 3.10	Muestreo del influente.	48
Figura 3.11	Muestreo del tanque de aireación.	48
Figura 3.12	Muestreo del tanque de membranas.	48
Figura 3.13	Muestreo del permeado.	48
Figura 4.1	DBO_5 Influente y permeado durante la primera etapa.	50
Figura 4.2	DQO Influente y permeado durante la primera etapa.	50

Figura 4.3	SST en tanque de aireación, tanque de membranas y efluente permeado durante la primera etapa.	51
Figura 4.4	Presión de transmembrana día 45 (20 de abril 2011). Primera etapa.	52
Figura 4.5	Presión transmembrana día 72 (17 de mayo 2011). Término de primera etapa.	52
Figura 4.6	Flux vs tiempo.	54
Figura 4.7	PTM vs tiempo.	55
Figura 4.8	Resistencia total de ensuciamiento vs tiempo.	57
Figura 4.9	Rapidez de ensuciamiento reversible vs tiempo.	58
Figura 4.10	PTM vs flux.	60
Figura 4.11	Resistencia total vs permeabilidad	62
Figura 4.12	DBO_5 del influente y permeado durante la segunda etapa.	64
Figura 4.13	DQO Influente y permeado durante la segunda etapa.	64
Figura 4.14	SST en tanque de aireación, tanque de membranas y permeado durante la segunda etapa.	65
Figura 4.15	Volumen tratado y purga de lodos	66
Figura 4.16	Sólidos sedimentables vs tiempo del tanque de membranas y del tanque de aireación.	66
Figura 4.17	Flux vs tiempo en la primera etapa.	67
Figura 4.18	Flux vs tiempo en la segunda etapa.	67
Figura 4.19	PTM y flux vs tiempo en la primera etapa.	68
Figura 4.20	PTM y flux vs tiempo en la segunda etapa.	68
Figura 4.21	Resistencia total en la primera etapa.	69
Figura 4.22	Resistencia total en la segunda etapa.	69
Figura 4.23	Limpieza química la unidad de membranas	70
Figura 4.24	Resistencia total, flux vs masa primera etapa (desde el día 45 al día 72).	72
Figura 4.25	Resistencia total, flux vs masa segunda etapa.	73

Figura 4.26	Relación entre resistencias durante la operación en la primera etapa.	73
Figura 4.27	Relación entre resistencias durante la operación en la segunda etapa.	74
Figura 4.28	Sustancias húmicas vs tiempo.	76
Figura 4.29	EPS atrapadas y SMP en el tanque de membranas.	77
Figura 4.30	Relación proteínas/carbohidratos en EPS.	78
Figura 4.31	Relación proteínas/carbohidratos en SMP.	79
Figura 4.32	Proteínas solubles en el tanque de membranas y permeado.	81
Figura 4.33	Carbohidratos solubles en el tanque de membranas y permeado.	82
Figura 4.34	Proteínas atrapadas.	84
Figura 4.35	Carbohidratos atrapados.	85
Figura 4.36	Proteínas solubles.	86
Figura 4.37	Carbohidratos solubles.	87
Figura AI.1	Panorama general del sistema MBR en la PTAR de CU.	101
Figura AI.2	Desarenador tipo Vortex	102
Figura AI.3	Desarenador tipo Vortex.	102
Figura AI.4	Criba rotatoria	103
Figura AI.5	Criba rotatoria	103
Figura AI.6	Placa perforada	103
Figura AI.7	Influente tanque de aireación	104
Figura AI.8	Arreglo de difusores tubulares	104
Figura AI.9	Tanque de aireación	104
Figura AI.10	Soplador	105
Figura AI.11	Bomba de alimentación del tanque de membranas.	105
Figura AI.12	Accesorio de acoplamiento a la bomba de alimentación del de membranas.	105

Figura AI.13	Unidad de membranas	106
Figura AI.14	Placas de membranas	106
Figura AI.15	Tanque de membranas agitado con aire	106
Figura AI.16	Placa de membrana	106
Figura AI.17	Diseño del sistema Huber VRM [®]	107
Figura AI.18	Bomba de succión	108
Figura AI.19	Permeado	108
Figura AII.1	Medición de caudal y presión negativa	109
Figura AII.2	Medición de caudal y presión negativa	109
Figura AII.3	El manómetro en ciclo de relajación	109
Figura AII.4	El manómetro en ciclo de operación (extracción de permeado)	109
Figura AII.5	Medidor de caudal del influente	110
Figura AII.6	Medidor del volumen de purgas	110
Figura AII.7	Presión de filtrado	112
Figura AII.8	Presión de transmembrana	114
Figura AII.9	Permeabilidad	116
Figura AII.10	Rapidez de ensuciamiento reversible	118
Figura AII.11	Resistencia total de ensuciamiento	120
Figura AIII.1	Técnica de calentamiento	122
Figura AIII.2	Técnica de Calentamiento	122
Figura AIII.3	Determinación de carbohidratos	123
Figura AIII.4	En el orden en que aprecen Solución Lowry A bis, Solución Lowry A y Solución Lowry B	125
Figura AIII.5	Determinación de proteínas	126

LISTA DE TABLAS

Tabla 3.1	Condiciones de operación de diseño del tanque de lodos activados (Huber, 2010).	43
Tabla 3.2.	Condiciones de operación de diseño del tanque de membranas sumergidas MBR (Huber, 2010).	43
Tabla 4.1	Flux vs tiempo.	53
Tabla 4.2	PTM vs tiempo.	55
Tabla 4.3	Resistencia total de ensuciamiento vs tiempo.	56
Tabla 4.4	Rapidez de ensuciamiento reversible vs tiempo.	58
Tabla 4.5	PTM vs flux.	60
Tabla 4.6	Resistencia total vs permeabilidad.	61
Tabla 4.7	Resumen primera etapa de operación	62
Tabla 4.8	Sustancias húmicas vs tiempo.	76
Tabla 4.9	EPS atrapadas y SMP en el tanque de membranas.	77
Tabla 4.10	Relación proteínas/carbohidratos en EPS.	78
Tabla 4.11	Relación proteínas/carbohidratos en SMP.	79
Tabla 4.12	Proteínas solubles en el tanque de membranas y permeado.	81
Tabla 4.13	Carbohidratos solubles en el tanque de membranas y permeado.	82
Tabla 4.14	Proteínas atrapadas.	83
Tabla 4.15	Carbohidratos atrapados.	84
Tabla 4.16	Proteínas solubles.	85
Tabla 4.17	Carbohidratos solubles.	86
Tabla AII.1	Presión de filtrado	111
Tabla AII.2	Presión de transmembrana	113
Tabla AII.3	Permeabilidad	115
Tabla AII.4	Rapidez de ensuciamiento reversible	117

Tabla AII.5 Resistencia total de ensuciamiento

NOMENCLATURA

A: área superficial de la unidad de membranas.

CAP: carbón activado pulverizado.

CFV: (cross flow velocity) velocidad de flujo transversal.

CIP: (por sus siglas en inglés, cleaning in place) limpieza in situ.

COT: carbón orgánico total.

CU: Ciudad Universitaria.

DBO: demanda bioquímica de oxígeno.

DQO: demanda química de oxígeno.

EPS: (extracelluar polimeric sustances) Sustancias poliméricas extracelulares.

eEPS: (eExtracted extracelluar polimeric sustances) Sustancias poliméricas extracelulares extraídas.

eEPSc: sustancias poliméricas extracelulares extraídas relativas a carbohidratos.

eEPSp: sustancias poliméricas extracelulares extraídas relativas a proteínas. J: flux.

MBR: biorreactor de membranas.

MF: microfiltración.

MWCO: molecular weight cutoff.

NF: nanofiltración.

OI: osmosis inversa.

PAB: productos asociados a la biomasa.

PAU: productos asociados a la utilización del sustrato.

 $p_F =:$ presión en la entrada de alimentación

 p_R =: presión en la zona del material retenido (rechazo)

p_f =: presión en zona del filtrado

PTM: presión de transmembrana.

PTAR: planta de tratamiento de aguas residuales.

PTAR de CU: Planta de Tratamiento de Aguas Residuales de CU.

 Q_F : caudal alimentado.

 Q_R : caudal no filtrado (rechazo).

Q_f ó Q: caudal filtrado.

R_{memb} : resistencia intrínseca de la membrana.

R_{rev}: resistencia reversible.

R_{irrev}: resistencia irreversible.

 R_T : resistencia total.

SMP: (soluble microbial sustances) Sustancias microbiales solubles o fracción soluble de EPS.

sEPSp=SMPc: sustancias microbiales solubles relativas a carbohidratos.

sEPSp= SMPp: Sustancias microbiales solubles relativas a proteínas.

SSLM: sólidos suspendidos de licor mezclado.

SST: sólidos suspendidos totales.

SSVLM: sólidos suspendidos volátiles de licor mezclado.

TRC: tiempo de retención celular.

TRH: tiempo de retención hidraulico

UF: ultrafiltración.

UNAM: Universidad Nacional Autónoma de México.

VFT: velocidad de flujo transversal.

 μ : viscosidad dinámica.

 Δ PTM: incremento de presión de transmembrana.

 Δt : incremento de tiempo.

RESUMEN

El ensuciamiento es uno de los principales problemas en la operación de los biorreactores de membranas (MBR). En este estudio se empleó un sistema de membranas el cual se acondicionó al sistema de lodos activados de la planta de tratamiento de aguas residuales de Ciudad Universitaria México D.F., para mejorar el efluente e implantar una nueva tecnología. El agua residual utilizada es de la población estudiantil y de una colonia aledaña.

Con la Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO) del influente y del permeado se determinó la calidad del agua tratada. El MBR tuvo una eficiencia en remoción de materia orgánica de 98%. Los sólidos suspendidos del efluente filtrado presentaron valores por debajo del mínimo detectable.

Durante el estudio que consistió en dos etapas se realizaron curvas del comportamiento de los parámetros hidráulicos de operación por día como: flux, presión de transmembrana (PTM), permeabilidad, rapidez de ensuciamiento reversible, resistencia de la capa de ensuciamiento, y resistencia total. Con los promedios diarios se realizaron las curvas a largo plazo para ambas etapas, para conocer el desempeño del MBR. Entre las dos etapas se realizó una limpieza química con hipoclorito de sodio de recuperación.

El MBR operó a intervalos frecuentes de ciclos de operación de vacío inducido para la extracción del permeado y de ciclos de restriegue de aire para remover los materiales acumulados en la superficie de las membranas. Los tiempos intermitentes fueron de 4 minutos de operación y 1 minuto de relajación en la primera etapa, y de 8 minutos de operación y 2 minutos de relajación en la segunda etapa. La modalidad de la operación fue a flux constante. La PTM estuvo en el rango de 30-400 mbar y el flux estuvo entre 9-25 L/m²·h para ambas etapas. Los flux empleados en la planta de tratamiento de aguas residuales de CU pueden considerarse como flux subcríticos de acuerdo a la literatura revisada.

Los resultados obtenidos sugieren que no solamente la concentración de los sólidos suspendidos pueden ser empleados para explicar el incremento de la PTM o el aumento en la resistencia total a la filtración a largo plazo. Las rapideces en los incrementos de PTM en ambas etapas de 6.5 mbar/día y de 4.32 mbar/día probaron que una parte del ensuciamiento en la membrana es irreversible ya que los ciclos intermitentes de restriegue de aire no son eficientes para removerlo. De la literatura se puede inferir que hay un ensuciamiento muy rápido en el sistema de membranas de Ciudad Universitaria. Entre las etapas uno y dos de operación, se realizó una limpieza química de recuperación a las membranas para restablecer su permeabilidad inicial, la primera etapa comprendió del día 7 de marzo al día 17 de mayo de 2011 y la segunda etapa comprendió del día 28 de septiembre al día 14 de noviembre 2011. La concentración promedio de SST en la primera etapa de operación fue mayor en el tanque de lodos activados de 5400 mg/L que la contenida en el tanque de membranas de 4175 mg/L. La concentración de promedio SST en la segunda etapa de operación fue mayor en

el tanque de membranas de 2630 mg/L que la contenida en el tanque de lodos activados de 1820 mg/L. Para la segunda etapa se manejó un flux inicial de alrededor de 15 L/s para controlar incrementos acelerados en la PTM en comparación con los valores empleados en la primera etapa de entre 20 y 25 L/s. Después de la limpieza química la membrana se recuperó y la PTM regresó a su estado original de $3x10^{12}$ 1/m en resistencia intrínseca.

La resistencia total se grafica contra la masa de SSLM que fue retenida por día por unidad de área de superficie de la membrana en cada ciclo para evaluar el efecto de la resistencia irreversible. En ambas etapas inicialmente hubo un flux mayor y una resistencia total menor, y finalmente el flux se redujo y la resistencia total aumentó. La disminución en la masa de sólidos retenida diariamente en la superficie de la membrana al final de cada etapa señaló que la otra fracción para obtener la resistencia total podría atribuirse a la resistencia irreversible debida a las sustancias que obstruyeron los poros.

Se determinó que existe una remoción de proteínas y carbohidratos solubles presentes en el sobrenadante durante la filtración a través de la membrana. Podría considerarse que la membrana y la biopelícula sobre la membrana retuvieron parte de estas proteínas y carbohidratos.

ABSTRACT

Fouling is one of the major problems on the operation of the membrane bioreactors (MBR). In this study was used a membrane system which was fitted to the wastewater treatment plant of activated sludge in Ciudad Universitaria México City, to improve the effluent and implement a new technology. The wastewater used is of the student population and a nearby suburb.

The quality of treated water was determined with the biochemical oxygen demand (BOD) of the influent and the permeate. The MBR had a removal efficiency of 98% organic matter. The filtered effluent suspended solids values were below the minimum detectable.

During this study that consisted of two stages were performed behavior curves of the hydraulic parameters of operation per day as flux, transmembrane pressure (TMP), permeability, reversible fouling rate, resistence of fouling cake, and total resistence. With the daily averages were performed long-term curves for both stages to determine the performance of the MBR. Between the two stages was performed a recovery cleaning with sodium hypochlorite.

The MBR operated at frequent intervals of operation cycles utilizing induced vacuum to draw the permeate and at scouring air cycles to remove the accumulated materials on the surface of the membranes. Intermittent times were in 4 minutes for operation and in 1 minute for relaxation in the first stage, and in 8 minutes for operation and in 2 minutes for relaxation in the second stage. The mode of operation was in constant flux. TMP was in the range of 30-400 mbar and the flux was between 9-25 L/m²·h for both stages. The flux used in the wastewater treatment plant of Ciudad Universitaria can be considered as sub-critical flux according to the literature reviewed.

The results suggest that not only the concentration of suspended solids can be used to explain the TMP rise or the total resistance increase to long-term filtration. The rates in TMP rises in both stages of 6.5 mbar/d and 4.32 mbar/d proved that a part of the membrane fouling is irreversible since the intermittent cycles of scouring air are not efficient to remove it. From the literature it can be inferred that there is a very fast fouling in the membrane system of Ciudad Universitaria. Between stages one and two of operation, it was performed a chemical cleaning for membrane recovery to restore its initial permeability, the first stage was from march 7th to may 17th 2011 and the second stage was from september 28th to november 14th 2011. The average concentration of TSS in the first stage of operation was higher in the tank of activated sludge of 5400 mg/L, that that contained in the tank of membranes of 4175 mg/L. TSS average concentration in the second stage of operation was higher in the tank of membranes of 2630 mg/L, that that contained in the tank of activated sludge of 1820 mg/L. For the second stage was handled an initial flux of about 15 L/s to control the TMP increases accelerated compared with the values used in the first stage of 20 to 25 L/s. After chemical cleaning the membrane was recovered and returned to its original value of TMP of 3×1012 1/m in intrinsic resistance.

The total resistance was plotted against the mass of MLSS that was retained per day and per unit area of membrane surface for each operation cycle to evaluate the effect of irreversible resistance. In both stages initially there was an increased flux and a lower total resistance, and finally the flux was reduced and the total resistance increased. The decrease in mass of solids retained daily on the membrane surface after each stage indicated that the other fraction to obtain the total resistance could be attributed to the resistance due to irreversible substances that blocked the pores.

It was determined that there was a removal of protein and soluble carbohydrates present in the supernatant during filtration through the membrane. It can be seen that the membrane and the biofilm on the membrane retained some of these proteins and carbohydrates.

CAPÍTULO I

INTRODUCCIÓN

1.1 Justificación

Una de las más nuevas y prometedoras tecnologías para la utilización en sistemas de reúso del agua es la de biorreactores con membranas sumergidas (MBR por sus siglas en inglés, *membrane biological reactor* o *membrane bioreactor*)). Estos combinan el tratamiento biológico de lodos activados con un sistema integrado de membranas para la separación de los sólidos suspendidos.

La UNAM (Universidad Nacional Autónoma de México) cuenta con aproximadamente 220,000 estudiantes, en donde alrededor del 80% asisten a las instalaciones de Ciudad Universitaria (CU). Tal magnitud de población flotante demanda 160 L/s de agua potable provenientes de tres pozos localizados en CU y genera aproximadamente 110 L/s de aguas residuales. De este caudal, 70 L/s son captados por la red de drenaje original, la cual abastece la Planta de Tratamiento de Aguas Residuales de CU (PTAR de CU).

Para mejorar la calidad del agua de tratada de la planta de tratamiento de aguas residuales de CU se instalaron membranas de placas planas rotativas en el sistema de lodos activados para sustituir el sedimentador secundario y los filtros de arena.

Como el ensuciamiento es el principal inconveniente para la extensión de esta tecnología de MBR. En el presente trabajo se plantea la evaluación del desempeño del sistema MBR implantado en CU durante los meses de febrero a noviembre de 2011. El propósito también de este estudio es investigar y determinar las contribuciones de cada fracción de las componentes que conforman la resistencia a la filtración debida al ensuciamiento (resistencia de la membrana, resistencia reversible y la resistencia irreversible) para el sistema MBR implantado en CU, y a las que se les ha atribuido porcentajes muy variables en la literatura.

1.2 Objetivos

1.2.1 General

Evaluar el funcionamiento de un sistema de membranas sumergidas en el sistema de lodos activados de la Planta de Tratamiento de Aguas Residuales de Ciudad Universitaria, UNAM, con base en parámetros hidráulicos y características de los sólidos del licor mezclado.

1.2.2 Particulares

- Evaluar el efecto del tiempo de los relajamientos frecuentes (tiempo en el que se suspende el permeado y se mantiene el restriegue de las membranas mediante el burbujeo de aire) sobre la operación de las membranas.
- Evaluar la resistencia hidráulica al permeado durante la operación de las membranas.
- Explicar el ensuciamiento de las membranas por los sólidos suspendidos y los productos microbiales solubles (SMP por sus siglas en inglés, *soluble microbial products*) mediante el aumento de la presión de transmembrana.
- Determinar la participación de los componentes de los SMP en el ensuciamiento de la membrana
- Evaluar la capacidad de permeado después de la limpieza química.

1.3 Alcances

Los resultados del funcionamiento y ensuciamiento se obtuvieron a partir de:

- Un MBR en una planta a escala industrial.
- Un sistema de membranas de placas planas rotatorias.
- Un sistema MBR para aguas residuales municipales.

CAPÍTULO II

ANTECEDENTES

El biorreactor de membranas MBR es un sistema de tratamiento que combina el proceso de lodos activados y el proceso de separación por membranas (Gao et al., 2009).

Debido a las altas eficiencias de remoción de contaminantes orgánicos y separación por este proceso, el efluente puede ser usado para irrigación, riego de plantas, agua de limpieza o enfriamiento en sitios industriales, agua para inodoros y otros fines. Las concentraciones de biomasa dentro de los MBR pueden llegar a ser tan altas como 20000 mg/L, lo que resulta en una alta capacidad de remoción de materia orgánica por unidad de volumen y por lo tanto en un espacio compacto del reactor (Gao et al., 2009).

2.1 Reactores biológicos con membranas

Un biorreactor de membranas es una combinación del tratamiento biológico por crecimiento de lodo activado con un equipo de filtración, este último realiza la función de separación de sólidos del líquido. Las membranas de baja presión (microfiltración o ultrafiltración) son comúnmente usadas en MBR. Los sistemas tradicionales usan un tanque de aireación, clarificador secundario, y filtros terciarios, figura 2.1 (WEF, 2006).



Figura 2.1 Esquema de lodos activados convencional.

Hay dos tipos generales de sistemas de membranas que pueden ser usados en MBR: de presión inducida, las unidades de membranas están ubicadas en el exterior del biorreactor (*sidestream*) y de vacío inducido, las unidades de membranas están diseñadas para la instalación dentro del biorreactor, figura 2.2 y figura 2.3 (WEF, 2006).



membranas externo.

Figura 2.3 Sistema de membranas inmerso.

Las tecnologías de membranas sumergidas de fibra hueca (*hollow-fiber*) y placa plana (*flat-sheet*) son las más populares para las aplicaciones de MBR porque actúan en intervalos de presiones (o mejor dicho de vacíos) de operación inferiores, y pueden amoldarse fácilmente a las variaciones de los sólidos encontrados en los sistemas de lodos activados, particularmente para instalaciones a escala municipal. Los sistemas de presión inducida prevalecen más en sistemas industriales donde las características de los desechos, tal como altas temperaturas, requieren el uso de membranas de cerámica (WEF, 2006).

2.1.1 Diagramas de flujo para sistemas MBR

A continuación se presenta un resumen de varios diagramas de flujo que pueden ser usados por sistemas de membranas en aplicaciones de tratamiento de agua residual (WEF, 2006).

A) Biorreactores de membranas con sistemas de membranas sumergidas, (figura 2.4).



Figura 2.4 Biorreactor de membranas sumergidas.

B) Biorreactores de membranas con postratamiento avanzado de nanofiltración/ósmosis inversa (figura 2.5).



Figura 2.5 Biorreactor de membranas con NF/OI.

C) Sistemas convencionales de tratamiento de lodos activados con filtración de efluente con microfiltración/ultrafiltración (figura 2.6).



Figura 2.6 Tratamiento convencional de lodos activados con MF/UF.

D) Sistemas convencionales de tratamiento de lodos activados con filtración de efluente con microfiltración/ultrafiltración y postratamiento avanzado con nanofiltración/ósmosis inversa (figura 2.7).



Figura 2.7 Tratamiento convencional de lodos activados con MF/UF y NF/OI.

2.2 Ensuciamiento de membranas en MBR

Los biorreactores con membranas en los cuales las membranas son aplicadas al tratamiento biológico de aguas residuales para la separación de biomasa,

presentan muchas ventajas sobre el tratamiento convencional con sedimentador secundario. Sin embargo, el ensuciamiento en los MBR limita su aplicación general porque reduce la productividad y aumenta el mantenimiento y costos de operación (Chang et al., 2002).

El ensuciamiento en los sistemas de MBR puede ser *reversible* (removible por lavado físico) o *irreversible* (removible únicamente por limpieza química), y puede tomar lugar en la superficie o en los poros de las membranas. Esta categorización limitante del ensuciamiento de las membranas en reversible o irreversible se ha difundido en las investigaciones sobre el tema (Chang et al., 2002).

2.2.1 Clasificación de factores que producen el ensuciamiento

El ensuciamiento de las membranas resulta de la interacción entre el material de la membrana y los componentes del licor mezclado. La composición del licor mezclado varía con las características del agua residual y las condiciones de operación del MBR (Chang et al., 2002).

Aunque es difícil establecer una regla general sobre el ensuciamiento de las membranas, la naturaleza y extensión del ensuciamiento están fuertemente influenciadas por tres grupos de factores clasificados por: características de la biomasa, condiciones de operación y características de las membranas, figuras 2.8 y 2.9 (Chang et al., 2002).



Figura 2.8 Clasificación de factores que propician el ensuciamiento de las membranas (Judd, 2006).



Limpieza de membrana

Figura 2.9 Factores que participan en el ensuciamiento de membranas sumergidas en MBR (Le-Clech et al., 2007).

2.2.2 Características de la biomasa

El lodo activado es una suspensión compleja y heterogénea, variable con el tiempo, que contiene componentes del agua residual, metabolitos producidos durante las reacciones biológicas y la biomasa activa (Chang et al., 2002).

• Naturaleza del agua residual

Las interacciones entre la membrana y la suspensión biológica influyen más que el agua residual en el ensuciamiento de las membranas (Le-Clech et al., 2007).

• Distribución de sólidos de la biomasa

Con respecto a los sólidos, la biomasa que compone a los lodos activados puede ser dividida en tres fracciones: sólidos suspendidos, coloidales y disueltos. Este enfoque ha sido frecuentemente aplicado para explicar la contribución relativa de cada fracción en el ensuciamiento del MBR. Un intento para comparar los resultados obtenidos de diferentes estudios está reportado en la figura 2.10, donde se presentan las contribuciones relativas de las distintas fracciones (Le-Clech et al., 2007).



Figura 2.10 Contribuciones relativas (en %) de las diferentes fracciones de la biomasa, al ensuciamiento de las membranas (Judd, 2006).

La contribución relativa al ensuciamiento general de la membrana, por parte de los componentes en forma soluble y coloidal del licor mezclado, generalmente definidos como productos microbiales solubles (SMP, por sus siglas en inglés, soluble microbial products), está en el rango de 17% a 81%. Estas amplias discrepancias son, probablemente, explicadas por las diferentes condiciones de operación y los estados biológicos de la suspensión de licor mezclado de los estudios reportados. Estas también confirman el desempeño relativamente bajo que tienen en el ensuciamiento los sólidos suspendidos (flóculos y sustancias atrapadas de EPS, por sus siglas en inglés, extracellular polymeric substances), comparado con aquel de los SMP. En términos de los mecanismos del ensuciamiento, los materiales coloidales y solubles son considerados los responsables para el bloqueo de los poros de la membrana, mientras que los sólidos suspendidos explican principalmente la resistencia generada por la capa que cubre la membrana. Sin embargo, como los MBR son típicamente operados con un flux moderado entonces la formación de una capa, por acumulación de biomasa, no tiende a ocurrir. Las especies más pequeñas, como SMP, son mucho más propensas a depositarse sobre la membrana (Le-Clech et al., 2007).

• Concentración de SSLM

El aumento en la concentración de los SSLM tiene un impacto negativo en el desempeño hidráulico del MBR, por ejemplo, se genera una alta presión PTM y un flux más bajo. La existencia de un umbral a partir del cual la concentración de SSLM tiene una influencia negativa ha sido reportada para 30 g/L cuando hay abultamiento de lodos. Mientras que a baja concentración de SSLM (6 g/L) un aumento en los SSLM reduce el ensuciamiento, conforme la concentración aumente sobre 15 g/L se espera más ensuciamiento. Un nivel de SSLM entre 8 y 12 g/L no tiene un efecto significante en el ensuciamiento de la membrana (Le-Clech et al., 2007).

En otro estudio en que se revisó el efecto de los SSLM para concentraciones más bajas que 5 g/L, se concluye que la hidrodinámica, más que la concentración de SSLM, controla el flux crítico (Jc) para niveles mayores de SSLM (WEF, 2006).

Bin et al (2005) observaron que el flux de permeado disminuye de manera más lenta cuando los SSLM aumentan. Esto lo atribuyen al rápido crecimiento de una capa de ensuciamiento que en realidad protege a la membrana. Mientras que un bloqueo gradual o progresivo de los poros por sólidos coloidales y disueltos toma lugar cuando se tienen concentraciones bajas de SSLM. Mientras que los rendimientos del MBR disminuyen para SSLM altos, la concentración no representa una función significante en el ensuciamiento cuando el MBR es operado a valores bajos de flux. En este último caso, los componentes y concentraciones de EPS tienen más efecto en el ensuciamiento que las concentraciones de SSLM (Le-Clech et al., 2007).

Fane et al (1981) reportaron que la resistencia de la membrana se incrementa linealmente con los SSLM. Yamamoto et al (1989) también reportan que el flux disminuye abruptamente si la concentración excede de 40,000 mg/L (Chang et al., 2002).

La concentración de SSLM impacta directamente la resistencia producto de la capa de ensuciamiento, como se supone en la teoría convencional de filtración. De acuerdo a Shimizu et al (1993) y Chang et al (2001), la resistencia que ofrece la capa de ensuciamiento, R_c , frecuentemente es expresada como:

$$\mathsf{R}_{\mathsf{C}}{=}\alpha{\cdot}\nu{\cdot}\mathsf{C}_{\mathsf{b}}$$

Donde:

 α = resistencia específica que ofrece la capa de ensuciamiento (m/kg); v= volumen de permeado por unidad de área (m³/m²) y; C_b= concentración de SSLM (kg /m³). Lubbecke et al (1995) mostraron que concentraciones de SSLM menores de 30,000 mg/L no son directamente responsables del ensuciamiento irreversible y que la viscosidad y la materia disuelta impactan más significativamente en el flux.

Ueda et al (1996) observaron que el incremento en la viscosidad produce un aumento substancial en la presión de succión, lo cual consecuentemente conlleva a fallar al MBR. Las especies disueltas impactan en el ensuciamiento externo e interno, el segundo promovido por la polarización.

Muchos grupos de investigación han estudiado la contribución de las especies específicas del licor mezclado al ensuciamiento de las membranas. Defrance et al (2000) reportan que la contribución de sólidos suspendidos (SS), coloides, y materia disuelta a la resistencia de filtración por el ensuciamiento fueron 65%, 30%, y 5%, respectivamente. El mismo estudio llevado a cabo por Bouhabila et al (2001) mostró que la contribución relativa de la biomasa en el ensuciamiento fue 24%, 50% y 26% para SS, coloides y solubles, respectivamente. Por medio del fraccionamiento del lodo activado en células de flóculos, EPS, y materia disuelta, Chang y Lee (1998) identificaron a las EPS como las principales contribuidoras del ensuciamiento a la resistencia a la filtración. Estos estudios, sin embargo, muestran que la suma de las resistencias suministradas por cada constituyente llega a ser más grande que resistencia total medida, señalando que las resistencias de los la ensuciamientos individuales no fueron acumulativas.

Wisniewski and Grasmick (1998) fraccionaron la suspensión del lodo activado en partículas sedimentables (de tamaño de partícula arriba de 100 µm), fracción supracoloidal-coloidal (partícula no sedimentable con un tamaño en un rango de 0.05-100 µm), y soluble (obtenida después de la filtración con membrana de 0.05 µm). Ellos revelaron que el 52% de la resistencia total es atribuible a los constituyentes solubles.

• Sustancias poliméricas extracelulares

Las células liberan EPS, principalmente, para agregar las células, por lo tanto invierten electrones y carbono para ligar (atrapar) las EPS. La formación de EPS atrapadas al flóculo está en proporción directa a la utilización de sustrato (Laspidou et al., 2002).

Las sustancias poliméricas extracelulares son los materiales de construcción para los agregados microbiales tales como biopelículas y flóculos de lodos activados. Las EPS son secreciones de alto peso molecular de las células (Le-Clech et al., 2007).

El término EPS es un concepto incluyente de las diferentes clases de macromoléculas tales como polisacáridos, proteínas, ácidos nucleicos, lípidos y otros compuestos poliméricos que han sido encontrados sobre o fuera de la

superficie de la célula y en el espacio intercelular de los agregados microbiales. Estas moléculas contienen materiales insolubles (cubiertas, polímeros capsulares, gel condensado, polímeros unidos débilmente y material orgánico adherido) producidos por la secreción activa, el desprendimiento de material de la superficie o lisis.

Las funciones de la matriz resultante son múltiples e incluyen la agregación de células bacteriales en flóculos y biopelículas, la formación de una barrera de protección alrededor de la bacteria, la retención de agua y la adhesión a superficies. Con su naturaleza heterogénea y cambiante, las EPS pueden formar una matriz de gel altamente hidratado en el cual las células microbiales están embebidas. Por lo tanto pueden ser responsables para la creación de una barrera significante para permear el flujo en los procesos de membrana. Otra función importante es la absorción de compuestos orgánicos exógenos para la acumulación de nutrientes del ambiente, y acumulación de actividades enzimáticas, tales como la digestión de moléculas exógenas para la adquisición de nutrientes (Laspidou et al., 2002).

Los bioflóculos adheridos a la membrana constituyen una fuente principal de nutrientes durante la formación de la biopelícula en la superficie de la membrana. Las EPS pueden ser diferenciadas como: la parte extraída artificialmente de las EPS de los flóculos de células biológicas (eEPS, por sus siglas en inglés, *extracted EPS*), y como la parte presente en la fracción soluble del lodo activado y disociada con la célula (sEPS o productos microbiales solubles SMP. Típicamente, la solución que contiene eEPS es caracterizada por su contenido relativo de proteínas (eEPSp) y carbohidratos (eEPSc) (figura 2.11). Mientras que eEPSp tiene una tendencia generalmente hidrófobica, eEPSc es más hidrofílico (Chang et al., 2002).

Los primeros estudios de biopelículas a menudo asumieron que los polisacáridos eran el componente más abundante de las EPS. Sin embargo, las proteínas y los ácidos nucleícos también aparecen en cantidades significantes o aún predominantes en las EPS de varias fuentes. Por ejemplo, Nielsen et al (1999) cuantificaron la composición para biopelículas de diferentes sistemas, tales como biofiltros y filtros percoladores, y encontraron proteínas como la fracción más grande. Dignac *et al.*, 1998 también encontraron que entre las EPS de los lodos activados las proteínas predominaron (Laspidou et al., 2002).



Figura 2.11 Caracterización de EPS.

Las proteínas extracelulares funcionan como enzimas que realizan la digestión de las macromoléculas y material particulado en el microambiente de las células embebidas. Las enzimas dentro de la matriz de la biopelícula están involucradas en la degradación de los polisacáridos en los EPS, aumentando la liberación de bacterias de la biopelícula. Sutherland (1999) reporta que el ataque enzimático puede ser un factor principal cuando los tipos de gel muy fuertes son disueltos, conduciendo a una pérdida muy rápida de la integridad de la biopelícula (Laspidou et al., 2002).

Recientemente, muchos estudios de MBR han identificado a las EPS como el factor biológico más significante en el ensuciamiento de las membranas. Chang y Lee (1998) correlacionaron cuantitativamente los niveles de las EPS y el ensuciamiento de las membranas, y encontraron una relación lineal entre el ensuciamiento de las membranas y los niveles de las EPS (Chang et al., 2002).

Nagaoka et al (1996, 1998, 1999) vincularon la resistencia hidráulica a los niveles de EPS en el tanque de aireación, incluyendo parámetros empíricos para la producción y la degradación de las EPS, desarrollando un modelo fenomenológico para predecir el ensuciamiento y evaluar los efectos de la carga de sólidos, flux, y esfuerzo cortantes en el desempeño del biorreactor.

Huang et al (2001) encontraron sustancias orgánicas solubles con altos pesos moleculares, en su mayor parte atribuibles a los productos metabólicos, acumuladas en el biorreactor. Estas tuvieron una influencia negativa en la permeabilidad de la membrana: la acumulación de 50 mg/L de COT (carbono orgánico total) resultó en la disminución de 70% en el flux. Además, los niveles de las EPS de 23 mg/L producen por ensuciamiento interno un

incremento de 6 a 7 veces en la resistencia total a la filtración (Chang et al., 2001).

Shin et al (1999) estudiaron la capacidad de ensuciamiento por componentes específicos de las EPS y atribuyeron el 90% de la resistencia de la capa de ensuciamiento a EPS. Además, encontraron que la resistencia varía en función de la relación entre proteínas y carbohidratos en las EPS.

En un estudio que ilustra los efectos de las EPS en el ensuciamiento de las membranas llevado cabo por Kim et al., (1998), con la adición de carbón activado en polvo al MBR se incrementó la permeabilidad al reducir las EPS disueltas de 121-196 a 90-127 mg/gSSV.

Muchos estudios de los efectos de las EPS en las membranas consideran la producción de las EPS a partir de los flóculos de lodo. Sin embargo, cantidades relativamente grandes de las EPS son producto de los componentes del agua residual no metabolizados o productos resultantes de la lisis celular o componentes poliméricos estructurales de la célula (Dignac et al., 1998). Así, la expresión cuantitativa del flux como una función de la concentración de EPS tiene una limitación inherente.

• Productos Microbiales Solubles (SMP)

Los SMP son definidos como componentes celulares solubles liberados durante la lisis de la célula, difundidos a través de la membrana de la célula, perdidos durante la síntesis o excretados para algún propósito (Laspidou y Rittmann, 2002). En los sistemas de MBR, los SMP también son suministrados por el sustrato. Algunos autores aceptan que los conceptos de EPS soluble y SMP son idénticos, figura 2.12.



Figura 2.12 Representación simplificada de EPS, eEPS y SMP (Judd, S., 2006).

Los SMP son biodegradables y normalmente forman la mayor parte de la demanda química de oxígeno (DQO) y de la demanda bioquímica de oxígeno

(DBO) del efluente de los procesos de tratamiento biológico. Los SMP pueden ser subdivididos en dos categorías: productos asociados a la utilización de sustrato (PAU), los cuales son producidos directamente durante el metabolismo del sustrato, y los productos asociados a la biomasa (PAB), los cuales son formados de la biomasa, presumiblemente como parte de su degradación (Laspidou et al., 2002).

Las EPS atrapadas son disueltas o hidrolizadas lentamente por enzimas liberadas por las bacterias para generar EPS soluble, lo cual se interpreta como SMP. La hidrólisis de las EPS particuladas forman PAB. En otras palabras, el componente soluble de las EPS asociadas a la biomasa es PAB. La parte asociada al crecimiento de las EPS soluble es la misma que PAU (Laspidou et al., 2002).

Noguera et al (1994) establece que los SMP son productos que tienen un origen microbial. Por lo que se excluyen productos intermedios de degradación incompleta de sustratos orgánicos complejos. Por lo tanto las EPS solubles pueden incluir materiales (como productos de hidrólisis de sustratos orgánicos particulados) que definitivamente caen fuera de la definición de los SMP (Laspidou et al., 2002).

La figura 2.13 muestra como se relacionan EPS, PAU, PAB y la biomasa activa e inerte. Los mecanismos descritos son:

- Toda la EPS soluble es PAU o PAB;
- EPS atrapadas son hidrolizadas para formar PAB;
- PAU son formadas directamente en proporción a la utilización del sustrato;
- La biomasa activa está compuesta de EPS atrapadas y de células activas, parte de las EPS atrapadas está incluida con la biomasa inerte;
- El residuo de las células muertas es producido como parte de la degradación endógena de la biomasa y forma parte de la biomasa inerte y;
- PAB y PAU regresan al ciclo para volverse sustratos donadores de electrones, ya que son biodegradables (Laspidou et al., 2002).



Figura 2.13 Clasificación de EPS, PAU, PAB y la biomasa activa e inerte (Laspidou et al., 2002).

Durante la filtración, los SMP se adsorben en la superficie de la membrana, bloquean los poros de la membrana o forman una estructura de gel en la superficie de la membrana donde proveen una fuente de nutrientes para la formación de biopelícula y una resistencia hidráulica para el flux de permeado (Le-Clech et al., 2007).

Similarmente a las eEPS, los SMP son entonces caracterizados por su cantidad relativa de proteínas y carbohidratos o con su nivel de COT. Si se compara la distribución del peso molecular de EPS, la composición de los SMP incluye generalmente macromoléculas más grandes.

La presencia de la membrana en el proceso de MBR no afectó el contenido de eEPS dentro de los flóculos. Sin embargo, los niveles de SMPp, SMPc y SMP húmicos fueron significativamente más grandes para el lodo del MBR, probablemente debido a la retención de moléculas por la membrana (Cabassud et al., 2004). Ya que los niveles medidos de EPS estuvieron sin cambio, solo los componentes de SMP se explican para el ensuciamiento más alto de la membrana observado para el lodo del MBR. La creación de la capa de ensuciamiento en la superficie de la membrana debería actuar como una membrana secundaria, incrementando la retención o la absorción de macromoléculas. La formación de una biopelícula podría conducir a la degradación de las macromoléculas cuando el permeado esté fluyendo a través de la membrana. Finamente, la interacción entre las macromoléculas y otros solutos dentro de los poros de la membrana pueden ser responsables en la reducción del tamaño del poro de la membrana con el tiempo. En dos estudios separados, los análisis de la capa de ensuciamiento han revelado una mayor
concentración de carbohidratos y menor concentración de proteínas comparados a sus niveles en los lodos activados. Esto confirma una mayor proporción de SMPc en la capa de ensuciamiento comparada con SMPp. Con un peso molecular más pequeño, las substancias húmicas contenidas en la fase líquida no son retenidas por la membrana, y por lo tanto no participan significativamente en el ensuciamiento de la membrana (Le-Clech et al., 2007).

• Biomasa inerte

La biomasa activa tiene una demanda de energía para su mantenimiento, la cual incluye varias funciones de la célula. Las células pueden oxidarse así mismas a través de la degradación endógena para cumplir las necesidades de la energía de mantenimiento.

Solo una parte de la biomasa activa perdida por degradación es oxidada para generar la energía para las necesidades de mantenimiento. Esta es la fracción de la biomasa activa que es biodegradable, el resto de la biomasa se acumula como biomasa inerte. La biomasa inerte comprende algo de las EPS atrapadas y el resto de las células muertas (Laspidou et al., 2002).

• Distribución de tamaño de partículas

Muchos investigadores han buscado relacionar la influencia del tamaño de la partícula sobre la resistencia que ofrece la capa de ensuciamiento. Según la ecuación de Carmen–Kozeny aplicada a la filtración convencional, la resistencia especifica (α) es una función del diámetro (d_P) de la partícula, porosidad de la capa de ensuciamiento (ϵ), y densidad de la partícula (ρ) como sigue (Chang et al., 2002):

$$\alpha = 180(1 - \varepsilon)/(\rho \cdot d_P^2 \cdot \varepsilon^3)$$

Que sustituida en la ecuación de resistencia por la capa de ensuciamiento $R_c = \alpha \cdot v \cdot C_b$, se obtiene:

$$R_{C} = \{180(1 - \varepsilon)/(\rho \cdot d_{P}^{2} \cdot \varepsilon^{3})\} \cdot \nu \cdot C_{b}$$

 R_c es así fuertemente dependiente del tamaño de la partícula. Con el tamaño más pequeño de flóculo, la resistencia de la capa de ensuciamiento es más grande.

En general, el tamaño de partícula de un floc de lodo activado está en el rango de 1.2 a 600 μ m (Jorand et al., 1995). Sin embargo, la fuerza cortante que

produce el mezclado durante la filtración provoca el rompimiento de los flóculos biológicos, generándose coloides finos y formaciones celulares que forman una cubierta o capa de ensuciamiento más densa en la membrana.

Según Wisniewski et al (2000) la suspensión producida después del rompimiento del flóculo consiste principalmente de partículas con un tamaño de alrededor 2 µm que conllevan a disminuciones de flux. Cicek et al (1999) revelaron que el diámetro promedio de las partículas en un sistema de MBR en línea es de 3.5 µm, con 97% de las partículas menores de 10 µm, mientras el licor mezclado del proceso de lodos activados tuvo flóculos en el rango de 20 a 120 µm en tamaño. Los valores α resultantes, medidos por filtración al vacio, del lodo del MBR fueron determinados como 2.4x10¹⁵ m/kg comparado con 2.1x10¹² m/kg para aquel del proceso de lodos activados. Por otra parte, el tamaño de flóculo en el MBR sumergido (20–40 µm) se presenta mayor que aquel de MBR en línea (7-8 µm) debido a la disminución en el esfuerzo cortante.

Una distribución bimodal fue observada para el lodo de un biorreactor (5-20 y 240 μ m). En otro estudio, la caracterización parcial del flóculo (hasta 100 μ m) el tamaño estuvo en el rango de 10 a 40 μ m, con un tamaño medio de 25 μ m. Estos autores también afirman que la distribución del tamaño del flóculo obtenida con el lodo del MBR es más baja que los resultados generalmente obtenidos del sistema de lodos activados (Le-Clech et al., 2007).

El rompimiento del flóculo revela que las EPS se presentan dentro de la estructura del flóculo e incrementan el nivel de EPS en el volumen de la solución, conduciendo a un severo ensuciamiento. El rompimiento del flóculo también conduce a una pérdida de la actividad biológica, un cambio en la población de microorganismos y una disminución en la sedimentabilidad.

Viscosidad

En el MBR, como en un proceso de lodos activados, la viscosidad de la biomasa está estrechamente relacionada a su concentración, y ha sido citada como un parámetro de ensuciamiento. Se tiene una concentración crítica de SSLM por debajo de la cual la viscosidad permanece baja y aumenta lentamente con la concentración. Arriba del valor crítico, la viscosidad de la suspensión tiende a incrementarse exponencialmente con la concentración de sólidos. Este valor crítico fue observado al cambiar de 10 a 17 g SSLM/L para diferentes condiciones operativas en experimentos a escala laboratorio utilizando filtración frontal (*dead-end filtration*) (Itonaga et al., 2004). La importancia de la viscosidad también se reduce la eficiencia de transferencia de oxígeno y puede por lo tanto actuar sobre el oxígeno disuelto, el ensuciamiento tiende a aumentar a bajo oxígeno disuelto. El efecto de la concentración de los SSLM a diferentes tasas específicas de esfuerzo cortante obtenidas de un MBR

sumergido se muestra en la figura 2.14. Estos resultados también indican la propiedad pseudo-plástica (cortante de adelgazamiento porque la viscosidad tiende a disminuir su valor conforme aumenta el cortante) del lodo obtenido en el MBR (Le-Clech et al., 2007).



Figura 2.14 Viscosidad a diferentes concentraciones de SSLM y tasas específicas de cortante (Le-Clech et al., 2007).

• Temperatura

La temperatura impacta en la filtración de las membranas a través de su influencia en la viscosidad del fluido del permeado. Las mayores resistencias observadas a bajas temperaturas (13-18 °C) fueron explicadas por cuatro fenómenos que ocurren en el sistema (Le-Clech et al., 2007):

- (1) la viscosidad del lodo se incrementa en un 10%, reduciéndose el estrés cortante generado por las burbujas grandes,
- (2) una defloculación intensificada tiende a ocurrir a bajas temperaturas, reduciéndose el tamaño de flóculo de la biomasa y liberándose EPS a la solución,
- (3) la velocidad del transporte de partículas de retorno, es menor a baja temperatura y;
- (4) la biodegradación de la materia orgánica fue también reducida a temperatura reducida, resultando en una concentración más alta de DQO soluble y particulada en el reactor.

Así se observa mayor deposición de materiales en la superficie de la membrana a bajas temperaturas.

• Oxígeno disuelto

El nivel promedio de oxígeno disuelto en el biorreactor es controlado por el caudal de aireación, que no solo suministra oxígeno a la biomasa, también tiende a limitar la formación del ensuciamiento en la superficie de la membrana (Le-Clech et al., 2007).

• Hidrofobicidad/carga de la superficie

En los procesos de MBR, los flóculos hidrofóbicos conducen a una alta capacidad de floculación, y baja interacción (generalmente) con la membrana hidrófilica. El exceso de crecimiento de bacterias filamentosas, conocidas por ser responsables por el severo ensuciamiento del MBR, también resulta en altos niveles de EPS, forma más irregular de flóculo e hidrofobicidad más alta. Las EPS han sido identificadas como un principal parámetro del ensuciamiento. Las eEPS no tienen ningún efecto en la resistencia específica abajo de 20 o arriba de 80 mgEPS/gSSVLM. Sin embargo desempeñan un papel significante en el ensuciamiento de la membrana entre estos dos límites. La presencia de proteínas y carbohidratos alrededor de la célula biológica fue propuesta como un parámetro clave en la formación del flóculo, y por lo tanto pueden también tener un papel significante en el ensuciamiento de la membrana (Le-Clech et al., 2007).

2.2.3 Condiciones de operación

• Velocidad de flujo transversal

Estudios experimentales y empíricos han revelado que la velocidad de flujo transversal (CFV, por sus siglas en inglés, *cross flow velocity*) es uno de las principales variables de influencia en el ensuciamiento de las membranas. La CFV afecta el transporte de masa de las partículas cercanas a la superficie de la membrana y, el espesor de la cubierta de ensuciamiento, al incrementar el cortante. Un alto esfuerzo cortante se desarrolla al mover las membranas, en vez del agua adyacente, empleando la vibración o la rotación en las membranas.

Tardieu et al (1998) observaron que un flux más alto, 100 L/m²·h comparado con 25 L/m²·h, sostenido por un largo periodo (100 h comparado con 6 h) fue obtenido cuando se operó a CFV igual a 4 m/s, en vez de 0.50 m/s. Observaciones visuales de la membrana de cerámica empleada no revelaron deposición de flóculos cuando el sistema fue operado a altas CFV. Sin embargo, un aumento pequeño y constante en la PTM fue siempre notado, probablemente debido a la interacción entre el lodo y la membrana (fracciones solubles y coloidales). El flux como una función de la CFV se presenta para seguir una tendencia similar para los licores del MBR como para otras matrices. Al incrementar el flux por aumentar la CFV se produce un aumento en la PTM, conduciendo a una permeabilidad más baja. Según el análisis de flujo crítico por Madaeni et al., (1999), que demostraron una relación similar entre el flux y la CFV, la CFV ha mostrado tener un efecto más grande a niveles más altos de SSLM y tamaños de poro más pequeños (Chang et al., 2002).

Estudios con partículas monodispersadas han revelado efectos opuestos de la CFV. Con partículas pequeñas un incremento de la CFV aumenta el flux, mientras que para partículas más grandes la CFV no tiene ningún efecto, o incluso tiene un efecto negativo en el flux de permeado. Tarleton y Wakeman (1994) sugirieron que este fenómeno fue debido a la clasificación de partículas en la superficie de las membranas. Durante las etapas incipientes de filtración está postulado que la capa de ensuciamiento depositada está formada de partículas más finas presentes en la alimentación mientras las partículas más grandes son preferentemente removidas por la acción de restriegue de la CFV.

Aún para experimentos llevados por Tardieu et al (1998) a cabo bajo condiciones estables, es posible que los cambios de flux reportados a diferentes valores de CFV puedan ser atribuibles a cambios bioquímicos así como hidráulicos. Además, por los efectos producidos en la liberación de EPS, el cortante producido por bombeo para mezcla rompe flóculos microbiales generando un gran número de partículas finas coloidales las cuales forman una cubierta de ensuciamiento más densa en la superficie de la membrana (Chang et al., 2002).

Aireación

Desde el origen de los MBR sumergidos, el burbujeo ha sido definido como la estrategia para inducir la circulación de flujo y esfuerzo cortante en la superficie de la membrana (Dufresne et al., 1997). La aireación usada tiene tres papeles principales: proveer de oxígeno a la biomasa, mantener el lodo activado en suspensión y mitigar el ensuciamiento por restriegue constante de la superficie de la membrana. El cortante tangencial (las burbujas que fluyen cerca de la superficie de la membrana inducen cortantes transitorios locales y fluctuaciones del flujo liquido, aumentando el fenómeno de transporte de retorno) previene la deposición de partículas grandes en la superficie de la membrana. Sin embargo, el efecto del cortante tangencial es una función del diámetro de la partícula, con menor difusión inducida por cortante y menor velocidad de migración lateral para partículas más pequeñas, los materiales finos conducen a un ensuciamiento más severo (Le-Clech et al., 2007).

Una tasa óptima de aireación, más allá de la cual un incremento adicional no tiene un efecto significante en la supresión de ensuciamiento, fue originalmente observada por Ueda en 1997 de 42 m³/h, y ha sido verificada en muchas ocasiones desde entonces. La aireación intensa puede romper la estructura del flóculo reduciendo su tamaño, y liberando EPS en el biorreactor de membranas sumergido (Ji et al., 2006, Park et al., 2005). Sin embargo, en un compartimiento de flujo transversal pequeño, el ensuciamiento se redujo linealmente al incrementarse la CFV hasta 4.5 m/s, pero ningún valor óptimo

fue observado (Choi et al., 2005). Un estudio detallado de resistencias hidráulicas calculadas reveló que valores de CFV de 2 y 3 m/s fueron suficientes para prevenir la formación del ensuciamiento reversible en sistemas de UF (30 kDa) y MF (0.3 μ m), respectivamente (Le-Clech et al., 2007).

El estudio del efecto relativo de la concentración de SSLM y de la tasa de aireación en el ensuciamiento ha mostrado que la aireación es aproximadamente la mitad de significante como los SSLM. Además, el efecto en el flux del permeado al incrementar la aireación es independiente de los SSLM, aún si un flujo de aire más alto es requerido a más altos SSLM debido al aumento de la viscosidad (Chang et al., 2002).

Ueda et al (1996) realizaron un estudio del efecto de la aireación en el ensuciamiento de un MBR sumergido de fibras huecas. Estos autores reportaron que una reducción en el flujo de aire tuvo efecto negativo en la PTM. Aunque los desempeños originales podían ser restablecidos siguiendo una reducción de flujo de aire a corto plazo, reducciones de largo plazo condujeron a una rápida acumulación de materia en la superficie de las membranas. Estos autores supusieron que un módulo empacado más densamente con fibras huecas podía realzar el ensuciamiento. Cambios en la intensidad de aire de más de un orden de magnitud no parecen producir un incremento en proporción con el flux en lo obtenido por Ueda et al (1996), Bouhabila et al (1998), Dufresne et al (1997). Dufresne et al (1997).

• Tiempo de retención hidráulica y carga orgánica

Una acción indirecta del tiempo de residencia hidráulica (TRH) en el ensuciamiento de un MBR sumergido de fibra hueca ha sido reportada por Visvanathan et al (1997), quienes notaron un menor ensuciamiento (sin incremento en la PTM) a valores altos de TRH de 26 h, postulándose que una rápida formación de una cubierta compacta en la superficie de la membrana tomó lugar a TRH muy grandes. Dado que la concentración de lodos fue reportada para cambiar de 3 g/L para un TRH de 12 h a 7 g/L para un TRH de 3h, es evidente que acompañando al cambio en la resistencia hidráulica están relacionados los SSLM: un tiempo más corto suministra más nutrientes a la biomasa, y conduce a un gran crecimiento biológico y así a más altos SSLM (Dufresne et al., 1998).

• Tiempo de retención celular y edad de lodo

El tiempo de retención celular (TRC) es probablemente el parámetro de operación más importante para el ensuciamiento en MBR (Le-Clech et al., 2007). Un MBR que funciona a muy alto TRC conduce inevitablemente al incremento de la concentración de SSLM. Sin embargo esto por sí mismo no puede llevar necesariamente a un mayor ensuciamiento (Zhang et al., 2006).

Entre las posibles razones que incrementan la rapidez de ensuciamiento a muy bajo TRC se incluye el aumento de los niveles de EPS (Le-Clech et al., 2007).

El TRC está directamente vinculado a la producción neta de lodo y afecta significantemente el desempeño biológico al alterar la composición del lodo. Al incrementar el TRC de 5 a 30 días, Xing et al (2000) reportan un incremento de la concentración de SSLM de 2.5 a 15 g/L. Para TRC de 5 a 20 días según Fan et al (1999) los SSLM aumentan de 3 a 7.5 g/L, a la vez Fan et al (1999) y Bouhabila et al (1998) han reportado menor rapidez de ensuciamiento a edades de lodo más grandes.

También la disminución en la concentración de EPS (Chang et al., 1998) y aumentos en tamaño medio de partícula han sido reportados en edades de lodo más grandes, aunque ambos parecen ser pequeños. En contraparte, licores de alta viscosidad con concentraciones muy altas de SSLM pueden conducir a un ensuciamiento excesivo, según Ueda et al (1996) (Chang et al., 2002).

El incremento en la concentración de SSLM relacionado al TRC extendido podría también resultar en un mayor ensuciamiento aún con la aireación incrementada significativamente. En el escenario de un TRC incrementado de 30 a 100 días con un aumento en las concentraciones de SSLM de 7 a 18 g/L, el aumento en el cortante suministrado para controlar el ensuciamiento podría romper el bioflóculo así como causar lisis. La baja generación neta de biomasa observada puede también explicar el bajo ensuciamiento apreciado para la operación de alto TRC en el estudio de 300 días de operación en un MBR a escala piloto sin purga (Orantes et al., 2004). Estos estudios muestran que la operación con TRC extendido necesariamente ofrece más baio ensuciamiento. Otra dificultad con alto TRC es la viscosidad incrementada que podría atenuar el efecto del burbujeo. Como un resultado, la selección del TRC debe ser considerado muy cuidadosamente a fin de optimizar la operación del MBR. El ensuciamiento más bajo observado para TRC extendido es parciamente explicado por la más baja concentración de carbono orgánico en las eEPS en vez de los SMP. Por lo general, es probable que exista un TRC óptimo, entre la tendencia del alto ensuciamiento con la operación de TRC muy bajo y la alta viscosidad que prevalece para TRC muy largo (Le-Clech et al., 2007).

• Flux y flux crítico

El flux es uno de los factores más significantes en la rapidez de ensuciamiento. A rapideces altas de convección hacia la membrana (flux alto) se observan la agregación coloidal y los depósitos heterogéneos y un rápido ensuciamiento reversible toma lugar. Principalmente por la formación y compactación de la capa de ensuciamiento producida por material floculante de la biomasa. El ensuciamiento interno, irreversible, también tomará lugar más rápidamente a valores de flux más altos, en concordancia con la teoría. Por otra parte, no se observa tal ensuciamiento si el flux se mantiene por debajo de un valor específico. Es la evaluación del llamado flux crítico el centro de muchos estudios de MBR sumergidos (Chang et al., 2002).

El concepto de flux crítico fue introducido por Field et al (1995), y desde entonces es citado en muchos trabajos escritos referidos a la limitación del ensuciamiento en la operación de MBR. La hipótesis para microfiltración (MF) es que en el arranque existe un flux, el flux crítico, abajo del cual una declinación del flux no ocurre. Este valor puede ser tomado para ser igual a (a) el flux con agua limpia bajo las mismas condiciones generales o, (b) algún otro flux sostenible. La operación abajo del flux crítico es llamada operación de flux subcrítico u operación de no ensuciamiento, y es supuesta para conducir a un mínimo o incluso ningún ensuciamiento irreversible.

La primera definición de flux crítico relaciona el valor de flux donde la permeabilidad de la solución se desvía de la permeabilidad del agua pura (figura 2.15). Pocos autores emplean este método o definición, ya que la permeabilidad del MBR es siempre más pequeña que el equivalente a aquel del agua pura. Una práctica más común es incrementar cada vez más el flux en una duración fija por cada incremento, lo cual conduce a una PTM más estable, a valores bajos del flux, la PTM empieza a incrementar con el tiempo para flux más significantes (figura 2.16). La PTM indica más resistencia al permeado debido a un aumento de la capa de polarización, formación de la capa de ensuciamiento. El flux más alto para el cual la PTM permanece estable es el flux crítico, y es dependiente de parámetros tales como SSLM, material de la membrana, y la hidrodinámica de sistema (Chang et al., 2002).







Figura 2.16 Información del flux típico empleando el método de flux a pasos (Chang et al., 2002).

El concepto de flux crítico representa una herramienta para el diseño de procesos convencionales de membranas. Recientemente han observado que períodos sostenidos de operación con rapideces de ensuciamiento muy bajas, muy cerca al "flux crítico", pueden conducir inicialmente al incremento gradual en la PTM la cual eventualmente se dispara (figura 2.16) (Chang et al., 2002).

A muy bajo flux, la observación visual de la membrana con un microscopio confirma que no hay deposición de flóculo. Sin embargo, se mostró que la composición del material absorbido en la membrana estaba muy cerca de aquella del sobrenadante del licor mezclado (Defrance et al., 2000). El aumento observado en la PTM a flux bajos es por la deposición del soluto y de las fracciones coloidales del lodo, las cuales probablemente interactúan con la membrana en el comienzo de la filtración. La operación bajo condiciones de flux crítico no parece nulificar el ensuciamiento irreversible por especies originándose posiblemente de células en lisis (coloides finos y macromoleculares) (Le-Clech et al., 2007).

El flux crítico depende del transporte de retorno provisto por la turbulencia del flujo transversal que genera el flujo del líquido o el burbujeo impuesto así como las interacciones específicas soluto-membrana, las cuales son afectadas por la carga y la hidrofobicidad. El tamaño de soluto también juega un papel significante en el régimen de transporte de retorno si es difusivo o inercial (Le-Clech et al., 2007).

• Lavado, limpieza y pretratamiento

La operación exitosa de una planta de MBR requiere de un control cuidadoso del ensuciamiento, ya que su completa erradicación no es posible. Mejoras recientes en el control del ensuciamiento han conducido a proyecciones más favorables de la vida de las membranas, y una reducción significativa de costos generales.

La limpieza de las membranas comprende la limpieza física intermitente (frecuente) y limpieza química periódica (a largo plazo). Esta última está contemplada para recuperar completamente el flux de la membrana, sin embargo, produce desechos contaminados o tóxicos por los agentes químicos tales como el hipoclorito. La limpieza ácida es propuesta frecuentemente para membranas de cerámica. Por otra parte, los métodos físicos pueden producir un flux estable sin contaminación química secundaria, sin embargo, son más frecuentes y requieren más energía. Los procedimientos de membranas generalmente emplean alguna combinación de las dos técnicas (Chang et al., 2002).

Para los MBR aerobios sumergidos, la succión intermitente es un método alternativo para la supresión del ensuciamiento. El cese temporal de succión crea un transporte de retorno de permeado el cual entonces ayuda a descargar la capa de ensuciamiento. La filtración intermitente ha sido también mostrada para mejorar el desempeño hidráulico de los MBR en línea, para sistemas aerobios y anaerobios.

Es práctica común en sistemas de fibra hueca sumergida retrolavar periódicamente la membrana, es decir, bombear el permeado de vuelta a través de la membrana al tanque de alimentación de membranas, para remover la capa de ensuciamiento. La efectividad de esta técnica depende de la naturaleza del mecanismo de ensuciamiento. Si el bloqueo de poros ha ocurrido o la capa de ensuciamiento está fuertemente adherida, puede ser inefectivo. Materiales inorgánicos precipitados en la superficie de la membrana y en las paredes de los poros -tal como calcita y estruvita- no son removidos por retrolavado.

Retrolavar con aire a través de la membrana es frecuentemente empleado para MBR aerobios. Liberar aire previene la compactación de la capa y reduce la obstrucción de los poros de las membranas. Al emplear un ciclo de filtración de 15 minutos con un ciclo de 15 minutos de retrolavado de aire a presión de 1.5 bar, Parameshwaran et al (1999) demostraron un mejoramiento del 90% en el flux comparado con una succión continua.

La adición de carbón activado pulverizado (CAP) al MBR ha mostrado que incrementa la permeabilidad al mejorar las propiedades hidráulicas de la capa de ensuciamiento, principalmente al incrementar su permeabilidad en volumen y reducir su compresibilidad (Kim et al., 1998). El CAP es también considerado para reducir el ensuciamiento interno por absorción rápida y directa de los compuestos disueltos. El flux de permeado fue reducido a casi cero dentro de las primeras horas de operación cuando el CAP no fue empleado, mientras que con la adición de 1% de CAP al biorreactor el flux del permeado mejoró hasta $24 \text{ L/m}^2 \cdot \text{h}.$

En adición a las limpiezas físicas como relajación y retrolavado diferentes tipos/ intensidades de limpieza química pueden ser también recomendadas:

retrolavado acrecentado químicamente (en una base diaria), limpieza de mantenimiento con una concentración química más alta (semanalmente), y una limpieza química de recuperación (una o dos veces por año). La limpieza de mantenimiento es empleada para mantener la permeabilidad de diseño y reducir la frecuencia de la limpieza de recuperación. Esta última se lleva a cabo cuando la filtración ya no es sostenible debido a una elevada PTM. Los agentes químicos de limpieza prevalentes son el hipoclorito de sodio y el acido cítrico. La limpieza de mantenimiento toma hasta 30 min, y se realiza de cada 3 a 7 días con una concentración moderada de NaOCI en 0.01% en peso. En tanto la limpieza química de recuperación emplea concentraciones de NaoCI en 0.2 a 0.5 % en peso acopladas con acido cítrico en 0.2 a0.3 % en peso.

• Efecto de los modos de operación en el rendimiento. Flux constante y presión constante

El comportamiento a presión constante es tipificado por una disminución del flux al comienzo de la filtración seguida por una disminución gradual hasta alcanzar un flux de estado-estacionario o de estado pseudo-estacionario. La operación a flux constante evita el ensuciamiento excesivo de las membranas. (Le-Clech et al., 2007).

Vyas et al (2002) investigaron el rendimiento de las diferentes combinaciones de presión constante y microfiltración del flujo transversal a flux constante. Los autores encontraron que operar bajo un flux constante justo arriba del flux crítico seguido por una operación a PTM constante causa un severo ensuciamiento. En contraste, una operación a PTM constante seguida por una operación a flux constante muy bajo puede ofrecer un ámbito para reducir el ensuciamiento de la superficie al reducir las fuerzas convectivas hacia la membrana.

Mientras que el ensuciamiento generalmente es más bajo a operación de flux constante, hay evidencia de que la deposición bajo estas condiciones de bajo ensuciamiento puede ser irreversible ya que el mecanismo resultante tiende a ser predominantemente ensuciamiento interno por especies macromoleculares. La operación a flux constante puede generar una substancial deposición inicial, pero su efecto en la deposición subsecuente de macromoléculas puede ser benéfico en algunas circunstancias por servir como prefiltro para especies, las cuales de otro modo pueden infiltrarse más en los poros de la membrana.

• Operación del estado no estacionario

Estados no estacionarios tales como variaciones en las condiciones de operación (entrada del flujo/HRT y carga orgánica) y cambios en el suministro de oxígeno también han sido definidos como factores adicionales que conducen a cambios en la capacidad de ensuciamiento. En las aplicaciones a nivel

industrial, tales condiciones de estado no estacionario pueden ocurrir regularmente. En un estudio, aunque el nivel de polisacáridos en el filtrado varió de una manera caótica, la concentración de este componente específico aumentó antes y después de cada retiro de lodo, fue concluido que la operación no estacionaria cambió la naturaleza o estructura (y capacidad de ensuciamiento) de los polisacáridos en vez de la formación de EPS en conjunto, y por lo tanto podría aumentar la capacidad de ensuciamiento. La adición de un pico de acetato en el agua de alimentación disminuyó la filtrabilidad de la biomasa en un MBR; esto fue debido al aumento en los niveles de SMP (Evenblij et al., 2005)

Para una alta relación inicial sustrato a microorganismos (So/Xo), se observó también la multiplicación de células de bacterias, mientras que a bajo So/Xo se obtuvo almacenamiento de sustrato, caracterizado por la disminución de SSVLM, la ausencia de SMPp y la lisis de bacterias. Las condiciones de carga orgánica baja generalmente usadas en MBR están teóricamente cerca de lo que sería considerado como condiciones de inanición. Aunque la influencia de estas condiciones operativas en el ensuciamiento del MBR no ha sido reportada, la cantidad tan baja producida de SMPp puede conducir a un ensuciamiento menos severo (Le-Clech et al., 2007).

La fase de arranque puede también considerarse como una operación no estacionaria y la información colectada antes de la estabilización de la biomasa (incluyendo el periodo necesario para lograr la aclimatación) puede llegar a ser relevante en el diseño de MBR. Cho et al (2005) reportaron cambios temporales de niveles de EPS atrapadas cuando el MBR fue aclimatado a tres diferentes TRC (8, 20 y 80 días).

2.2.4 Características de la membrana

Es bien conocido que las características de la membrana tales como tamaño de poro, energía de superficie, carga, rugosidad e hidrofobicidad/hidrofilicidad, etc., tienen un impacto directo en el ensuciamiento de las membranas. Los efectos del tamaño de poro en el ensuciamiento de las membranas dependen fuertemente de las características de la solución de alimentación, en particular, de la distribución del tamaño de la partícula. Shimizu et al (1990) correlacionaron el flux con el tamaño de poro para el tratamiento de MBR en línea de desechos metanogénicos. Los autores mostraron que las membranas dimensionadas con poro de 0.05-0.2 µm produjeron el máximo flux entre membranas en el rango de 0.01-1.6 µm en tamaño de poro. Los tamaños de poros más grandes no siempre conducen a un flux más grande debido al ensuciamiento interno. Por ejemplo, Chang et al (1994) investigando el efecto del tamaño de poro en el flux de los desechos de destilería de alcohol, encontraron que el flux producido de 0.05 µm de tamaño de poro es más alto que aquel producido con membranas de 0.4 µm para condiciones de filtración comparables. Choo and Lee (1996b) determinaron el tamaño de poro óptimo basado en la distribución del tamaño de partícula del caldo anaerobio. Estos

reportes enfatizaron la importancia de la obstrucción del poro por partículas finas durante la filtración de las membranas (Chang et al., 2002).

Los materiales de membranas disponibles comprenden cerámica o polímeros. Los materiales de cerámica tales como aluminio, circonio, y oxido de titanio (Al₂O₃, ZrO₂, and TiO₂, respectivamente), muestran resistencia química, térmica, e hidráulica superior, como se indicó por la información de permeabilidad referida a una PTM de alrededor de 2 bar producidos por Gyhoot y colaboradores (1999). Aunque la aplicación de membranas de cerámica a MBR aerobias y anaerobias ha sido estudiada, las membranas poliméricas son más comúnmente usadas debido a lo caro de los materiales cerámicos, los cuales son también enormemente limitados en geometría a monolitos tubulares.

Varios estudios han demostrado la importancia de la hidrofobicidad de los materiales de las membranas. Es conocido que las membranas hidrófilicas producen los flux más altos a causa de la naturaleza hidrofóbica de la interacción entre las membranas y la biomasa. Esto demanda que los materiales naturalmente poliméricos hidrofóbicos, tales como polietileno, polipropileno, fluoruro de polivinilo, y polisulfonato, son superficies modificadas con algún grupo funcional hidrofílico. Las membranas de polietersulfonato no modificadas y modificadas (con monómeros hidrofílicos) pueden ser comparadas, y revelan que la membrana modificada presenta un incremento de 25% en hidrofilicidad, un decremento de 49% en bio-ensuciamiento, y un incremento de 4% en retención de alburnin comparado con la membrana no modificada (Chang et al., 2002).

• Tamaño de poro y distribución

Los efectos del tamaño de poro y de la distribución de tamaño de poro, en el ensuciamiento de las membranas están fuertemente relacionados a las características de la solución de alimentación y en particular a la distribución del tamaño de la partícula. Si el tamaño de partícula es más pequeño que el tamaño de poro, el bloqueo y/o restricción del poro es esperado. Es por lo tanto supuesto que el tamaño más grande de poro como MF debería presentar más alta susceptibilidad de ensuciamiento comparada a membranas de UF (Chang et al., 2002).

El efecto a largo plazo del tamaño de poro de membrana en los rendimientos hidráulicos ha sido evaluado por He et al., (2005) para MBR operados bajo PTM constante. El tamaño más pequeño MWCO (por sus siglas en inglés, molecular weight cut-off) probado (20 Da) produjo la pérdida de permeabilidad más grande dentro de los primeros 15 minutos de filtración si se compara a membranas de 30, 50 y 70 Da. Sin embargo, si se opera para tiempo extendido (por 100 días) con limpiezas química e hidráulica regulares, la membrana de más grande MWCO (70 Da) experimentó la rapidez de ensuciamiento más grande, 94% de su permeabilidad original estaba perdida,

comparada a solamente 70% de disminución del rendimiento para las otras tres membranas. Como un resultado, las membranas de 30 y 50 Da suministraron los mejores rendimientos hidráulicos, indicando la posibilidad de un tamaño óptimo de poro de membrana para una aplicación dada y para un tiempo de filtración dado. Estos resultados también revelaron que la duración del experimento es crucial para evaluar completamente la factibilidad de ensuciamiento de una membrana.

Es de esperarse que las membranas de poro más pequeño rechacen un rango más amplio de materiales, y la capa de ensuciamiento resultante presente una mayor resistencia comparada a membranas de poro más grande. Sin embargo, este tipo de ensuciamiento es reversible y de fácil remoción durante el mantenimiento de limpieza, en comparación con el ensuciamiento debido a la obstrucción interna obtenida en sistemas de membrana de poro más grande. El ensuciamiento irreversible, debido a la deposición de materiales orgánicos e inorgánicos sobre y dentro de los poros de la membrana es la principal causa de los pobres rendimientos a largo plazo de las membranas de tamaño de poro más grande.

• Configuración de membrana

En procesos de MBR sumergidos, las membranas pueden ser configuradas como placas planas verticales, fibras huecas finas horizontales o verticales (la filtración es de afuera hacia adentro) o, más raras veces como tubos (la filtración es de adentro hacia afuera). Aunque el precio del MBR de placa plana está estimado para ser más alto de 20-25% que los sistemas basados de fibra hueca, en estos últimos la rapidez de ensuciamiento y operación de mantenimiento les dan ventaja sobre la primera configuración. En un estudio, el efecto de la configuración de membrana fue evaluado cuando los MBR de fibra hueca y de placa plana (manifestando tamaño de poro similar de 0.4 μ m) fueron usadas para tratamiento de aguas residuales. Una vez que ambos sistemas fueron operados a flux similar, fue encontrado que el MBR de placa plana se ensució ligeramente más y no pudo recuperar su rendimiento original después de la limpieza con agua. Sin embargo, la limpieza química consiguió remover mucho del ensuciamiento (probablemente debido al bloqueo de poro en este caso específico) (Le-Clech et al., 2007).

Hidrofobicidad

A causa de las interacciones que ocurren entre solutos, células microbiales y material de la membrana, el ensuciamiento de membrana es esperado para ser más severo con membranas hidrofóbicas que con hidrofílicas. En muchos estudios, el cambio en la hidrofobicidad de la membrana siempre ocurre con otras modificaciones de la membrana tales como el tamaño de poro y morfología, lo que hace más difícil para evaluar la correlación entre la hidrofobicidad de la membrana y el ensuciamiento.

Sorpresivamente, Fang and Shi 2005 indicaron que las membranas de mayor hidrofilicidad tienden a ser más vulnerables a deposición de sustancias de naturaleza hidrofílica. En MBR, los lodos activados contienen cantidades substanciales de EPS hidrofílicas, los cuales han sido identificados como importantes ensuciantes.

A pesar de la significancia de la hidrofobicidad de la membrana en la etapa temprana de la formación del ensuciamiento, este parámetro desempeña un papel menor durante periodos de filtración extendida. Una vez ensuciada inicialmente, las características químicas de la membrana deberían volverse secundarias a aquellas de los materiales del lodo cubriendo la superficie de la membrana (Le-Clech et al., 2007).

• Materiales

Aún manifestando resistencias químicas, térmicas e hidráulicas, superiores, las membranas de cerámica no son la opción preferida para aplicaciones de MBR debido a su alto costo. La gran mayoría de las membranas usadas en MBR son poliméricas. En un estudio, los autores mencionaron que la composición del ensuciamiento irreversible era dependiente del material de la membrana, ya que algunas fracciones de la materia orgánica presente en la biomasa presentaron una alta afinidad con ciertos materiales poliméricos (Le-Clech et al., 2007).

2.3 Clasificación del ensuciamiento de la membrana. Ensuciamiento reversible, irreversible e irrecuperable

El ensuciamiento de la membrana es un fenómeno muy complicado y resulta de múltiples causas. Los tamaños de partícula de los flóculos del lodo, los coloides y los solutos en el licor mezclado pueden intervenir seriamente en los mecanismos de ensuciamiento en un sistema de filtración de membranas.

Si los ensuciantes son comparables con los poros de la membrana (por ejemplo, coloides) o más pequeños que los poros de la membrana (solutos), la adsorción en las paredes de los poros y bloqueo de los poros pueden ocurrir. Sin embargo si los ensuciantes son mucho más grandes que los poros de la membrana (por ejemplo, flóculos de lodo y coloides), tienden a formar una capa de ensuciamiento en la superficie de la membrana.

Se definen tres tipos de ensuciamiento: ensuciamiento reversible, ensuciamiento irreversible y ensuciamiento irrecuperable. El ensuciamiento reversible puede ser fácilmente eliminado al implementar la limpieza física mientras el ensuciamiento irreversible requiere la limpieza química para ser eliminado. El ensuciamiento irrecuperable es un ensuciamiento permanente el cual no puede ser removido por ningún medio. En general, el ensuciamiento reversible es atribuido a la formación de la capa de ensuciamiento y el ensuciamiento irreversible es atribuido al bloqueo de poros (figura 2.17) (Meng et al., 2009).



Figura 2.17 Ensuciamiento reversible, irreversible e irrecuperable (Meng et al., 2009).

2.4 Modelos para explicar el ensuciamiento

Varios modelos empíricos y teóricos han sido propuestos para describir el fenómeno del ensuciamiento, el más simple es el modelo de resistencia en serie (Livingston et al., 2005).

$$R_T = \frac{PTM}{\mu \cdot J}$$

Donde J = flux de permeado;

- PTM = presión de transmembrana;
- μ = viscosidad dinámica del permeado;
- R_T = resistencia total.

Según este modelo el flux es inversamente proporcional a la resistencia total, R_T , esta última es equivalente a la suma de las resistencias individuales y está dada por la ecuación:

$R_{T} = (R_{M} + R_{F}) + R_{C}$

Donde R_M = resistencia intrínseca de la membrana;

- R_c = resistencia provocada por la capa depositada sobre la superficie (ensuciamiento reversible) y;
- R_F = resistencia debida al ensuciamiento producido por la adsorción de material disuelto (estrechamiento del poro) o bloqueo de poros de la membrana (taponamiento) (ensuciamiento irreversible).

El comportamiento de la filtración directa a presión constante está tipificado por una declinación rápida del flux al inicio de la filtración seguida de un decremento más gradual hasta que un estado de flux estacionario o *pseudo*-estacionario es alcanzado (Chang et al., 2002)

Todos los modelos implican una dependencia de la declinación del flux a razón del tamaño de la partícula y del diámetro del poro.

Según Bowen (1995) hay cuatro pasos consecutivos para el ensuciamiento: 1) el bloqueo de los poros más pequeños, 2) la cobertura de la superficie interna de los poros más grandes, 3) la sobreposición de partículas y la obstrucción directa de los poros más grandes, y 4) la creación de la capa de ensuciamiento.

2.5 Parámetros hidráulicos

La bomba de succión (permeado) que separa el líquido de los lodos activados, debe vencer la resistencia total (que es la suma de la resistencia intrínseca que ofrece la membrana, la resistencia de la capa de ensuciamiento depositada en la superficie de la membrana y la resistencia producida por la adsorción de material disuelto). Según Koros et al (1996) (Guglielmi et al., 2007), el ensuciamiento describe el proceso que conduce a la pérdida del rendimiento de la membrana debido a la deposición de sustancias suspendidas y disueltas en la superficie externa, en las aberturas de los poros o dentro de los poros.

Con las mediciones directas de la presión de succión y del caudal permeado es posible calcular los parámetros hidráulicos significantes en la operación del MBR.

<u>Flux</u>

Es definido como el caudal de permeado (Q) dividido entre el área superficial total de las membranas (A), como se muestra en la fórmula:

$$Flux = \frac{Q}{A}$$

Ya que el flux es afectado por la temperatura del agua, frecuentemente es normalizado a una temperatura estándar de 25 °C para explicar las fluctuaciones en la viscosidad del agua (WEF, 2006).

Presión de transmembrana (PTM)

La presión de transmembrana provee una indicación de la efectividad de cada secuencia de limpieza:

- Incrementos a largo plazo en la PTM pueden indicar la necesidad de una limpieza in situ CIP (por sus siglas en inglés, cleaning in place);
- disminuciones a largo plazo pueden indicar degradación de las membranas y;
- disminuciones repentinas de la PTM son una señal de daño en las membranas.

Por definición la expresión matemática para la presión transmembrana se describe por la siguiente ecuación y las figuras de 2.18 a 2.20:

$$PTM = \frac{P_F + P_R}{2} - P_f$$

Donde,

PTM = presión promedio aplicada del lado de la alimentación con respecto al lado del filtrado

 p_F = presión en la entrada de alimentación p_R = presión en la zona del material retenido (rechazo) p_f = presión en zona del filtrado

Ver explicaciones en las figuras siguientes.







Figura 2.19 Filtrado por gravedad.

• Filtrado a presión (figura 2.18)

Filtrado del interior hacia el exterior

QF = Q alimentado QR = Q no filtrado (rechazo) Qf = Q filtrado

PTM = presión promedio aplicada del lado de la alimentación con respecto al lado del filtrado

 P_F = presión en la entrada de alimentación P_R = presión en la zona del material retenido (rechazo)

 P_f = presión en zona del filtrado

Filtrado por gravedad, sin succión por vacío (figura 2.19)

Filtrado del exterior hacia el interior de la membrana

 $Q_F = Q$ alimentado $Q_R = Q$ no filtrado $Q_f = Q$ filtrado

PTM = presión promedio aplicada del lado de la alimentación con respecto al lado del filtrado

 P_F = presión en la entrada de alimentación

 P_R = presión en la zona del material retenido

 P_f = presión en zona del filtrado



Figura 2.20 Filtrado con succión.

Filtrado con succión, por vacío (figura 2.20)

Filtrado del exterior hacia el interior de la membrana

QF = Q alimentado QR = Q no filtrado Qf = Q filtrado

PTM = presión promedio aplicada del lado de la alimentación con respecto al lado del filtrado

 P_{F} = presión en la entrada de alimentación P_{R} = presión en la zona del material retenido

 P_f = presión en zona del filtrado

Para las bombas de succión las lecturas tomadas en el manómetro, del lado de la succión de permeado o filtrado son presiones negativas, P_2/γ , que restadas de la carga hidráulica estática positiva de alimentación, P_1/γ , en el tanque de membranas con respecto a la bomba, por definición de la PTM resultan valores positivos, figura 2.21.



Figura 2.21 Valores de PTM con el empleo de una bomba de succión de permeado.

Para las bombas con la alimentación a presión las lecturas tomadas en el manómetro, del lado de la alimentación son presiones positivas, P_1/γ , y restándoles las presiones positivas en la zona del filtrado o permeado, P_2/γ , por definición de la PTM resultan valores positivos. Las magnitudes de las presiones alimentación son mayores en comparación a las presiones del filtrado, figura 2.22.



Figura 2.22 Valores de PTM con el empleo de una bomba para la alimentación a presión (WEF, 2006).

Permeabilidad

Se obtiene de la relación del flux sobre la PTM.

La permeabilidad [L/m²·h·bar] es la capacidad de una barrera de membrana para permitir el paso o difusión de una sustancia. El desempeño de las membranas es afectado por cambios en la temperatura, la permeabilidad disminuye con la disminución de la temperatura. El desempeño también disminuye con el incremento en la viscosidad del agua, la cual cambia inversamente con el cambio de temperatura.

Rapidez de ensuciamiento reversible

La rapidez o tasa de ensuciamiento reversible está dada por el aumento de presión con el tiempo de operación entre cada secuencia de limpieza [bar/min]. Una rapidez alta indica un alto grado de ensuciamiento de la membrana en un tiempo muy corto (Yang et al., 2006).

Una unidad de membranas a elevados valores de flux puede producir tasas altas de ensuciamiento. Al aumentar el flux se incrementa también el valor de la PTM. Se representa gráficamente en las figuras 2.23 a 2.25.



Figura 2.23 La rapidez de ensuciamiento reversible y la rapidez de ensuciamiento residual durante los ciclos de permeado y relajación (Guglielmi et al., 2007).

Rapidez del ensuciamiento residual

El ensuciamiento residual [bar/min] está definido según Howell et al (2004) (Guglielmi et al., 2007) y gráficamente representado en las figuras 2.23 a 2.25. Es el valor promedio de las pendientes de PTM de cada ciclo de operación de la membrana durante el incremento gradual de la PTM.



Figura 2.24 La rapidez de ensuciamiento reversible y la rapidez de ensuciamiento residual durante los ciclos de permeado.

En la figura 2.25 se esquematiza el comportamiento de los tipos de ensuciamiento: reversible, entre limpiezas frecuentes; residual, entre limpiezas de mantenimiento; irreversible, entre limpiezas de recuperación e; irrecuperable a largo plazo.



Tiempo

Figura 2.25 Esquema de las diferentes rapideces de ensuciamiento en un MBR (Kraume et al., 2009).

Resistencia total R_T [1/m]

La acumulación de impurezas en la membrana causa un incremento en la PTM y un aumento en la resistencia total al permeado, consecuentemente el flux se reduce (Yang et al., 2006).

$$R_T = \frac{PTM}{\mu \cdot Flux}$$

$$R_{T} = (R_{memb} + R_{irrev}) + R_{rev}$$

Donde

- μ = viscosidad dinámica
- R_{memb} = resistencia intrínseca de la membrana;
- R_{rev} = resistencia provocada por la capa depositada sobre la superficie (ensuciamiento reversible) y;
- R_{irrev} = resistencia debida al ensuciamiento producido por la adsorción de material disuelto (estrechamiento del poro) o bloqueo de poros de la membrana (taponamiento) (ensuciamiento irreversible).

2.6 Problemática identificada

El ensuciamiento de la membrana es primordial para los procesos de MBR. La composición del agua residual y la biomasa están directamente vinculadas y, junto con otros factores, entre ellos operacionales, afectan el proceso de ensuciamiento.

El ensuciamiento disminuye el flujo de permeado y el lapso de vida de las membranas. El grado de ensuciamiento puede controlarse mediante: estrategias de operación adecuadas, mejoramiento de los materiales de las membranas, diseños adecuados del módulo de membranas, incluyendo la configuración del reactor. La limpieza de las membranas ha sido un procedimiento operacional regular y su reemplazo es requerido cuando el ensuciamiento o atascamiento se vuelve irreversible (figura 2.26). Lo anterior conduce al incremento de costos en operación y mantenimiento. Se prevé que la prevención del ensuciamiento de las membranas será todavía un reto técnico por décadas (Gao et al., 2009).



Figura 2.26 Después de un largo tiempo de operación del MBR, en que la limpieza física no es suficiente para controlar el ensuciamiento o atascamiento, es necesaria la limpieza química. Luego de varias veces de limpieza química la membrana será reemplazada si su desempeño no es recuperado (Gao et al., 2009).

CAPÍTULO III

METODOLOGÍA

3.1 Sistema de membranas instalado en CU

El sistema de membranas instalado en la planta para tratamiento de aguas residuales de Ciudad Universitaria se compone de un sistema de pretratamiento de cribado fino, un tanque de lodos activados y del tanque de membranas sumergidas, con volúmenes de operación de 419 m³ (volumen total de 550 m³) y 109 m³ (volumen total de 126 m³), respectivamente, figura 3.1. En la figura 3.2 se presenta la línea de cargas piezométricas del sistema de succión.

Se muestran imágenes del sistema de MBR implantado en la PTAR de CU, figuras 3.3, 3.4, 3.5 y 3.6.

En la figura 3.3 se observa una vista externa del sistema MBR, la figura 3.4 muestra el tanque de lodos activados, y la figura 3.5 presenta el tanque de membranas. En la figura 3.6 se aprecia la unidad rotatoria de membranas antes del llenado del tanque. Las condiciones de operación de diseño del tanque de lodos activados y del tanque de membranas se muestran en las tablas 3.1 y 3.2. Las membranas son del tipo de placas planas, están hechas de PES (polietersulfonato) con un tamaño de poro de 38 nm, y tienen un área total de superficie de 3840 m². Aparecen más características de las unidades de tratamiento en el Anexo I.

El suministro de aire para la oxigenación del licor mezclado del tanque de lodos activados es suministrado por los sopladores a través de los difusores tubulares de burbuja fina. Para controlar la formación de la capa de ensuciamiento sobre las membranas por la extracción de permeado, se manejan flujos transversales de aire y licor mezclado, dirigidos a las superficies de las membranas. El aire de restriegue se introduce por una tubería a lo largo del eje de la unidad de membranas para distribuir verticalmente el aire en chorros ascendentes y remover la capa de ensuciamiento, en cambio el aire para oxigenación se introduce con otra tubería por el fondo del tanque de membranas. El licor mezclado del tanque de aireación es bombeado al tanque de membranas dentro del eje hueco de la unidad de membranas para que fluya en forma ascendente entre las membranas. El sobreflujo de licor



Figura 3.1 Distribución en planta de la PTAR de CU.

mezclado en el tanque de membranas retorna a gravedad a la cabeza del tanque de aireación para mezclarse con el influente (figura 3.7).



Figura 3.2 Línea de cargas piezométricas del sistema de succión del reactor biológico de membranas sumergidas.



Figura 3.3 Sistema MBR



Figura 3.4 Tanque de lodos activados.





Figura 3.5 Tanque de membranas.

Figura 3.6 Unidad de membranas.

Tabla 3.1 Condiciones de operación de diseño del tanque de lodos activados (Huber, 2010).

Parámetro	Tanque de lodos activados
Caudal, L/s	25 L/s
HRT, h	4.6
SRT, d	20-25
Oxígeno disuelto, mg/L	2.0-6.0
SSLM, mg/L	10000

Tabla 3.2. Condiciones de operación de diseño del tanque de membranas sumergida MBR (Huber, 2010).

Parámetro	Tanque de membranas
SSLM, mg/L	12000
Rapidez de flujo de aire para restriegue, m ³ /m ^{2.} h	0.2-0.25
Tiempo de succión (permeado) con burbujeo de aire, min	4.5-9.0
Tiempo sin succión y con burbujeo de aire, min (relajación)	0.5-1.0



Figura 3.7 Recirculación de lodos

La extracción del permeado se realiza mediante fases de permeado a flux constante con relajaciones periódicas que pueden darse a intervalos establecidos o cuando se rebasa determinado valor de presión de transmembrana previamente fijado por el operador (hasta aprox. 400 mbar). En la figura 3.8 se muestra la bomba de lóbulos que efectúa la succión.



Figura 3.8 Bomba de lóbulos para efectuar el permeado.

3.2 Plan experimental

La primera etapa comprendió del día 7 de marzo al día 17 de mayo de 2011 en que se requirió el primer lavado químico. El MBR operó a intervalos frecuentes de ciclos de operación de vacío inducido por la bomba de succión. A partir de que el vacío es suspendido parte de los materiales acumulados en la superficie de la membrana son removidos por el restriegue de aire que se introduce por una tubería a lo largo del eje de la unidad de membranas para distribuir verticalmente el aire en chorros ascendentes y remover la capa de ensuciamiento, en lo que se conoce como relajación (Meng et al., 2006). Los tiempos de operación y de relajación se mantuvieron en esta primera etapa en cuatro minutos y un minuto, respectivamente. Durante la filtración intermitente la bomba de recirculación del tanque de aireación al tanque de membranas se mantuvo en operación.

La toma de lecturas de la presión negativa fue de tres veces a la semana con una duración de 120 minutos en ambas etapas primera y segunda. Las lecturas de caudal de permeado y de volumen de purgas se tomaron diariamente para la segunda etapa. Para la primera etapa solo fue posible la toma de lecturas de caudal de permeado.

Con las mediciones directas de la presión de succión y del caudal permeado se procedió a calcular y graficar para ambas etapas por día los parámetros hidráulicos significantes en la operación del MBR como: flux, PTM, permeabilidad, rapidez de ensuciamiento reversible, resistencia de la capa de ensuciamiento y resistencia total del ensuciamiento. El valor utilizado de la viscosidad dinámica (μ) para calcular la resistencia total es 0.001 Pa·s. Con los valores promedio por día se construyeron las gráficas a largo plazo para obtener el comportamiento del sistema de membranas (Anexo III).

En el caso del sistema MBR instalado en la planta de CU, las lecturas tomadas en el manómetro, del lado de la succión de la bomba de permeado, son presiones negativas, P_2/γ , que restadas de la carga hidráulica estática positiva en el tanque de membranas con respecto a la bomba resultan por definición de la PTM en valores positivos, figuras 3.7 y 2.21. La PTM bajo condiciones a gravedad está regida por la profundidad del tanque de membranas y las pérdidas de carga (Judd, 2006).



Figura 3.9 Componentes de la línea piezométrica en la alimentación y en el filtrado para la obtención de la PTM.

La segunda etapa comprendió del día 28 de septiembre al día 14 de noviembre 2011 después del primer lavado químico. Para la segunda etapa se trató de manejar un modo de operación de flux inicialmente constante que después necesariamente se tuvo que disminuir para controlar la PTM. Los tiempos intermitentes fueron de 8 minutos de operación y 2 minutos de relajación en la modalidad de flux constante. Cabe mencionar que al extender los intervalos de operación se incrementa la resistencia de la capa de ensuciamiento porque se forma una capa más gruesa (Jiang et al., 2003).

En la segunda etapa de operación de la planta de tratamiento de aguas residuales de CU se determinaron experimentalmente los cuatro principales componentes que constituyen a las EPS totales: carbohidratos solubles, proteínas solubles, carbohidratos atrapados y proteínas atrapadas.

Entre las etapas primera y segunda de operación se realizó una limpieza química de recuperación con una solución de hipoclorito de sodio a las membranas para restablecer su permeabilidad inicial.

El cálculo del TRC se llevo a cabo con la siguiente consideración:

$$TRC = \frac{(Vol TM x SST TM) + (Vol TA x SST TA)}{(Caudal de purgas x SST TM)}$$

Donde:

Vol TM= Volumen de tanque de membranas SST TM= Concentración en el tanque de membranas Vol TA= Volumen de tanque de aireación SST TA= Concentración en el tanque de aireación

La purga de lodos se lleva a cabo en el tanque de membranas (figuras 3.1 y 3.7).

El cálculo del TRH se llevo a cabo con la siguiente consideración:

 $TRH = \frac{Vol TA}{Caudal de influente}$

Donde:

Vol TM= Volumen de tanque de membranas Vol TA= Volumen de tanque de aireación

3.3 Métodos analíticos

El muestreo compuesto se realizo tres veces a la semana para las dos etapas: del influente, del tanque de lodos activados, del tanque de membranas y del permeado (figuras 3.10, 3.11, 3.12 y 3.13). Con estas muestras colectadas se determinaron inmediatamente SST, DBO, DQO. Los SST, DBO y DQO fueron medidos de acuerdo a los Métodos Standard (APHA, 1998).



Figura 3.10 Muestreo del influente



Figura 3.12 Muestreo del tanque de membranas



Figura 3.11 Muestreo del tanque de aireación



Figura 3.13 Muestreo del permeado

La medición de SPE y SMP de las unidades de tratamiento fue de dos veces a la semana solo para la segunda etapa. Los SMP (o EPS solubles) fueron extraídos con filtraciones sucesivas, la primera con la membrana de fibra de vidrio de 1.5 μ m y la segunda a través de la membrana de nitrocelulosa de 0.45 μ m. Las membranas que retuvieron los sólidos suspendidos fueron utilizadas para extraer los EPS (o EPS atrapadas) utilizando la técnica de calentamiento, seguido de otra filtración con la membrana de 0.45 μ m. Los SMP y los EPS estuvieron compuestos por los contenidos de carbohidratos, proteínas y ácidos húmicos. Anexo III.

Los carbohidratos fueron determinados utilizando el método del ácido sulfúricofenol de Dubois et al (1956). Las proteínas y sustancias húmicas fueron medidas utilizando el método de Lowry corregido (Frølund et al., 1996), derivado del método de Lowry et al (1951). Anexo III.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS

4.1 Primera etapa de operación del sistema de membranas

4.1.1 Sólidos suspendidos, DQO y DBO

En esta etapa se obtuvieron los siguientes valores promedios:

- Promedio de DBO₅ total del influente de 250 mg/L \pm 94 mg/L. Con un máximo de 580 mg/L y un mínimo de 125 mg/L (figura 4.1).
- Promedio de DBO₅ total del permeado de 6 mg/L ± 2.5 mg/L. Con un máximo de 13 mg/L y un mínimo de 2 mg/L (figura 4.1).

Por lo que se tuvo una eficiencia en remoción de materia orgánica de 98 %, como DBO5 de degradación efectiva y separación física por la membrana. La calidad del efluente fue excelente, cumple con el límite máximo establecido por la NOM-003-SEMARNAT-1996 para servicios al público con contacto directo de 20 mg/L de DBO₅.

- Promedio de DQO total del influente de 540 mg/L + 175 mg/L. Con un máximo de 1020 mg/L y un mínimo de 245 mg/L (figura 4.2).
- Promedio de DQO total del permeado de 29 mg/L + 8 mg/L. Con un máximo de 46 mg/L y un mínimo de 13 mg/L (figura 4.2).
- Promedio de SST total en tanque de membranas de 4175 mg/L <u>+</u> 1210 mg/L. Con un máximo de 7375 mg/L y un mínimo de 2030 mg/L(figura 4.3).
- Promedio de SST total en el tanque de aireación de 5400 mg/L <u>+</u> 2110 mg/L. Con un máximo de 10120 mg/L y un mínimo de 1540 mg/L (figura 4.3).

La concentración de SST en esta primera etapa de operación fue mayor en el tanque de lodos activados que la contenida en el tanque de membranas (figura 4.3). La relación promedio SSV/SST tuvo un valor de 0.85.

La concentración de oxígeno disuelto estuvo entre 0.2 y 7.3 mg/L con valor promedio de 1.5 mg/L. La PTM estuvo en el rango de 30 a 400 mbar.



Figura 4.1 DBO₅ Influente y permeado durante la primera etapa.



Figura 4.2 DQO Influente y permeado durante la primera etapa.



Figura 4.3 SST en tanque de aireación, tanque de membranas y efluente permeado durante la primera etapa.

Los valores calculados en este estudio de F/M están dentro del intervalo de 0.08-0.56 gDBO₅/gSSV·día. Con valor promedio de 0.25 gDBO₅/gSSV·día. Como regla general, es recomendable que la relación F/M este por debajo de 0.5. Al incrementarse este valor la rapidez de ensuciamiento tiende a elevarse hasta 10 veces si se alcanza una relación F/M de 2.4 (Trussell et al., 2006).

Los valores de TRC estuvieron dentro del intervalo de 3.5-22 días. Con valor promedio de 11 días. Mientras que los primeros reactores fueron operados a tiempos muy largos de TRC hasta de 100 días, la tendencia actual es utilizar TRC más bajos de 10-20 días (Le-Clech et al., 2007).

Los valores de TRH estuvieron dentro del intervalo de 4.5-8 h. Con valor promedio de 6 h.

A pesar del modo de operación, algunos SST, partículas coloidales y macromoléculas permanecen en la membrana y conducen a la declinación de la permeabilidad de la membrana a través del tiempo. Después de intervalos largos (meses), la membrana requiere limpieza química para remover los materiales acumulados (figura 2.10) y restablecer la permeabilidad.

4.1.2 Comportamiento de los parámetros hidráulicos de operación por día

Para representar el trabajo realizado se utilizan las gráficas de la PTM de los días 45 (20 de abril) y 72 (17 de mayo) de la primera etapa, con valores
promedio de PTM de 202 y 346 mbar, respectivamente (figuras 4.4 y 4.5). Estas gráficas por día tienen ciclos de 4 min de operación y un minuto de relajación (Anexo II).

Al iniciar el ciclo de operación después de un tiempo de relajación, se observó un aumento súbito de la PTM. Debido a la deposición acumulada (y acumulándose durante toda la operación) de partículas y materiales solubles en la superficie y dentro de los poros de la membrana, y a la resistencia intrínseca de la membrana. Después viene la formación de la capa de ensuciamiento con un crecimiento lineal en la PTM (Jiang et al., 2003).



TIEMPO EN MINUTOS

Figura 4.4 Presión de transmembrana día 45 (20 de abril 2011). Primera etapa.



TIEMPO EN MINUTOS

Figura 4.5 Presión transmembrana día 72 (17 de mayo 2011). Término de primera etapa.

4.1.3 Comportamiento del sistema MBR a largo plazo

En esta primera etapa de operación (febrero a mayo de 2011) es posible señalar cuatro fases que indicaron el desempeño de las membranas (tabla 4.1 y figura 4.6).

			Tabla 4.1 Flux	<u>k vs tiempo.</u>
			TIEMPO (d)	FLUX (L/m ^{2.} h)
		(1	17.32
			2	19.64
			3	15.00
			4	14.97
			5	14.22
_	Lewes de		8	14.14
Ι	Lapso de arranque		9	18.75
			18	16.41
			19	16.41
			22	17.45
			23	15.89
			24	16.15
			25	16.15
			29	18.75
		ſ	30	23.96
			32	22.32
II	Lapso		33	24.74
	de máximo	\prec	37	25.00
	nux		38	24.48
			39	25.10
			40	24.71
		ſ	45	16.12
			50	20.68
III	Lapso de operación	J	51	20.83
	eficiente		53	20.83
			54	20.99
			57	20.99
IV	Lapso de		60	16.15
	mínimo flux	\prec	67	16.15
			72	13.41

53



Figura 4.6 Flux vs tiempo.

En el lapso I (tabla 4.1 y figura 4.6) se utilizaron valores menores de flux a 25 $L/m^2 \cdot h$ debido al incremento gradual de la tasa de permeado para la estabilización. Desde el día 30 al 40 del lapso II (tabla 4.1 y figura 4.6), se registraron los valores máximos de flux próximos a 25 $L/m^2 \cdot h$ por revisión de la capacidad de diseño para la extracción de permeado de la PTAR, y proporcionar los máximos volúmenes tratados. En esos días también se tuvieron elevadas PTM a excepción del día 30.

El grado de ensuciamiento de la membrana fue monitoreado en términos del incremento de la PTM. Al terminar el lapso II (tabla 4.2 y figura 4.7) se redujo el flux de 25 L/m²·h a 16 L/m²·h para reducir la PTM que esta próxima a los 400 mbar. Del día 45 al 50 del lapso III (tabla 4.2 y figura 4.7) la PTM aumentó de 170 mbar a 215 mbar cuando se elevó el flux de permeado de 16.1 L/m²·h a 20.6 L/m²·h. Para mantener el flux de 21 L/m²·h de permeado por varios días fue necesario incrementar gradualmente la PTM.

En el lapso IV (tabla 4.2 y figura 4.7) se mostraron elevadas presiones del día 60 al 72, debidas al ensuciamiento acumulado a lo largo de la operación. Y probablemente también se halla sumado el efecto del exceso de purgas de lodos realizado en un descontrol operativo en el tanque de membranas durante este lapso IV. Estas purgas de lodos se realizaron controlando los sólidos sedimentables del tanque de aireación entre 300 y 600 mL/L , inclusive hasta 700 mL/L. Al purgar demás se reduce el TRC que incrementa los niveles de EPS y a los que se les atribuye ser causantes de ensuciamiento (Le-Clech et al., 2007 y Meng et al., 2009)).

Es preciso señalar que los parámetros de operación tales como el TRC, el TRH, el oxígeno disuelto y F/M no tienen efecto directo en el ensuciamiento de la

membrana, pero determinan las características de los lodos activados (Meng et al., 2009).

		TIEMPO (d)	PTM (mbar)
		22	186.23
т		23	189.61
1	\prec	24	287.12
		25	301.19
	Ļ	29	307.55
		30	265.01
		32	342.33
		33	306.27
II	\prec	37	335.88
		38	306.74
		39	367.29
		40	329.31
		45	169.96
		50	215.08
III	\downarrow	51	225.20
		53	259.58
		54	292.20
	Ĺ	57	308.33
		60	324.42
IV	\prec	67	360.59
		72	320.90





Figura 4.7 PTM vs tiempo.

En el lapso IV (tabla 4.3 y figura 4.8) las purgas de lodos excesivas redujeron el TRC que posiblemente incrementó adicionalmente el ensuciamiento mediante la generación de EPS, junto con la disminución de la concentración de SSLM que redujo los tamaños de partícula y formó una capa de ensuciamiento compacta. La capa de ensuciamiento al ser compacta aumentó rápidamente la PTM, redujo el flux y causó el aumento en la resistencia total a la filtración. Las limpiezas extraordinarias de 10 min fueron bastante frecuentes (figuras AII.7 y AII8). Estas limpiezas extraordinarias aparecen cuando los ciclos de relajación no son suficientes para remover la capa de ensuciamiento sobre la membrana y la PTM de operación esta próxima al límite de 400 mbar. La producción del agua tratada en este lapso IV disminuye hasta una cuarta parte de la producción de diseño.

En comparación (tabla 4.2 y figura 4.7) y (tabla 4.3 y figura 4.8) con los lapsos adjuntos II y IV, en el lapso III los valores de la resistencia total y de la PTM fueron menores y con tendencias crecientes. Por lo que tentativamente podrían utilizarse como valores de operación.

		TIEMPO (d)	RESISTENCIA TOTAL (1/m)
	ſ	22	3.84204E+12
т		23	4.29578E+12
-	\prec	24	6.40013E+12
		25	6.71391E+12
		29	5.90497E+12
		30	3.98182E+12
		32	5.52146E+12
		33	445664E+12
II	\prec	37	4.83668E+12
		38	4.51084E+12
		39	5.07628E+12
		40	4.79766E+12
		45	3.79555E+12
		50	3.73404E+12
III	\prec	51	3.89211E+12
		53	4.48627E+12
		54	5.00744E+12
		57	5.28816E+12
		60	7.23162E+12
IV	\prec	67	8.03802E+12
		72	8.61477E+12

Tabla 4.3 Resistencia total de ensuciamiento vs tiempo.



Figura 4.8 Resistencia total de ensuciamiento vs tiempo.

A pesar de disminuir el flux después del día 40 de 25 a 20 L/m²·h y después del día 57 de 20 a 16 L/m²·h para terminar la primera etapa de operación con 13 L/m²·h (tabla 4.1, tabla 4.2, figura 4.6 y figura 4.7) el incremento de la PTM fue inevitable. Como se pudo apreciar en los valores de las resistencias totales, a pesar de reducir el flux el ensuciamiento fue progresivo (tabla 4.3 y figura 4.8), por la gradual obstrucción de los poros y la capa de ensuciamiento depositada sobre la membrana, la suma de ambas más la resistencia intrínseca de la membrana es la resistencia total.

La rapidez de ensuciamiento reversible se atribuyó a la capa de ensuciamiento que se formó en la superficie de las membranas. Después del ciclo de operación de extracción de permeado este tipo de ensuciamiento pudo ser removido físicamente por el restriegue de aire durante el ciclo de relajación. Esta rapidez de ensuciamiento reversible se incrementó drásticamente en el lapso IV, esto pudiera haber sido por los flóculos pequeños que como se comentó se originaron por purgas excesivas (tabla 4.4 y figura 4.9). Los materiales finos conducen a un ensuciamiento más severo (Le-Clech et al., 2007). Yang et al (2006) señalan que una rapidez alta indica un alto grado de ensuciamiento de la membrana.



Tabla 4.4 Rapidez de ensuciamiento reversible vs tiempo.

Figura 4.9 Rapidez de ensuciamiento reversible vs tiempo.

En cambio, los lapsos II y III (tabla 4.4 y figura 4.9), tuvieron concentraciones de SSLM altos con posiblemente flóculos bien formados y grandes en el tanque de membranas formando sobre su superficie primero la capa de partículas grandes que retuvieron las partículas más diminutas y seguir filtrando, comportándose como una segunda membrana que disminuyó la magnitud de la rapidez de ensuciamiento. La disminución en la concentración de EPS y aumentos en tamaño medio de partícula han sido reportados en edades de lodo más grandes (Chang et al., 1998). Bin et al (2004) observaron que el flux de permeado disminuye de manera más lenta cuando los SSLM aumentan, por el rápido crecimiento de una capa de ensuciamiento que en realidad protege a la membrana.

Según Khan et al (2008) el ensuciamiento es 98-99% debido a la capa de ensuciamiento y aprox. 1% debido a la resistencia intrínseca de la membrana y a la resistencia irreversible. Si esto fuera cierto el valor de la rapidez de ensuciamiento reversible habría tendido valores de pendientes casi constantes en todos los ciclos de operación desde el inicio hasta el final de la primera etapa y no con valores crecientes significantes de las pendientes como en este estudio realizado en la PTAR de CU. Deduciendo que la resistencia irreversible es acumulativa en el tiempo.

En la tabla 4.5 y figura 4.10 se apreció en la línea de tendencia que al incrementarse el flux se incrementó la PTM. Chang et al (2002) observaron que esto sucede porque aumenta la rapidez de la convección de ensuciantes hacia la membrana con la intensidad del flux. Este estudio llegó hasta una PTM de 360 mbar con un flux de 25 L/m²·h. En otros estudios obtuvieron algo similar de PTM y de flux: Ishida et al., (1993) 300 mbar y 21 L/m²·h, Ueda et al., (1996) 150 mbar y 12 L/m²·h, y Shimizu et al., (1996a) 300 mbar y 170 L/m²·h respectivamente.

FLUX (L/m²·h)	PTM (mbar)
13.41	320.90
15.89	189.61
16.12	169.96
16.15	287.12
16.15	301.19
16.15	324.42
16.15	360.59
17.45	186.23
18.75	307.55
20.68	215.08
20.83	225.20
20.83	259.58
20.99	292.20
20.99	308.33
22.32	342.33
23.96	265.01
24.48	306.74
24.71	329.31
24.74	306.27
25.00	335.88
25.10	367.29

Tabla 4.5 PTM vs flux.



Figura 4.10 PTM vs flux.

La resistencia total a la filtración es la suma de la resistencia de la membrana, la resistencia del ensuciamiento reversible y la resistencia de ensuciamiento irreversible, y va en aumento durante toda la operación. La resistencia total y la permeabilidad son directa e inversamente proporcionales al incremento de la PTM respectivamente, lo que explica el aumento de la resistencia total al disminuir la permeabilidad (tabla 4.6 y figura 4.11).

Para este estudio se llegó hasta una PTM de 360 mbar con una permeabilidad de 96 L/m²·h·bar. En otros estudios obtuvieron lo siguiente de PTM y de permeabilidad: Ishida et al., (1993) 300 mbar y 70 L/m²·h·bar, Ueda et al., (1996) 150 mbar y 80 L/m²·h·bar y Shimizu et al., (1996) 300 mbar y 57 L/m²·h·bar respectivamente. La resistencia total alcanzada en este estudio para placas planas rotatorias fue de 8 x 10¹² (1/m) con casi 400 mbar de PTM para un flux promedio de 19 L/m²·h. La obtenida para un sistema de fibras huecas por Jifeng et al (2008) es de 7.68 x 10¹² (1/m) con 300 mbar de PTM para un flux promedio de 16 L/m²·h·bar. Ambos tipos de membranas con tamaño de poro similar de 0.4 µm. La obtenida para una membrana de placa plana sumergida de poro 0.25 µm por Li et al (2008) es menor a 20x 10¹² (1/m) con 300 mbar de PTM para un flux promedio de PTM para un flux promedio de PTM para un flux promedio de 0.4 µm. La obtenida para una membrana de placa plana sumergida de poro 0.25 µm por Li et al (2008) es menor a 20x 10¹² (1/m) con 300 mbar de PTM para un flux promedio de PTM para una membrana de placa plana sumergida de poro 0.25 µm por Li et al (2008) es menor a 20x 10¹² (1/m) con 300 mbar de PTM para un flux promedio de 16 L/m²·h.

PERMEABILIDAD (L/m ² ·h.bar)	RESISTENCIA TOTAL (1/m)
44.79	8.04E+12
47.39	8.61E+12
49.79	7.23E+12
53.65	6.71E+12
56.31	6.40E+12
60.99	5.90E+12
65.20	5.52E+12
68.09	5.29E+12
68.34	5.08E+12
71.86	5.01E+12
74.44	4.84E+12
75.15	4.80E+12
80.26	4.49E+12
80.50	4.51E+12
80.78	4.46E+12
83.91	4.30E+12
92.50	3.89E+12
93.71	3.84E+12
94.89	3.80E+12
95.51	3.98E+12
96.17	3.73E+12

Tabla 4.6 Resistencia total vs permeabilidad.



Figura 4.11 Resistencia total vs permeabilidad

En resumen el comportamiento del sistema en esta primera etapa fue el siguiente de la tabla 4.7.

	-				. /
Tabla 4 /	Resumen	primera	etana	de	operación
	Resulten	princia	ctupu	ac	operación

Periodo	Situación	Efecto
Lapso I	Valor de flux fue de alrededor de 16 L/m ² ·h	La PTM se incrementó hasta 300 mbar La resistencia total fue de 5.9 x 10 ¹² (1/m) La rapidez de ensuciamiento rev. fue de 18 (mbar/min)
Lapso II	Se incrementó el flux alrededor de 25 L/m ² ·h	La PTM se incrementa hasta 330 mbar, estuvo próxima al límite de 400 mbar La resistencia total se mantuvo alrededor de 5×10^{12} (1/m) La rapidez de ensuciamiento rev. fue de 50 (mbar/min)
Se reduce el flux	Se redujo el flux alrededor de 16 L/m ² ·h y con este valor inicia el siguiente lapso	La PTM bajó hasta 170 mbar La resistencia total bajó a 3.8 x 10 ¹² (1/m) La rapidez de ensuciamiento rev. bajó a 4.5 (mbar/min)
Lapso III	Se incrementó el flux alrededor de 20 L/m ² ·h	La PTM se incrementó hasta 308 mbar La resistencia total se incrementó hasta 5.3 x 10 ¹² (1/m) La rapidez de ensuciamiento rev. se incrementó hasta 45 (mbar/min)
Lapso IV	Se redujo el flux alrededor de 15 L/m ² ·h. Hubo purgas de lodos excesivas por un descontrol operativo.	La PTM se incrementó hasta 360 mbar La resistencia total se incrementó hasta 8.0 x 10 ¹² (1/m) La rapidez de ensuciamiento rev. se incrementó 100 (mbar/min)

Durante toda la operación el incremento del flux condujo a incrementos de PTM, por lo que en ocasiones se redujeron los valores del flux para minimizar la PTM. Con los mismos valores de flux de 15 L/m²·h en el lapso I y en el lapso IV de la operación de la primera etapa se encontró una gran diferencia, se pudo entrever (con un balance de masas para el mismo flux) que para la misma masa de sólidos depositada en la superficie de la membrana se tuvieron rapideces de ensuciamiento reversible muy diferentes de 18 (mbar/min) para el lapso I y de 100 (mbar/min) para el lapso IV (figura 4.9 y tabla 4.7). Esto hizo pensar en la contribución del ensuciamiento irreversible, puesto que los poros de la membrana estuvieron cada vez más bloqueados se requirió de más PTM para obtener el mismo volumen de filtración.

Comparando los valores de PTM y resistencia total alcanzados al concluir la operación de la primera etapa se encontró afinidad con la literatura existente.

4.2 Segunda etapa de operación del sistema de membranas

En esta segunda etapa se obtuvieron los siguientes valores promedios:

- Promedio de DBO₅ total del influente de 259 mg/L \pm 107 mg/L. Con un máximo de 576 mg/L y un mínimo de 108 mg/L (figura 4.12).
- Promedio de DBO₅ total del permeado de 9 mg/L <u>+</u> 5 mg/L. Con un máximo de 16 mg/L y un mínimo de 2 mg/L (figura 4.12).

Por lo que se tuvo una eficiencia en remoción de materia orgánica de 96 % de degradación efectiva y separación física por la membrana. La calidad del efluente fue excelente.

- Promedio de DQO total del influente de 564 mg/L <u>+</u> 220 mg/L. Con un máximo de 1386 mg/L y un mínimo de 227 mg/L (figura 4.13).
- Promedio de DQO total del permeado de 35 mg/L + 14 mg/L. Con un máximo de 79 mg/L y un mínimo de 14 mg/L (figura 4.13).
- Promedio de SST total en tanque de membranas de 2631 mg/L <u>+</u> 617 mg/L. Con un máximo de 4170 mg/L y un mínimo de 1720 mg/L (figura 4.14).
- Promedio de SST total en el tanque de aireación de 1820 mg/l <u>+</u> 529 mg/L. Con un máximo de 3480 mg/L y un mínimo de 1040 mg/L (figura 4.14).

La concentración de SST en esta segunda etapa de operación fue mayor en el tanque de membranas que la contenida en el tanque de lodos activados (figura 4.14). La variación en la cantidad microbial de SSLM en el tanque de aireación de la primera etapa de 5400 mg/L a la segunda de 1820 mg/L no afectó la

remoción de DBO que puede apreciarse en las eficiencias de remoción de 98 y 96% respectivamente. La relación promedio SSV/SST tuvo un valor de 0.85 igual que en la primera etapa.

No hubo variación en el pH de 7 en el tanque de aireación y el tanque de membranas

La concentración de oxígeno disuelto varió entre 0.1 y 3.6 mg/L con valor promedio de 1.4 mg/L. La PTM estuvo en el rango de 30-400 mbar como en la etapa primera.



Figura 4.12 DBO₅ del influente y permeado durante la segunda etapa.



Figura 4.13 DQO Influente y permeado durante la segunda etapa.



Figura 4.14 SST en tanque de aireación, tanque de membranas y permeado durante la segunda etapa.

Los valores calculados de F/M estuvieron dentro del intervalo de 0.156-0.93 gDBO₅/g SSV·día. Con valor promedio de 0.52 gDBO₅/gSSV·día.

Los valores de TRC estuvieron dentro del intervalo de 2.4-12.8 días. Con valor promedio de 5.3 días para esta segunda etapa. Menor al promedio obtenido de la primera etapa que fue de 11 días. Los valores de TRH estuvieron dentro del intervalo de 5-11.5 h. Con valor promedio de 8 h. para esta segunda etapa.

Por el ensuciamiento progresivo de la membrana hubo una disminución del volumen tratado en el transcurso de la operación (figura 4.15). Las purgas disminuyeron de un máximo de 168 m³/día a un mínimo de a 45 m³/día por la menor carga orgánica suministrada del influente al tanque de aireación (el caudal alimentado reponía al permeado extraído) al tanque de lodos activados produciendo menos lodos (figura 4.15.). La concentración de sólidos sedimentables disminuyó en el tanque de membranas por la reducción de extracción de permeado desde 800 mL/L a alrededor de 450 mL/L mientras tanto en el tanque de lodos activados se mantuvo alrededor de 300 mL/L (figura 4.16).



Figura 4.15. Volumen tratado y purga de lodos





El flux promedio en la primera etapa es de 20 L/m²·h \pm 3.8 L/m²·h. Con un máximo de 25 y un mínimo de 13 L/m²·h. (figura 4.17).

El flux promedio en la segunda etapa es de 14 L/m²·h \pm de 2.6 L/m²·h. Con un máximo de 19 y un mínimo de 9 L/m²·h. (figura 4.18).

Los flux empleados en la PTAR de CU podrían ser valores de flux subcríticos de acuerdo a lo obtenido por Jifeng et al (2008) de 16 $L/m^2 \cdot h$ para fibras huecas y Pan et al (2010) de 24 $L/m^2 \cdot h$ para placas planas. Este último utilizó 16 $L/m^2 \cdot h$ en sus estudios para tener una operación con flux subcrítico. Nywening et al

(2006) por su parte amplia la definición de flux critico a flux sostenible y obtiene un flux sostenible de 28 L/m²·h para fibras huecas.



Figura 4.17 Flux vs tiempo en la primera etapa.



Figura 4.18 Flux vs tiempo en la segunda etapa.

Del día 30 hasta el día 40 del lapso I de la primera etapa (figura 4.1) se manejaron valores de flux muy cerca de los $25 \text{ L/m}^2 \cdot \text{s}$ junto con PTM altos de más de 300 mbar (figura 4.2) y, como las PTM estaban cerca de los valores límite de operación se disminuyó el flux para reducirlas. Aunque después del día 45 hasta el día 72 se utilizaron valores iniciales de flux más controlados de 20 L/m²·h, el aumento en la PTM tuvo la misma rapidez que los días anteriores de 6.5 mbar/día, debido al ensuciamiento acumulado (figura 4.19).



Figura 4.19 PTM y flux vs tiempo en la primera etapa.

Para la segunda etapa del día 206 al día 253 (figura 4.20) se manejaron valores iniciales de flux alrededor de 17 L/m²·s. La rapidez en esta segunda etapa del incremento de la PTM fue de 4.32 mbar/día y fue menor que la de la primera etapa de 6.5 mbar/día. Un flux más alto hará un ensuciamiento de membrana más susceptible a una rapidez más alta de ensuciamiento (Jifeng et al., 2008).



Figura 4.20 PTM y flux vs tiempo en la segunda etapa.

La resistencia total a la filtración también se fue incrementando. A pesar de que se redujeron los valores de flux en la primera etapa después del día 40 a 16 L/m^2 ·s para disminuir la PTM, desde el día 45 se observo que el ensuciamiento no fue instantáneo sino progresivo (figura 4.21).



Figura 4.21 Resistencia total en la primera etapa.

Para la segunda etapa se trata de manejar un modo de operación de flux inicialmente constante que después necesariamente se tiene que disminuir para mantener la PTM debajo de 400 mbar (figura 4.22).



Figura 4.22 Resistencia total en la segunda etapa.

Entre la primera etapa y la segunda etapa de operación se realizó una limpieza química de recuperación a las membranas con una solución diluida de hipoclorito de sodio para remover la biopelícula y depósitos orgánicos y así restablecer su permeabilidad inicial. Estas limpiezas se llevan a cabo cuando la PTM está cerca del límite de 400 mbar. Después de la limpieza química (figura 4.23) la membrana se recuperó al 100% y la PTM regresó a su estado original

de 130 mbar con una resistencia total de 0.3×10^{12} 1/m. Jifeng et al (2008) tuvieron una recuperación del 95.4%.



Figura 4.23 Limpieza química la unidad de membranas.

4.2.1 SSLM en el ensuciamiento

Los SSLM han sido considerados entre los parámetros importantes en el ensuciamiento de la membrana. Dependiendo de la concentración de la biomasa y variación del flux de permeado, Vyas et al (2000) mostraron dos distintas zonas, incrementando la concentración de biomasa de 0.65 a 2.5 g/L se presenta una reducción de flux, más allá de 2.5 g/L la biomasa no tiene un efecto significante en el ensuciamiento de la membrana y el flux permanece estable. Defrance et al (2000) reportaron resultados similares, la primer zona con un rango de concentración de 0.8-1.5 g/L y una segunda zona, que es la zona de estabilización de la capa de ensuciamiento con un rango de concentración de 1.5-5 g/L. Cuando la concentración aumenta entre 5 a 10 g/L, la tercera zona corresponde a una disminución de flux.

Según las consideraciones dadas en el párrafo anterior para los intervalos de SSLM para la estabilidad del flux. Las concentraciones de sólidos obtenidas en la operación de la primera etapa estuvieron alrededor de 4100 mg/L en el tanque de membranas y según Vyas et al., 2000 y Defrance et al., 2000 debiera haberse presentado una estabilidad del flux pero se presentó una disminución de flux (figura 4.18) con una rapidez de 6.5 mbar/día en el incremento en la PTM. En cambio con las concentraciones de sólidos obtenidas en la operación de la segunda etapa alrededor de 2630 mg/L en el tanque de membranas también debiera haberse encontrado una estabilización del flux. Sin embargo, también el flux disminuyó (figura 4.18) y se incrementó la PTM, el incremento de PTM es de 4.32 mbar/día.

Las rapideces en los incrementos de PTM de 6.5 y de 4.32 mbar/día en ambas etapas probaron que una parte del ensuciamiento en la membrana fue irreversible ya que los ciclos intermitentes de restriegue de aire no fueron eficientes para removerlo.

De la literatura se tuvieron los siguientes valores para rapideces de ensuciamiento durante la operación (dPTM/dt):

2.6 mbar/día	concentración	(durante el arranque) a 20 L/m ² ·h	1
0.8 mbar/día	concentración variable [*]	(durante la estabilización) a 20 L/m ² ·h	Zhang
0.9 mbar/día	concentración constante**	(durante el arranque) a 20 L/m ² ·h	et al (2010)
1.0 mbar/día	concentración constante ^{**}	(durante la estabilización) a 20 L/m ² ·h	

concentración variable^{*} de 0 a 2 hrs 270 mg/L, de 4 a 6 hrs 135 mg/L, de 6 a 8 hrs 27 mg/L, de 9 a 15 hrs 135 mg/L y de 15 a 24 hrs de 100 mg/L de COT (Carbono orgánico total).

concentración constante^{**} a 135 mg/L

0.3 mbar/día concentración (durante la estabilización) a 16 L/m²·h constante^{***} Pan et al (2010)

concentración constante^{***} a 158 <u>+</u> 20 mg/L

De lo que se puede inferir inicialmente que hubo un ensuciamiento muy rápido en el sistema de membranas de CU para una concentración promedio de 250 mg/L en ambas etapas primera y segunda.

4.2.2 SSLM y EPS en el ensuciamiento

Los siguientes resultados sugirieron que no solamente los sólidos pueden ser empleados para explicar el incremento de la PTM o el aumento en la resistencia total a la filtración a largo plazo. Las EPS podrían acumularse no solo en el licor mezclado sino que también en la superficie de la membrana (Nagaoka et al., 1996).

La resistencia total se graficó contra la masa de SSLM interceptada promedio por día por unidad de área de superficie de la membrana en cada ciclo (figura 4.24 y 4.25). Con lo cual se observó que para ambas etapas inicialmente hay un flux mayor y una resistencia total menor, y finalmente un flux menor y una resistencia total mayor. La disminución en la masa de sólidos depositada en la superficie de la membrana al final de cada etapa señaló que la otra fracción para obtener la resistencia total podría atribuirse a la resistencia irreversible por la obstrucción de los poros. Este concepto de la resistencia a la filtración por el ensuciamiento como función de la masa acumulada en la superficie de la membrana en vez del tiempo a diferentes valores de flux de permeado ha sido utilizado por Nywening et al (2006) para la calcular las relaciones de ensuciamiento en condiciones sostenibles y en condiciones insostenibles.

Es importante mencionar que la resistencia irreversible (R_{irrev}) se manejó sumada a la resistencia intrínseca de la membrana (R_{memb}) es decir $R_{irrev}+R_{memb}$. Aunque podría decirse que la intervención intrínseca de la membrana es insignificante la terminar la operación en la magnitud de la resistencia total según Khan et al (2008) y Jifeng et al (2008) con 0.5 % y 0.006% respectivamente.



Figura 4.24 Resistencia total, flux vs masa primera etapa (desde el día 45 al día 72).



Figura 4.25 Resistencia total, flux vs masa segunda etapa.

Para la primera etapa de este estudio desde el día 45 hasta el día 72 con un ciclo de operación de 4 min y con un ciclo de un minuto de relajación (figura 4.26), la suma de la resistencia irreversible más la resistencia intrínseca de la membrana al terminar la operación no tuvo el alto porcentaje de 69% a 85% en la resistencia total reportado por Jiang et al (2003), el valor obtenido estuvo en alrededor del 50%.



Figura 4.26 Relación entre resistencias durante la operación en la primera etapa.

En la segunda etapa (figura 4.27) la relación resistencia reversible (R_{rev}) de la capa de ensuciamiento sobre la resistencia total al principio de la operación tuvo poca participación de 7%, y la relación resistencia irreversible (esta al inicio de la operación es insignificante porque la membrana está limpia) más la resistencia intrínseca de la membrana sobre la resistencia total tuvo una mayor fracción de 93%. Al finalizar el periodo de operación de la segunda etapa los valores de estas relaciones llegaron a invertirse teniendo más efecto los sólidos suspendidos en el ensuciamiento con un 59%.



Figura 4.27 Relación entre resistencias durante la operación en la segunda etapa.

Jiang et al (2003) sostienen que la principal causa del ensuciamiento en las membranas es debido al ensuciamiento irreversible. Sin embargo, reconocen que la capa de ensuciamiento en la superficie de la membrana tiene un papel importante en la resistencia total a la filtración cuando los intervalos de limpieza son cada 10 min. Es decir, la frecuencia de la limpieza afecta el grado de la capa de ensuciamiento en la resistencia total a la filtración ya que la remueve antes que se vuelva más densa. Pan et al (2010) explican que la diferencia en el acuerdo del principal participante en el ensuciamiento de la membrana entre los sólidos suspendidos o las sustancias solubles se debe a la fuerza cortante empleada, si esta es alta los componentes más pequeños dictan la resistencia porque esta es proporcional al tamaño de partícula.

Por su parte Khan et al (2008) obtuvo en un MBR de fibras huecas que la resistencia reversible de la capa de ensuciamiento fue predominante en la resistencia total: la resistencia total de 79.46 x 10^{12} 1/m, la resistencia reversible de 78.36 x 10^{12} 1/m, la resistencia irreversible de 0.72 x 10^{12} 1/m, y la resistencia de la membrana 0.39 x 10^{12} 1/m. La fracción de la resistencia

reversible de la capa de ensuciamiento en la resistencia total fue de alrededor del 98-99%.

Los resultados obtenidos en la planta de tratamiento de aguas residuales en Ciudad Universitaria estuvieron en un plano intermedio, suponiendo que la resistencia intrínseca a la membrana haya sido insignificante como afirman algunos investigadores (Khan et al., 2008, Jifeng et al., 2008), entonces esta suma de la resistencia intrínseca de la membrana y de la resistencia irreversible fue en su mayor parte debida a la fracción soluble y coloidal. Se tuvo un ensuciamiento reversible y un ensuciamiento irreversible para la primera etapa de 50% y 50% y para la segunda etapa de 60% y 40%, respectivamente.

Los diferentes resultados pueden ser debidos a las condiciones de operación, a la morfología de la membrana y a las condiciones de filtración. A pesar de estas diferencias, es claro que el sobrenadante y los sólidos suspendidos contribuyen parcialmente al incremento del ensuciamiento durante la filtración.

4.2.3 SSLM, EPS atrapadas y EPS solubles en el ensuciamiento

Previamente las EPS han sido consideradas entre los componentes importantes interviniendo en el ensuciamiento de la membrana (Nwening et al., 2006).

En la segunda etapa se estudiaron los cuatro componentes que constituyen a las EPS totales: carbohidratos solubles, proteínas solubles, carbohidratos atrapados y proteínas atrapadas. Los resultados presentados aquí son los promedios del triplicado de las muestras.

Las sustancias húmicas extraídas de los flóculos de los lodos activados del tanque de membranas presentaron altos valores en comparación con los del sobrenadante (tabla 4.8 y figura 4.28). Las concentraciones están referidas a mg/L para su comparación.

Esta planteado que con un peso molecular más pequeño, las substancias húmicas contenidas en el sobrenadante del tanque de membranas no son retenidas por la membrana, y por lo tanto no participan significativamente en el ensuciamiento de la membrana (Drews et al., 2005). Sin embargo, Cabassud et al (2004) encontraron niveles de SMPp, SMPc y SMP húmicos en lodo del MBR presumiblemente por la retención de macromoléculas grandes por la membrana. Con los resultados de las determinaciones analíticas y un balance de masas a través de la membrana se apreció una retención de sustancias húmicas por el porcentaje de remoción calculado, concordando con lo obtenido por Cabassud et al (2004) (tabla 4.8 y figura 4.28).

TIEMPO (días)	TANQUE MEMBRANAS. SUST. HUM EN EPS (mg/L)	TANQUE MEMBRANAS. SUST. HUM EN SMP (mg/L)	PERMEADO SUST. HUM (mg/L)	% REMOCIÓN SUST. HUM
227	71	12	10	16,67
229	60	32	17	46,88
232	93	12,5	9	28,00
234	161	18	11	38,89
236	84	21	10	52,38
241	54	9	8	11,11
243	60	4	11	-
246	51	10	8	20,00
248	58	11	9	18,18
253	74	19	12	36,84

Tabla 4.8 Sustancias húmicas vs tiempo.



Figura 4.28 Sustancias húmicas vs tiempo.

Se puede hablar como de EPS atrapadas a la suma de proteínas y carbohidratos atrapados en los lodos, y como EPS solubles (o SMP) a la suma de carbohidratos y proteínas solubles en los lodos activados. Las EPS atrapadas representaron en este estudio la mayor fracción en el tanque de

membranas (tabla 4.9 y figura 4.29). Zhang et al (2010) obtuvieron EPS atrapadas entre 240 mg/L y 380 mg/L y de SMP entre 6 y 16 mg/L.

TIEMPO	EPS (mg/L)	SMP (mg/L)
227	176,67	47,67
229	283,67	51,33
232	291,33	48,83
234	350,67	40,00
236	307,33	61,00
241	292,00	75,00
243	270,33	71,67
246	262,00	44,67
248	275,67	42,33
253	147,33	118,00

Tabla 4.9 EPS atrapadas y SMP en el tanque de membranas.



Figura 4.29 EPS atrapadas y SMP en el tanque de membranas.

Los análisis de los lodos y del sobrenadante del tanque de membranas en este estudio revelaron una mayor concentración de carbohidratos y menor concentración de proteínas tanto en EPS atrapadas como en SMP (tablas 4.10 y 4.11, figuras 4.30 y 4.31).

La relación de proteínas a carbohidratos en EPS en la PTAR de CU estuvo entre 0.4 y 1.3 (tabla 4.10 y figura 4.30). Zhang et al (2010) obtuvieron una relación de proteínas a carbohidratos en EPS atrapadas entre 4.76 y 5.26. Resultando mayor la concentración de proteínas que carbohidratos en EPS atrapadas. En el caso de Khan et al (2008) la relación estuvo en 3.5. Para Malamis et al (2009) las proteínas son dominantes en las EPS atrapadas de 2.11-2.59. El que la concentración de proteínas llegue a ser más alta que la de carbohidratos en EPS atrapadas puede deberse a la magnitud de la intensidad de mezclado que causa el rompimiento de los flóculos y libera proteínas encontradas en o fuera de la superficie celular o ingrese en lisis celular para la liberación de proteínas porque se consumen los carbohidratos de los agregados microbiales (Khan et al., 2008).

	PROTEÍNAS EN	CARBOHIDRATOS EN	RELACIÓN	
TENIPO (ulas)	EPS	EPS	PROT/CARB	
227	74,67	170,00	0,44	
229	113,67	151,67	0,75	
232	139,67	146,00	0,96	
234	204,67	153,67	1,33	
236	153,67	167,67	0,92	
241	124,33	139,67	0,89	
243	130,67	132,67	0,98	
246	129,33	153,67	0,84	
248	122,00	157,67	0,77	
253	147,33	174,67	0,84	

Tabla 4.10 Relación proteínas/carbohidratos en EPS.



Figura 4.30 Relación proteínas/carbohidratos en EPS.

La relación de proteínas a carbohidratos en SMP en la PTAR de CU estuvo entre 0.05 y 0.39 (tabla 4.11 y figura 4.31). Lo obtenido por Zhang et al (2010) para la relación de proteínas a carbohidratos en SMP estuvo entre 0.4 y 2.4. Para Khan et al (2007) la relación estuvo en 0.20. Malamis et al (2009) obtuvieron que los carbohidratos son dominantes en los SMP 0.80-0.90. Estos dos últimos rangos indicaron que hay mayor concentración de carbohidratos en los SMP, pero podría haber una disminución en su concentración por degradación según el primer rango por Zhan et al (2010). Esto plantea que el sistema no está trabajando en la modalidad de aireación extendida (TRC>10 días) para llegar a consumir ese sustrato, y además se verifica con el TRC obtenido para esta segunda etapa de 5 días.

TIEMPO (días)	PROTEÍNAS EN SMP	CARBOHIDRATOS EN SMP	RELACIÓN PROT/CARB
227	6,00	41,67	0,14
229	6,67	44,67	0,15
232	8,50	40,33	0,21
234	8,00	32,00	0,25
236	12,33	48,67	0,25
241	7,67	67,33	0,11
243	20,00	51,67	0,39
246	4,00	40,67	0,10
248	5,00	37,33	0,13
253	6,33	111,67	0,06

Tabla 4.11 Relación proteínas/carbohidratos en SMP.



Figura 4.31 Relación proteínas/carbohidratos en SMP.

4.2.4 Proteínas y carbohidratos solubles en el ensuciamiento

Durante la filtración del licor mezclado del tanque de membranas a través de la membrana, las proteínas y carbohidratos solubles presentes en el sobrenadante tuvieron una disminución en su concentración como pudo ver en los porcentajes de remoción (tablas 4.12 y 4.13, figuras 4.32 y 4.33). Giglielmi et al (2007) observaron que los componentes de los SMP pueden explicar el ensuciamiento observado en la membrana del MBR con la masa total estimada mediante un balance de masas en la membrana de material de carbohidratos y proteínas retenidos en la membrana.

Puede considerarse que la membrana y la biopelícula sobre la membrana retienen parte de estas proteínas y carbohidratos. Tal y como lo plantean Le-Clech et al (2007), los SMP se adsorben en la superficie de la membrana, bloquean los poros de la membrana o forman una estructura de gel en la superficie de la membrana donde proveen una fuente de nutrientes para la formación de biopelícula y una resistencia hidráulica para el flux de permeado.

Algunas investigaciones señalan que los carbohidratos de los SMP son el principal ensuciante en los biorreactores. Y también por el contrario, ha sido hallado que las proteínas de las SMP son el principal factor afectando el desempeño de la membranas (Mukai et al., 2000, Hernandez et al., 2005). Varios ensayos realizados en otros estudios han mostrado que los carbohidratos contribuyen a más ensuciamiento que las proteínas (Rosenber et al., 2006; Yigit et al., 2008). También Pan et al (2010) encontraron que los carbohidratos se adhieren a la superficie de la membrana y causan el ensuciamiento.

La contribución al ensuciamiento en este estudio en la PTAR de CU se debió primero a los carbohidratos seguidos por las proteínas, pero no a una sola fracción (tablas 4.12 y 4.13, figuras 4.32 y 4.33). Aunque las rapideces de ensuciamiento se correlacionan bien con los carbohidratos de los SMP, Shane et al (2006) creen que la concentración total de los SMP las controla.

Es importante resaltar que las eficiencias de remoción de las sustancias solubles en la membrana podrían ser mayores si se comprueba que las subcapas de la biopelícula sobre la membrana liberan sustancias polimericas (Khan et al., 2008).

TIEMPO (d)	PROTEÍNAS EN TANQUE DE MEMBRANAS (mg/L)	PROTEÍNAS EN PERMEADO (mg/L)	% REMOCIÓN PROTEÍNAS
227	6.00	3.00	50,00
229	6.67	3.33	50,00
232	8.50	3.33	60,78
234	8.00	3.33	58,33
236	12.33	3.33	72,97
241	7.67	3.67	52,17
243	20.00	3.00	85,00
246	4.00	3.33	16,67
248	5.00	3.33	33,33
253	6.33	2.67	57,89

Tabla 4.12 Proteínas solubles en el tanque de membranas y permeado.



Figura 4.32 Proteínas solubles en el tanque de membranas y permeado.

TIEMPO (d)	CARBOHIDRATOS EN TANQUE DE MEMBRANAS (mg/L)	CARBOHIDRATOS EN PERMEADO (mg/L)	% REMOCIÓN PROTEÍNAS
222	58,00	40,00	31,03
227	41,67	37,00	11,20
229	44,67	19,33	56,72
232	40,33	24,33	39,67
234	32,00	29,67	7,297
236	48,67	18,00	63,017
241	67,33	75,67	-
243	51,67	44,67	13,55
246	40,67	60,00	-
248	37,33	43,33	-
253	111,67	106,67	4,48

Tabla 4.13 Carbohidratos solubles en el tanque de membranas y permeado.



Figura 4.33 Carbohidratos solubles en el tanque de membranas y permeado.

Muchos estudios de los efectos de las EPS en las membranas consideran la producción de los EPS a partir de los flóculos de lodo. Sin embargo, cantidades relativamente grandes de las sustancias solubles y atrapadas de los EPS son producto de los componentes del agua residual no metabolizados (Dignac et al., 1998) como se muestra en las (tablas 4.14, 4.15, 4.16 y 4.17, figuras 4.34, 4.35, 4.36 y 4.37). Por los resultados obtenidos anteriormente en la participación de la resistencia irreversible en la resistencia total con las concentraciones de SMP en el tanque de membranas se asumió que el agua residual del influente tiene un alto potencial de ensuciamiento (tablas 4.14 y 4.15, figuras 4.34 y 4.35).

Además las concentraciones de los carbohidratos atrapados como de las proteínas atrapadas disminuyeron del tanque de aireación al tanque de membranas (tablas 4.14 y 4.15, figuras 4.34, 4.35). Por lo tanto, las concentraciones de los carbohidratos y proteínas solubles aumentaron en el tanque de membranas (tablas 4.16 y 4.17, figuras 4.36 y 4.37), esta liberación de sustancias poliméricas pudo deberse al rompimiento de flóculos por la mayor intensidad del aire empleado en el tanque de membranas para restregar las membranas. A esto debe agregarse los SMP retenidos por la membrana en el tanque de membranas.

Tiempo (d)	Influente (mg/g)	TA (mg/g)	TM (mg/g)
227	86.96	41.78	33.39
229	97.83	59.23	54.23
232	104.76	35.18	94.12
234	56.37	111.61	83.47
236	75.47	82.68	57.00
241	120.00	87.18	67.13
243	98.77	69.66	63.19
246	78.95	68.11	62.30
248	81.44	72.89	64.89
253	146.17	87.97	79.81

Tabla 4.14 Proteínas atrapadas.





Tiempo (d)	Influente (mg/g)	TA (mg/g)	TM (mg/g)
222	493.24	12.37	85.57
227	150.36	91.08	76.03
229	143.12	107.44	72.36
232	116.67	34.79	98.38
234	66.18	64.56	62.67
236	97.48	90.48	62.19
241	200.00	107.12	75.41
243	156.38	71.95	64.15
246	133.77	76.91	74.02
248	172.35	88.70	83.87
253	207.65	88.77	94.62

Tabla 4.15 Carbohidratos atrapados.



Figura 4.35 Carbohidratos atrapados.

Tiempo (d)	Influente (mg/L)	TA (mg/L)	TM (mg/L)	Permeado (mg/L)
227	7.67	5.67	6.00	3.00
229	11.33	5.33	6.67	3.33
232	7.67	6.33	8.50	3.33
234	12.33	6.00	8.00	3.33
236	14.67	7.00	12.33	3.33
241	13.00	6.00	7.67	3.67
243	11.67	19.00	20.00	3.00
246	8.67	4.67	4.00	3.33
248	15.00	4.00	5.00	3.33
253	13.00	7.67	6.33	2.67

Tabla 4.16 Proteínas solubles.

Figura 4.36 Proteínas solubles.

Tabla 4.17 Carbonidratos solubles	Tabla 4.17	Carbohidratos	solubles
-----------------------------------	------------	---------------	----------

Tiempo (d)	Influente (mg/L)	TA (mg/L)	TM (mg/L)	Permeado (mg/L)
222	71.00	52.00	58.00	40.00
227	91.33	41.33	41.67	37.00
229	59.00	43.67	44.67	19.33
232	40.67	28.67	40.33	24.33
234	59.00	30.33	32.00	29.67
236	40.67	35.33	48.67	18.00
241	50.67	69.33	67.33	75.67
243	68.00	39.67	51.67	44.67
246	54.00	37.67	40.67	60.00
248	50.67	35.00	37.33	43.33
253	109.33	112.33	111.67	106.67

Figura 4.37 Carbohidratos solubles.

En resumen el comportamiento del sistema de la segunda etapa.

Los flux empleados en la PTAR de CU entre 10 a 25 L/m²·h podrían ser valores de flux subcríticos de acuerdo a lo obtenido por Jifeng et al (2008), Pan et al (2010) y Nywening et al (2006). En lo referente a las rapideces en el incremento de la PTM de 6.5 mbar/día para la primera etapa y de 4.32 mbar/día para la segunda etapa, se observo que un flux más alto hizo un ensuciamiento de membrana más susceptible a una rapidez más alta de ensuciamiento. Después de la limpieza química la membrana se recuperó al 100% y la PTM regresó a su estado original de 130 mbar con una resistencia total de 0.3x10¹² 1/m. Al graficar la resistencia total contra la masa de SSLM interceptada promedio por día por unidad de área de superficie de la membrana en cada ciclo se observó que para ambas etapas inicialmente hay un flux mayor y una resistencia total menor, y finalmente un flux menor y una resistencia mayor. En esas mismas gráficas (figuras 4.24 y 4.25) la disminución en la masa de sólidos depositada en la superficie de la membrana al final de cada etapa señaló que la otra fracción para obtener la resistencia total podría atribuirse a la resistencia irreversible por la obstrucción de los poros. Se tuvo un ensuciamiento reversible y un ensuciamiento irreversible para la primera etapa de 50% y 50% y para la segunda etapa de 60% y 40%, respectivamente. Con los resultados de las determinaciones analíticas y un balance de masas a través de la membrana se apreció una retención de sustancias húmicas, de carbohidratos solubles y de proteínas solubles por los porcentajes de remoción calculados.
CAPÍTULO V

CONCLUSIONES

- Se tiene una eficiencia en remoción de materia orgánica, como DBO, en el proceso biológico del MBR de un mínimo y un máximo de 96 y 98% (figura 5.1 y figura 5.12). Los niveles de SST en el permeado están por debajo del límite de detección.
- La recuperación de PTM después de cada ciclo de operación por el ensuciamiento reversible debido a la capa de ensuciamiento es un indicador de la efectividad de los ciclos de relajación y de que la intensidad del aire empleada es la adecuada. La relajación periódica es eficiente con el ensuciamiento reversible e ineficiente con las sustancias solubles dado el aumento en la resistencia en el transcurso de la operación.
- En ambas etapas el ensuciamiento es progresivo por el incremento en la resistencia a pesar de las reducciones en el flux para minimizarlo. El valor alcanzado de 8x10¹² 1/m esta en el rango con respecto a los reportados en la literatura: 2-10x10¹² 1/m (Drews et al., 2008), <20 x10¹² 1/m (Ahmed et al., 2007), 1.4-7.7x10¹² 1/m (Grelier et al., 2006), entre otros.
- La rapidez de ensuciamiento en toda la operación es un buen parámetro de diseño crítico para determinar si un biorreactor de membranas sumergido es una alternativa de tratamiento económicamente factible, comparando las rapideces de ensuciamiento de los diferentes tipos de módulos de membranas. El incremento de PTM de la operación durante la primera etapa es de 6.5 mbar/día y el de la segunda etapa es de 4.3 mbar/día. Los incrementos son altos comparados con los resultados obtenidos por algunos investigadores.
- La suma de la resistencia irreversible más la de membrana aumentó a lo largo del tiempo con relación a la resistencia total durante la operación de ambas etapas. Indicando que la resistencia irreversible es considerable.
- La resistencia total a la filtración en la segunda etapa, inicialmente es influenciada solo por la resistencia de la membrana más la resistencia irreversible en un 90 % y en menor grado por los SSLM, en un 10%. Antes de la limpieza química estos porcentajes se invierten a 40% y 60%,

respectivamente. Con una tendencia similar en la resistencia total para la primera etapa de 50% y 50%.

- La resistencia total a la filtración en la primera etapa, inicialmente es influenciada sólo por la resistencia de la membrana más la resistencia (esta al inicio de la operación es insignificante porque la membrana está limpia) irreversible en un 90 % y en menor grado por los SSLM, en un 10%. Antes de la limpieza química estos porcentajes se convierten a 50% y 50%, respectivamente. Con una tendencia similar en la resistencia total para la segunda etapa de 40% y 60%.
- Los componentes de los SMP que participan en el ensuciamiento de la membrana son los carbohidratos, las proteínas y los ácidos húmicos. La fracción de carbohidratos de los SMP tienen más influencia, que las proteínas, en el ensuciamiento de la membrana por tener un mayor flujo másico retenido en la membrana.
- Las substancias húmicas contenidas en el sobrenadante del tanque de membrana son retenidas por la membrana, y por lo tanto influyen en el ensuciamiento de la membrana.
- El ensuciamiento total se debió a las fracciones tanto de sólidos suspendidos y SMP.
- Con la limpieza química realizada entre las dos etapas hubo una recuperación completa de la capacidad a la filtración de la membrana.

Recomendaciones:

- Reducir la carga orgánica resultará en cambios significantes en la concentración de EPS solubles o SMP.
- El tiempo de retención celular es de los parámetros más importantes afectando el desempeño de la membrana, en particular el ensuciamiento. Podría incrementarse el tiempo de retención celular, para incrementar la biomasa.
- Para situaciones de abultamiento de lodos. Las bacterias filamentosas producen más SMP en el licor mezclado lo cual resulta en un ensuciamiento severo. El selector ha sido usado exitosamente para el control de las bacterias filamentosas.
- La alta velocidad de flujo transversal puede generar exceso de turbulencia y romper flóculos grandes y dar flóculos pequeños y materia orgánica soluble que favorecen el ensuciamiento.

Como un parámetro clave en la operación de un MBR, el flux crítico debe ser medido primero para reducir el ensuciamiento en la membrana. Es bien conocido que si se trabaja arriba del flux crítico, un ensuciamiento severo podría ocurrir.

CAPÍTULO VI

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

Ahmed, Z., Cho, L., Lim, B., Song, K., Ahn, K. (2007), Effects of sludge retention time on membrane fouling and microbial community structure in a membrane bioreactor, *Journal Membrane Science*, 287, 211-218.

APHA, Standards Methods for the Examination of Water, 20th ed., American Public Association, Washington, DC, 1998.

Bae, T., Tak, T. (2005), Interpretation of fouling characteristics of ultrafiltration membranes during the filtration of membrane bioreactor mixed liquor, *J. Membrane Science*, 264, 151–160.

Bin, C., Xiaochang, W., Enrang, W. (2004), Effects of TMP, MLSS concentration and intermittent membrane permeation on a hybrid submerged MBR fouling, in: Proceedings of the Water Environment-Membrane Technology Conference, Seoul, Korea.

Bouhabila, E.H., Ben Aim, R., Buisson, H. (1998), Microfiltration of activated sludge using submerged membrane with air bubbling (application to wastewater treatment), *Desalination*, 118, 315–322.

Bouhabila, E., Ben, R., Buisson, H. (2001), Fouling characterization in membrane bioreactors, *Separation Purification Technology*, 22-23, 123-132.

Bowen, W. R., Calvo, J. I., and Hernandez, A. (1995), Steps of membrane blocking in flux decline during protein microfiltration, *J. Membr. Sci.*, 101, 153–165.

Cabassud, C., Massé, A., Espinoza-Bouchot, M., Spérandio, M. (2004), Submerged membrane bioreactors: interactions between membrane filtration and biological activity, in: Proceedings of the Water Environment-Membrane Technology Conference.

Chang, I. S., Choo, K. H., Lee, C. H., Koh, J. H., Kim, S. W., Paik, U. H., and Koh, U. C. (1994), Application of ceramic membrane as a pretreatment in anaerobic digestion of alcohol-distillery wastes, *J. Membr. Sci.*, 90, 131–139.

Chang, I. S., and Lee, C. H. (1998), Membrane filtration characteristics in membrane coupled activated sludge system- the effect of physiological states of activated sludge on membrane fouling, *Desalination*, 120, 221–233.

Chang, I.S, Bag, S. O., and Lee, C. H. (2001a), Effects of membrane fouling on solute rejection during membrane filtration of activated sludge, *Process Biochem*, 36, 855–860.

Chang, I.S., Pierre, L.C., Jefferson, B, Judd, S (2002), Membrane fouling in Membrane bioreactors for wastewater treatment, *Journal of Environmental Engineering*, 128, 11.

Cho, J., Song, K.-G., Ahn, K.-H. (2005), The activated sludge and microbial substances influences on membrane fouling in submerged membrane bioreactor: unstirred batch cell test, *Desalination*, 183, 425–429.

Choi, H., Zhang, K., Dionysiou, D.D., Oerther, D.B., Sorial, G.A. (2005), Influence of cross-flow velocity on membrane performance during filtration of biological suspension, *J. Membr. Sci.*, 248, 189–199.

Choo, K. H., and Lee, C. H. (1998), Hydrodynamic behaviour of anaerobic biosolids during crossflow filtration in the membrane anaerobic bioreactor, *Water Res.*, 32, 3387–3397.

Cicek, N., Dionysiou, D., Suidan, M. T., Ginestet, P., and Audic, J. M. (1999b), Performance deterioration and structural change of a ceramic membrane bioreactor due to inorganic abrasion, *J. Membr*. Sci., 163, 19–28.

Dignac, M. F., Urbain, V., Rybacki, D., Bruchet, A., Snidaro, D., and Scribe, P. (1998), Chemical description of extracellular polymers: Implication on activated sludge floc structure, *Water Sci. Technol.*, 38, 45–53.

Defrance, L., Jaffrin, M. (1999), Comparison between filtrations at fixed transmembrana pressure and fixed permeate flux: application to a membrane bioreactor used for wastewater treatment, *J. Membr. Sci.* 152 (1999) 203–210.

Defrance, L., Jaffrin, M. Y., Gupta, B., Paullier, P., and Geaugey, V. (2000), Contribution of various constituents of activated sludge to membrane bioreactor fouling, *Bioresource Technol.*, 73, 105–112.

Dignac, M-F, Urbain, V., Rybacki, D., Bruchet, A., Snidaro, D., Scribe, P. (1998), Chemical description of extracellular polymers: implication on activated sludge floc structure, *Water Sci. Technol.*, 38 45-53.

Dubois, M., Gilles, K.A., Hamilton, J.K., Rebers, P.A., Smith, F. (1953), Colorimetric Method for Determination of Sugars and Related Substances, Division of Biochemistry, University of Minnesota, USA. Drews, A. (2010), Membrane fouling in membrane bioreactors-Characterisation, contradictions, cause and cures, *Journal of membrane Science*, 363, 1-28.

Drews, A., Vocks, M., Bracklow, U., Iversen, V., Kraume, M. (2008), Does Fouling in MBR Depend on SMP?, *Desalination*, 231, 141-149.

Drews, A., Vocks, M., Iversen, V., Lesjean, B., Kraume, M. (2005), Influence of unsteady membrane bioreactor operation on EPS formation and filtration resistance, Proceedings of the International Congress on Membranes and Membrane Processes (ICOM), 2005.

Dufresne, R., Lavallee, H. C., Lebrun, R. E., and Lo, S. O. (1997), Étude comparative de l'operation d'un systeme de bioreacteur a membranes et d'un systeme de bous activees conventionnel pour le traitement des effluents papetiers, *Pulp Pap. Mag. Can.*, 99, 66–70.

Dufresne, R., Lavallee, H. C., Lebrun, R. E., and Lo, S. N. (1998), Comparison of performance between membrane bioreactor and activated sludge system for the treatment of pulping process wastewaters, *Tappi J.*, 81, 131–135.

Elokdi, H. (2007), Membrane Biological Reactor Design, Operation and Maintenance, This is a technical presentation, Acwa Emirates LLC, Arab emirates.

Evenblij, H., Geilvoet, S., van der Graaf, van der Roest, H.F. (2005), Filtration characterisation for assessing MBR performance: three cases compared, *Desalination*, 178, 115-124.

Fan, X. J., Urvain, V., Qian, Y., and Manem, J. (1999), Ultrafiltration of activated sludge with ceramic membranes in a crossflow membrane bioreactor process, Proc., Membrane Technology in Environmental Management., Tokyo, 286–293.

Fane, A., Fell, C., Nor, M. (1981), Ultrafiltration activated sludge system development of a predictive model, *Polym. Sci. Technol.*, 13, 631-658.

Fang, H.H.P., Shi, X., (2005), Pore fouling of microfiltration membranes by activated sludge, *J. Membr. Sci.*, 264, 161–166.

Fenu, A., Guglielmi, G., Jimenez, J., Spèrandio, M., Saroj, D., Lesjean, B., Brepols, C, Thoeye, C, Nopens, I (2010), Activated sludge model (ASM) based modeling of membrane biorreactor (MBR) processes: A critical review with special regard to MBR specifities, *Water Research*, 44, 4272-4294.

Field, R. W., Wu, D., Howell, J. A., and Gupta, B. B. (1995), Critical flux concept for microfiltration fouling, *J. Membr. Sci.*, 100, 259–272.

Frølund, B., Palmgren, R., Keiding, K. (1996), Extraction of extracellular polymers from activated sludge using a cation exchange resin, *Water Research*, 30 (8), 1749-1758.

Gao, D.W., Fu, Y., Tao, Y., Wu, W.M., An, R., Li, X.X. (2009), Current research and development of controlling membrane fouling of MBR, *African Journal of Biotechnology*, 8 (13), 2993-2998.

García, J. (2003), Folleto Planta de tratamiento de aguas residuales Ciudad Universitaria, UNAM, México, DF.

Grelier, P., Rosenberg, S., Tazi-Pain, A. (2006), Influence of sludge retention time on membrane bioreactor hydraulic performance, *Desalination*, 192, 10-17.

Guglielmi, G., Chiarani, D., Judd, S.J., Andreottola, G. (2007), Flux criticality and sustainability in a hollow fiber submerged membrane bioreactor for municipal wastewater treatment, *Journal of Membrane Science*, 289 241–248.

Gunder, B., and Krauth, K. (1998), Replacement of secondary clarification by membrane separation—results with plate and hollow fibre modules), *Water Sci. Technol.*, 38, 383–393.

Gupta, N., Jana, N., Majumder, C.B. (2008), Submerged membrane bioreactor system for municipal wastewater treatment process: An overview, *Indian Journal of Chemical Technology*, 15, 604-612.

Ghyoot, W., Vandaele, S., and Verstraete, W. (1999a), Nitrogen removal from sludge reject water with a membrane assisted bioreactor, *Water Res.*, 33, 23–32.

He, Y., Xu, P., Li, C., Zhang, B. (2005), High-concentration food wastewater treatment by an anaerobic membrane bioreactor, Water Res. 39, 4110–4118.

Hernandez, M., Van Kaam, R., Schetritre, S., Albasi, C. (2005), Role and variations of supernatant compounds in submerged membrane bioreactor fouling , *Desalination*, 179, 95-107.

Howell, J.A., Chua, H.C., Arnot, T.C. (2004), In situ manipulation of the critical flux in a submerged membrane bioreactor using variable aeration rates, and effects of membrane history, *J. Membr. Sci.*, 242, 13-19.

Huang, X., Liu, R., and Qian, Y. (2001), Behaviour of soluble microbial products in a membrane bioreactor, *Process Biochem.*, 36, 401–406.

HUBER (2010), Operating Instructions HUBER Vacuum Rotation Membrane VRM® Biorreactor, HUBER SE Industriepark Erasbach, Germany.

Ishida, H., Yamada, Y., and Matsumura, S. (1993), Submerged membrane process. Its application into activated sludge process with high concentrations of MLSS, *2nd Int. Conf. Advances in Water and Effluent Treatment*. BHR Group Series Pub. No. 8, 321–330.

Itonaga, T., Kimura, K., Watanabe, Y. (2004), Influence of suspension viscosity and colloidal particles on permeability of membrane used in membrane bioreactor (MBR), *Water Sci. Technol.*, 50, 301–309.

Jang, N., Ren, X., Choi, K., Kim, I. (2005), Comparison of membrane biofouling in nitrification and denitrification for the membrane bio-reactor (MBR), in: Proceedings of the IWA on Aspire, Singapore.

Ji, L., Zhou, J. (2006), Influence of aeration on microbial polymers and membrane fouling in submerged membrane bioreactors, *J. Membr. Sci.*, 276, 168–177.

Jiang, T., Kennedy, M.D., van der Meer, W.G.J., Vanrolleghem, P.A., Schippers, J.C. (2003), The role of blocking and cake filtration in MBR fouling, *Desalination*, 157, 335-343.

Jifeng, G., Siqing, X., Rongchang, W., Jianfu, Z. (2008), Study on membrane fouling of submerged membrane bioreactor in treating bathing wastewater, *Journal of Environmental Sciences*, 20, 1158-1167.

Jorand, F., Zartarian, F., Thomas, F., Block, J. C., Bottero, J. Y., Villemin, G., Urbain, V., and Manem, J. (1995), Chemical and structural (2D) linkage between bacteria within activated sludge flocs, *Water Res.*, 29, 1639–1647.

Judd, S. (2006), The MBR Book, Principles and applications of membrane biorreactors in Water and Wastewater treatement, Elsevier, USA.

Kim, J. S., Lee, C. H., and Chun, H. D. (1998), Comparison of ultrafiltration characteristics between activated sludge and BAC sludge, *Water Res.*, 32, 3443–3451.

Kimura, K., Hane, Y., Watanabe, Y., Amy, G., Ohkuma, N. (2004), Irreversible membrane fouling during ultrafiltration of surface water, *Water Research*, 38 3431-3441

Kimura, K., Naruse, T., Watanabe, Y. (2009), Changes in characteristics of soluble microbial products in membranes bioreactors associated with different solid retention times: Relation to membrane fouling, *Water Research*, 43, 1033-1039.

Khan, S.J., Visvanathan, C. (2007), Influence of mechanical mixing intensity on a biofilm structure and permeability in a membrane bioreactor, *Desalination*, 231, 253-267.

Koros, W.J., Ma, Y.H., Shimidzu, T. (2006), Terminology for membranes and membranes processes, *J. Membr. Sci*.

Kraume, M., Wedi, D., Schallera, J., Iversena, V., Drewsa, A. (2009), Fouling in MBR: What use are lab investigations for full scale operation? , *Desalination*, 236 94–103.

Laspidou, C.S., Rittman, B.E. (2002), A unified theory for extracellular polymeric substances, soluble microbial products, and active and inert biomass. *Water Research*, 36, 2711-2720.

Le-Clech, P., Chen, V., Fane, A.G. (2007), Fouling in membrane bioreactors used in wastewater treatment, UNESCO Centre for Membrane Science and Technology, Sydney, Australia.

Lee, J., Ahn, Y., Lee, C. (2001), Comparison of the filtration characteristics between attached and suspended growth microorganisms in submerged membrane bioreactor, *Water Res.*, 35, 2435–2445.

Lee, W., Kang, S., Shin, H. (2003), Sludge characteristics and their contribution to microfiltration in submerged membrane bioreactors, *journal of Science Direct*, 216, 217-227.

Li, J., Yang, F., Li, Y., Wong, F.-S., Chua, H.C. (2008), Impact of biological constituents and properties of activated sludge on membrane fouling in a novel submerged membrane bioreactor, *Desalination*, 225, 356–365.

Li, X., Gao, F., Hua, Z., Du, G., Chen, J. (2005), Treatment of synthetic wastewater by a novel MBR with granular sludge developed for controlling membrane fouling, *Sep. Purif. Technol.*, 46, 19–25.

Liu, R., Huang, X., Wang, C., Chen, L., Qian, Y. (2000), Study on hydraulic characteristics in a submerged membrane bioreactor process, *Process Biochemistry*, 36, 249-254.

Livingston, D., Trivedi, H. (2005), Understanding Membrane Performance in MBR Applications Through Biohydraulics, Enviroquip, Inc, USA.

Lowry, O.H., Rosebourgh, N.J., Farr, A.R., Randall, R.J. (1951), Protein measurement with the folin phenol reagent, *J. Biol. Chem.*, 193, 265–275.

Lubbecke, S., Vogelpohl, A., and Dewjanin, W., (1995), Wastewater treatment in a biological high-performance system with high biomass concentration, *Water Res.*, 29, 793–802.

Madaeni, S. S., Fane, A. G., and Wiley, D. (1999), Factors influencing critical flux in membrane filtration of activated sludge, *J. Chem. Technol. Biotechnol.*, 74, 539–543.

Malamis, S., Andreadakis, A. (2009), Fractionation of proteins and carbohydrates of extracellular polymeric substances in a membrane bioreactor system, *Bioresource Technology*, 100, 3350-3357.

Meng, F., Chae, S.R., Drews, A., Kraume, M., Shin, H.S., Yang, F. (2009), Recent advances in membrane bioreactors (MBRs): Membrane fouling and membrane material, *Water Research*, 43, 1489-1512.

Metcalf y Eddy (2007), *Water reuse issues, technologies, and applications*, Mc Graw Hill, USA.

Metcalf y Eddy (2003), *Wastewater Engineering, Treatment and reuse,* Fourth Edition, Mc Graw Hill, USA .

Mukai, T., Takimoto, K., Kohno, T., Okada, M. (2000), Ultrafiltration behavior of extracellular and metabolic products in activated sludge system with UF separation process, *Water Research*, 34, 902-908.

Nagaoka, H., Ueda, S., Miya, A. (1996), Influence of bacterial extracellular polymers on the membrane separation activated sludge process, *Water Science Technology*, 40, 2706-2713.

Nagaoka, H., Yamanishi, S., Miya, A (1998), Modeling of biofouling by extracellular polymers in a membrane separation activated sludge system, *Water Sci. Technol.* 38 (1998) 497–504.

Nielson, P. H., and Jahn, A. (1999), "Extraction of EPS" in *Microbial extracellular polymeric substances*, J. Wingender, T. R. Neu, and H. C. Flemming, eds., Springer, Berlin, 49–72.

Noguera, D.R., Bae, W., Rittman, E. (1994), Soluble microbial products in anaerobic chemostats, *Biotechnol Bioeng*, 44, 1040-1047.

Normas Oficiales Mexicanas: NOM-001-ECOL-1996, NOM-002-ECOL-1996, NOM-003-ECOL-1997 & NOM-004-ECOL-2002. Publicación gratuita elaborada por la Comisión Nacional del Agua; Gerencia de Servicios a usuarios; Subdirección General de Administración del Agua; julio de 2000.

Nywening, J.P., Zhou, H., Husain, H. (2006), Influence of operating conditions on fouling behavior in Wastewater membrane biorreactor processes, *Water Environmental foundation*, WEFTEC.06.

Ognier, S., Wisniewski, C., Grasmick, A. (2002), Characterisation and modeling of fouling in membrane bioreactors, *Desalination*, 146, 141-147.

Orantes, J.C., Wisniewski, C., Heran, M., Grasmick, A. (2004), Influence of total sludge retention on the performance of a submerge membrane bioreactor, in: Proceedings of the Water Environment-Membrane Technology Conference, Seoul, Korea.

Pan, J.R., Su, Y.C., Huang, C., Lee, H.C. (2009), Effect of sludge characteristics on membrane fouling in membranee bioreactors, *Journal of Membrane Science*, 349, 287-294.

Pan, J.R., Su, Y., Huang, C. (2010), Characteristics of microbial products in membrane bioreactor and its effect on membrane fouling, *Desalination*, 250, 778-780.

Parameshwaran, K., Visvanathan, C., and Ben Aim, R. (1999), Membrane as solid/liquid separator and air diffuser in bioreactor, *J. Environ. Eng.*, 125, 825–834.

Park, D., Lee, D.S, Park, J.M. (2005), Continuous biological ferrous iron oxidation in a submerged membrane bioreactor, *Water Sci. Technol.*, 51, 59–68.

Rosenberg, S., Kraume, M. (2002), Filterability of activated sludge in membrane bioreactors, *Desalination*, 146, 343-379.

Rosenberger, S., Laabs, C., Lesjean, B., Gnirss, R., Amy, G., Jekel, M., Schrotter, J.C. (2006), Impact of colloidal and soluble organic material on membrane performance in membrane bioreactors for municipal wastewater treatment, Water Res., 40, 710–720.

Shane, R.S., Merlo, R.P., Hermanowics, S.W., Jenkins, D. (2006), The effect of organic loading on process performance and membrane fouling in a submerged membrane bioreactor treating municipal wastewater, *Water Research*, 40, 2675-2683.

Shimizu, Y., Rokudai, M., Thoya, S., Tanaka, H., and Eghchi, K. (1990), Effect of membrane resistance on filtration characteristics for methanogenic wastes, *Kakaku Kogaku Ronbunshu*, 16, 145.

Shimizu, Y., Shimodera, K., Watanabe, A. (1993), Crossflow microfiltration of bacterial cells, *J. Ferment Bioeng.*, 76, 493-500.

Shimizu, Y., Okuno, Y. I., Uryu, K., Ohtsubo, S., and Watanabe, A. (1996a), Filtration characteristics of hollow fiber microfiltration membranes used in membrane bioreactor for domestic wastewater treatment, *Water Res.*, 30, 2385–2392.

Shin, H. S., An, H., Kang, S. T., Choi, K. H., and Jun, K. S. (1999), Fouling characteristics in pilot scale submerged membrane bioreactor, *Proc., 1st WEFTEC '99*, New Orleans.

Sutherland, I.W. (1999), Biofilm polysaccharides. In Wingender J., Neu T.R., Flemming H-C, editors. Microbial extracellular polymeric substances: characterization, structure and function. Berlin Springer.

Tardieu, E., Grasmick, A., Geaugey, V., and Manem, J. (1998), Hydrodynamic control of bioparticle deposition in a MBR applied to wastewater treatment, *J. Membr. Sci.*, 147, 1–12.

Tarleton, E. S., and Wakeman, R. J. (1994), Understanding flux decline in cross-flow microfiltration.2. effects of process parameters, *Chem. Eng. Res. Des.*, 72, 431–440.

Trussell, R.S., Merlo, R.P., Hermanowicz, S.W., Jenkins, D. (2006), The effect of organic loading on process performance and membrane fouling in a submerged membrane bioreactor treating municipal wastewater, *Water Res.*, 40, 2675–2683.

Ueda, T., Hata, K., and Kikuoka, Y., (1996), Treatment of domestic sewage from rural settlements by a membrane bioreactor, *Water Sci. Technol.*, 34, 189–196.

Ueda, T., Hata, T., Kikuoka, Y., and Seino, O. (1997), Effects of aeration on suction pressure in a submerged membrane bioreactor, *Water Res.*, 31, 489–494.

Visvanathan, C., Yang, B. S., Muttamara, S., and Maythanukhraw, R. (1997), Application of air backflushing technique in membrane bioreactor, *Water Sci. Technol.*, 36, 259–266.

Vyas, H.K., Bennett, R.J., Marshall, A.D. (2000), Influence of operating conditions on membrane fouling in crossflow microfiltration of particulate suspensions, *Intern. Dairy J.*, 10, 855.

Vyas, H.K., Bennett, R.J., Marshall, A.D. (2002), Performance of crossflow microfiltration during constant transmembrane pressure and constant flux operations, *Intern. Dairy J.*, 12 (2002) 473–479.

WEF, 2006, Membrane Systems for Wastewater Treatment, Mc Graw Hill, USA.

Wisniewski, C., Grasmick, A. (1998), Floc size distribution in a membrane bioreactor and consequences for membrane fouling, *Colloid Surf. A: Physiochem. Eng. Asp.*, 138, 403–411.

Wisniewski, C., Grasmick, A., and Cruz, A. L. (2000), Critical particle size in membrane bioreactors case of a denitirifying bacterial suspension, *J. Membr. Sci.*, 178, 141–150.

Xing, C. H., Tardieu, E., Qian, Y., and Wen, X. H. (2000), Ultrafiltration membrane bioreactor for urban wastewater reclamation, *J. Membr. Sci.*, 177, 73–82.

Yamamoto, K., Hissa, M., Mahmood, T., Matsuo, T. (1989), Direct solid liquid separation using hollow fiber membrane in an activated sludge aeration tank, *Water Sci. Technol.*, 21, 278-285.

Yang, Q., Chen, J., Zhang, F. (2006), Membrane fouling control in a sumerged membrane bioreactor with porous, flexible suspended carriers, *Desalination*, 189, 292-302.

Yigit, N.O., Harman, I, Civelekoglu, G., Koseoglu, H., Cicek, N., Kitis, M. (2008), Membrane fouling in a pilot-scale submerged membrane bioreactor operated under various conditions, Desalination, 231, 124-132.

Zhang, J.S., Chuan, C.H., Zhou, J.T., Fane, A.G. (2006), Effect of sludge retention time on membrane bio-fouling intensity in a submerged membrane bioreactor, *Sep. Sci. Technol.*, 41, 1313–1329.

Zhang, J., Zhou, J., Liu, Y., Fane, A.G. (2010), A comparison of membrane fouling under constant and variable organic loadings in submerged membrane bioreactors, *Water Research*, 44, 5407-5413.

ANEXO I

Sistema MBR implantado en la PTAR de Ciudad Universitaria.



Figura AI.1 Panorama general del sistema MBR en la PTAR de CU.

A continuación se detallan las unidades que integran el sistema MBR:

Pretratamiento

Desarenador tipo vortex, con extracción automática de sólidos y arenas, estructura de acero inoxidable. Marca Rotamat Coanda-Complete Plant Ro 5C. Consta de un desarenador RoS3 y un microcolador Ro 9 con perforaciones de 5 mm. Un motoreductor en cada operación de BF40–74W, voltaje 230 V Y, frecuencia 60 Hz.



Figura AI.2 Desarenador tipo Vortex







Figura AI.4 Criba rotatoria



Figura AI.5 Criba rotatoria



Figura AI.6 Placa perforada

Tanque de aireación

Tratamiento por medio de oxidación biológica. Material biodegradable y microorganismos mezclados, agitados y aireados con aireación de burbuja fina. El sistema de difusores son del modelo EMR 15-Mol tubular de burbuja fina con membrana EPDM, fabricante ENVICON Gmbh Alemania.



Figura AI.7 Influente tanque de aireación.



Figura AI.8 Arreglo de difusores tubulares.



Figura AI.9 Tanque de aireación.

Sistema de sopladores

Para el tanque de aireación el soplador suministra el aire requerido a los lodos activados para la remoción de contaminantes. Es del modelo Omega FB 620 C, soplador de lóbulos rotativos, KAESER Alemania, flujo 1624 icfm, motor de 60 HP, Δ P de 5.2 psi

Para el tanque de membrana el soplador produce la agitación para restregar las membranas y remover la capa de ensuciamiento sobre la superficie de la misma. Es del modelo Omega DB 235 C, soplador de lóbulos rotativos, KAESER Alemania, flujo 694 icfm, motor de 20 HP, Δ P de 3.3 psi.

Se alcanza un nivel sonoro 65 dB (A) afuera del cuarto de sopladores.



Figura AI.10 Soplador.

Bomba de alimentación del tanque de aireación al tanque de membranas

El licor mezclado del tanque de aireación es bombeado al fondo del tanque de membranas. El nivel del licor mezclado del tanque de membranas está por arriba de aquel que tiene el tanque de aireación, la recirculación de lodos es a gravedad.



Figura AI.11 Bomba de alimentación del tanque de membranas.



Figura AI.12 Accesorio de acoplamiento a la bomba de alimentación del de membranas.

Tanque de membranas

En el proceso biológico la unidad de membranas sustituye al sedimentador y el tratamiento terciario. Su denominación es inglés es VRM (vacuum rotator membrane), modelo VRM 30/640, cantidad de módulos, superificie de membrana por módulo 6 m², superficie total 3840 m², flujo de aire por superifice de membrana 200-250 L /m²·h, 768-960 m³ /m²·h fabricante Hubber

SE Alemania, capacidad 25 Lps, tamaño de poro 38 nm, estructura de acero inoxidable 314, membranas de PES (polietersulfonato). Motor VRM 0.75, kW, frecuencia 60 Hz, voltaje 230 V. Máxima PTM 300 mbar.



Figura AI.13 Unidad de membranas



Figura AI.14 Placas de membranas



Figura AI.15 Tanque de membranas agitado con aire



Figura AI.16 Placa de membrana



Un módulo esta formado por 4 placas de membrana. Existen 640 módulos con un total de 2560 placas.



Un elemento se puede componer de 6 a 8 módulos dispuestos circularmente. Este caso es de 8 módulos.



La unidad tiene 80 elementos.

Figura AI.17 Diseño del sistema Huber VRM®

Permeado

La bomba de succión succiona el permeado a través de la membrana de microfiltración a vacío constante. Es una bomba de lóbulos, modelo CL 390, fabricante Börger Alemania, 25 Lps, 5.6 carga dinámica, operación en ambos sentidos.



Figura AI.18 Bomba de succión



Figura AI.19 Permeado

ANEXO II

Construcción de gráficas de los parámetros hidráulicos

En las imágenes siguientes se muestra la ubicación del manómetro que registró la magnitud de las presiones negativas, de la bomba de succión, del medidor de caudal del influente y del medidor de volumen de purgas.



Figura AII.1 Medición de caudal y de presión negativa



Figura AII.2 Medición de caudal y de presión negativa



Figura AII.3 El manómetro en ciclo de relajación



Figura AII.4 El manómetro en ciclo de operación (extracción de permeado)



Figura AII.5 Medidor de caudal del influente



Figura AII.6 Medidor del volumen de purgas

La construcción de las gráficas de los parámetros hidráulicos PTM, flux, permeabilidad, rapidez de ensuciamiento y resistencia total fue como sigue:

1.- Con los de las lecturas de la presión en la succión de permeado se obtuvo la gráfica de filtrado, como a continuación se muestra.

Tabla AII.1 Presión de filtrado

Tiempo (min)	Presión (mbar)
0,00	-160
0,02	50
2,00	50
2,02	0
5,00	-165
5,02	50
7,00	50
7,02	0
11,00	-160
11,02	50
12,00	50
12,02	0
15,00	-170
15,02	60
26,00	60
26,02	20
31,00	-160
31,02	50
32,00	50
32,02	0
36,00	-160
36,02	60
47,00	60
47,02	30
51,00	-140
51,02	50
52,00	50
52,02	10
56,00	-150
56,02	70
67,00	70
67,02	50
71,00	-120
71,02	65
72,00	65

Continuación

Tiempo (min)	Presión (mbar)
72,02	20
76,00	-135
76,02	65
77,00	65
77,02	20
81,00	-140
81,02	60
82,00	60
82,02	20
86,00	-140
86,02	70
87,00	70
87,02	20
91,00	-140
91,02	100
102,00	100
102,02	50
106,00	-110
106,02	100
110,00	100
110,02	50
114,00	-110
114,02	90
115,00	90
115,02	50
118,00	-110
118,0	10



Figura AII.7 Presión de filtrado

2.- Con la presión de filtrado y la presión de alimentación (la carga hidráulica sobre la unidad de membranas) se procedió por definición a calcular las PTM.

$$PTM = \frac{P_F + P_R}{2} - P_f$$

Donde:

 P_F = presión en la entrada de alimentación

 P_R = presión en la zona del material retenido

P_f = presión en zona del filtrado

La presión de rechazo y la presión de alimentación como tienen el mismo valor de carga hidráulica sobre la unidad de membranas sumergidas. Entonces queda como:

Para esto fue importante registrar los niveles de licor mezclado en el tanque de membranas. Por simplicidad de cálculo se supuso una carga hidráulica actuante al centro de la unidad de membranas, es decir, equivalente a la diferencia del nivel de agua con la elevación a que se encuentra el centro de la unidad de membranas.

Carga hidráulica sobre la membrana = P_F = Nivel de agua - 1.85 m

Tabla AII.2 Presión de transmembrana

liempo		
(min)	Presion (mbar)	
0,00	304,57	
0,02	154,57	
2,00	154,57	
2,02	204,57	
5,00	369,57	
5,02	154,57	
7,00	154,57	
7,02	204,57	
11,00	364,57	
11,02	154,57	
12,00	154,57	
12,02	204,57	
15,00	374,57	
15,02	144,57	
26,00	144,57	
26,02	184,57	
31,00	364,57	
31,02	154,57	
32,00	154,57	
32,02	204,57	
36,00	364,57	
36,02	144,57	
47,00	144,57	
47,02	174,57	
51,00	344,57	
51,02	154,57	
52,00	154,57	
52,02	194,57	
56,00	354,57	
56,02	134,57	
67,00	134,57	
67,02	154,57	
,71,00	324,57	
, 71,02	139,57	
72,00	139,57	
· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·		

<u> </u>	. /
Continua	rınn
continua	0,011

Tiempo	Presión (mbar)
(min)	, , , , , , , , , , , , , , , , , , ,
72,02	184,57
76,00	339,57
76,02	139,57
77,00	139,57
77,02	184,57
81,00	344,57
81,02	144,57
82,00	144,57
82,02	184,57
86,00	344,57
86,02	134,57
87,00	134,57
87,02	184,57
91,00	344,57
91,02	104,57
102,00	104,57
102,02	154,57
106,00	314,57
106,02	104,57
110,00	104,57
110,02	154,57
114,00	314,57
114,02	114,57
115,00	114,57
115,02	154,57
118,00	314,57
118.02	194,57



Figura AII.8 Presión de transmembrana

3.- Los valores de flux se calcularon con las lecturas de los gastos.

$$Flux = \frac{Q}{A}$$

Con los flux y las PTM se obtuvieron las permeabilidades.

Tabla AII.3 Permeabilidad

Continuación

e

t [min]	K [L/m2.hr.bar]
0.00	36.78
0,02	4,85
2,00	4,85
2,02	65,55
5,00	36,29
5,02	4,85
7,00	4,85
7,02	65,55
11,00	36,78
11,02	4,85
12,00	4,85
12,02	65,55
15,00	35,80
15,02	5,19
26,00	5,19
26,02	72,66
31,00	36,78
31,02	4,85
32,00	4,85
32,02	65,55
36,00	36,78
36,02	5,19
47,00	5,19
47,02	76,82
51,00	38,92
51,02	4,85
52,00	4,85
52,02	68,92
56,00	37,82
56,02	5,57
67,00	5,57
67,02	86,76
71,00	41,32
71,02	5,37
72,00	5,37

K
[L/m2.hr.bar]
72,66
39,49
5,37
5,37
72,66
38,92
5,19
5,19
72,66
38,92
5,57
5,57
72,66
38,92
7,17
7,17
86,76
42,63
7,17
7,17
86,76
42,63
6,55
6,55
86,76
42,63
68,92



4.- La rapidez de ensuciamiento se calculó con la PTM inicial y la PTM final en cada ciclo de operación entre la duración.

Rapidez de ensuciamiento reversible = $\frac{\Delta PTM}{\Delta t}$

t [min]		RAP ó RE
t (minj	mbar	[mbar/min]
0,00	364,57	
0,02	154,57	
2,00	154,57	
2,02	204,57	
5,00	369,57	55,3073
5,02	154,57	
7,00	154,57	
7,02	204,57	
11,00	364,57	40,1674
11,02	154,57	
12,00	154,57	
12,02	204,57	
15,00	374,57	56,9832
15,02	144,57	
26,00	144,57	
26,02	184,57	
31,00	364,57	36,1204
31,02	154,57	
32,00	154,57	
32,02	204,57	
36,00	364,57	40,1674
36,02	144,57	
47,00	144,57	
47,02	174,57	
51,00	344,57	42,6778
51,02	154,57	
52,00	154,57	
52,02	194,57	
56,00	354,57	40,1674
56,02	134,57	
67,00	134,57	
67,02	154,57	
71,00	324,57	42,6778
71,02	139,57	
72,00	139,57	

Tabla AII.4 Rapidez de ensuciamiento reversible

t [min]	mbar	RAP O RE
		[mbar/min]
/2,02	184,57	
76,00	339,57	38,9121
76,02	139,57	
77,00	139,57	
77,02	184,57	
81,00	344,57	40,1674
81,02	144,57	
82,00	144,57	
82,02	184,57	
86,00	344,57	40,1674
86,02	134,57	
87,00	134,57	
87,02	184,57	
91,00	344,57	40,1674
91,02	104,57	
102,00	104,57	
102,02	154,57	
106,00	314,57	40,1674
106,02	104,57	
110,00	104,57	
110,02	154,57	
114,00	314,57	40,1674
114,02	114,57	
115,00	114,57	
115,02	154,57	
118,00	314,57	53,6313
118,02	194,57	

Continuación



5.- Para calcular la resistencia de total se utilizaron los valores de PTM y flux.

$$R_T = \frac{PTM}{\mu \cdot Flux}$$

t [min]	PTM (Pa)	Ensuciamiento [1/m]
0,00	36456,699	9,787E+12
0,02	15456,699	
2,00	15456,699	
2,02	20456,699	
5,00	36956,699	9,9213E+12
5,02	15456,699	
7,00	15456,699	
7,02	20456,699	
11,00	36456,699	9,787E+12
11,02	15456,699	
12,00	15456,699	
12,02	20456,699	
15,00	37456,699	1,0055E+13
15,02	14456,699	
26,00	14456,699	
26,02	18456,699	
31,00	36456,699	9,787E+12
31,02	15456,699	
32,00	15456,699	
32,02	20456,699	
36,00	36456,699	9,787E+12
36,02	14456,699	
47,00	14456,699	
47,02	17456,699	
51,00	34456,699	9,2501E+12
51,02	15456,699	
52,00	15456,699	
52,02	19456,699	
56,00	35456,699	9,5186E+12
56,02	13456,699	
67,00	13456,699	
67,02	15456,699	
71,00	32456,699	8,7132E+12
71,02	13956,699	
72,00	13956,699	

+ [min]		Ensuciamiento
t [iiiii]	PTM (Pa)	[1/m]
72,02	18456,699	
76,00	33956,699	9,1159E+12
76,02	13956,699	
77,00	13956,699	
77,02	18456,699	
81,00	34456,699	9,2501E+12
81,02	14456,699	
82,00	14456,699	
82,02	18456,699	
86,00	34456,699	9,2501E+12
86,02	13456,699	
87,00	13456,699	
87,02	18456,699	
91,00	34456,699	9,2501E+12
91,02	10456,699	
102,00	10456,699	
102,02	15456,699	
106,00	31456,699	8,4448E+12
106,02	10456,699	
110,00	10456,699	
110,02	15456,699	
114,00	31456,699	8,4448E+12
114,02	11456,699	
115,00	11456,699	
115,02	15456,699	
118,00	31456,699	8,4448E+12
118,02	19456,699	

Tabla AII.5 Resistencia total de ensuciamiento

E.



Figura AII.11 Resistencia total de ensuciamiento

Las gráficas para los parámetros hidráulicos para los otros días del estudio se realizaron con el mismo procedimiento. Para realizar la gráfica general del comportamiento de cada parámetro hidráulico se utilizaron los valores promedio por día. Para la PTM se obtuvieron las gráficas generales en las figuras 5.18 y 5.19.

ANEXO III

Determinación de los contenidos de SPE y SMP como: carbohidratos, proteínas y ácidos húmicos.

1) Técnica de separación por calentamiento:

Equipo utilizado:

- Filtros de 0.45 µm de fibra de vidrio
- Matraces
- Parrilla
- Termómetro

Reactivos:

• Agua destilada

Procedimiento

- 1. Etapa de extracción. Filtrar una cantidad de 50 mL del agua de muestra a través del filtro de 0.45 μ de fibra de vidrio. Las sustancias retenidas en la membrana son SPE y las que atraviesan la membrana PMS.
- Colocar la membrana utilizada en el filtrado dentro de un matraz y agregar 50 mL de agua destilada.
- 3. Calentar el agua destilada junto con la membrana a 80 °C durante 15 minutos. Tener el cuidado que la temperatura no rebase la magnitud indicada.
- 4. Dejar enfriar a temperatura ambiente.
- 5. Filtrar la muestra por segunda vez con membrana de 0.45 μm y las sustancias obtenidas son las SPE.
- 6. Finalmente tenemos las SPE como las SMP



Figura AIII.1 Técnica de calentamiento Figura AIII.2 Técnica de Calentamiento

2) Carbohidratos: determinados por el método del ácido sulfúrico- fenol de Dubois et al. 1956. La glucosa es utilizada como un estándar.

Este método propuesto por Dubois et al se fundamenta en que los carbohidratos son particularmente sensibles a ácidos fuertes y altas temperaturas. Bajo estas condiciones una serie de reacciones complejas toman lugar empezando con una deshidratación simple, si se continúa el calentamiento y la catálisis ácida se producen varios derivados del furano que condensan consigo mismos y con otros subproductos para producir compuestos coloridos producto de la condensación de compuestos fenólicos y con heterociclos con el nitrógeno como heteroátomo. La condensación más común es con fenol. Este método es fácil, eficaz y rápido.

Todos los azúcares como oligosacáridos y polisacáridos pueden ser determinados, recordando que éstos bajo hidrólisis ácida producen monosacáridos.

La forma en que procede la reacción no es estequiométrica y depende de la estructura del azúcar, por lo tanto se realiza una curva patrón.

Equipo utilizado:

- Espectrofotómetro
- Tubos de ensayo de 16x100 mm

Reactivos:

- Fenol al 5%, preparado
- Ácido sulfúrico concentrado
- D-GLUCOSA MONOHIDRATADA (para la curva de calibración)
- 1. Para la prueba de carbohidratos utilizar: en un tubo de ensayo poner 1 mL de agua de muestra, 1 mL de fenol, después agregar lentamente 5 mL de ácido sulfúrico, agitar y esperar un tiempo de reacción de 10 minutos,

agitar nuevamente y esperar un tiempo de reacción de 30 minutos. Después medir la absorbancia a 490 nm contra un blanco. El blanco es preparado al sustituir el agua destilada por el agua de muestra.

- 2. Hacer la curva de calibración con D-GLUCOSA MONOHIDRATADAa. Disolver 50 mg de albúmina bovina en 500 mL de agua destilada, con lo que tenemos una disolución madre con una concentración de 100 mg/L. Poner ciertas cantidades de esta solución en matraces aforados "entonces se conocen las cantidades de proteínas en cada matraz" y completar el resto con agua destilada. Tomar muestras de estas diluciones y tratarlas de la misma manera que el problema para la determinación de carbohidratos. Para obtener la curva de calibración se representan los mg presentes en los tubos en función de las absorbancias obtenidas en cada tubo.
- 3. Una vez obtenida la curva de calibración, y partir de las absorbancias obtenidas para las muestras se determinan las concentraciones de carbohidratos.



Figura AIII.3 Determinación de carbohidratos

3) Proteínas: por el método de Lowry. Bovin serum albumin es utilizado como un estándar.

Entre los métodos colorimétricos destacan tres: el método de Biuret, el método de Lowry y el método de Azul de Coomasie.

La reacción que tiene lugar en el método de Lowry es bastante compleja y no del todo conocida. Se desarrolla en las siguientes fases:

1. Reacción previa de la proteína en medio alcalino con iones Cu2+, en presencia de tartrato para evitar la precipitación. Es esencialmente idéntica a la reacción del Biuret, formándose un complejo de coordinación entre el cobre y el nitrógeno peptídico.
2. Reacción con el reactivo de Folin-Ciocalteau para fenoles (ácido fosfomolibdotungstico), que se reduce por medio de los grupos fenol (y en menor medida imidazol e indol) presentes en la proteína a un complejo de color azul oscuro, que se mide colorimétricamente. El complejo coloreado, cuya composición es desconocida, presenta dos máximos de absorción a las longitudes de onda de 560 y 680 nm. La elección de una u otra depende de la concentración proteica de la muestra estudiada.

Equipo utilizado:

- Tubos de ensayo de 16x100 mm
- Espectrofotómetro

Reactivos:

- Seroalbúmina bovina (para la curva de calibración)
- Compuesto de Lowry.

Reactivos de Lowry

Preparación de las soluciones

Solución prestock: Disolver 4 g de NaOH + 30 g de Na2CO3. Aforar con agua destilada a 1 L (guardar a temperatura ambiente).

Tartrato de Sodio y Potasio 4% (wv): Disolver 4g de KNaC4H4O6. 4H2O y aforar con agua destilada a 100 mL (guardar en refrigerador).

Sulfato cúprico 2% (wv): Disolver 2g de sulfato de cobre y aforar con agua destilada a 100mL (guardar a temperatura ambiente).

Solución Lowry A:

Mezclar 1 ml de solución de tartrato de sodio y potasio + 1 ml de solución sulfato de cobre aforar con solución pre-stock a 100 ml. Nota: respeta el orden de adición de las soluciones para evitar formación de precipitados. La cantidad de nuestra a preparar es de acuerdo al número de muestras a procesar.

Solución Lowry A bis:

Mezclar 1 ml de solución de tartrato de sodio y potasio + 1 ml de solución agua destilada (en lugar sulfato de cobre) aforar con solución pre-stock a 100 ml.

Solución Lowry B:

Diluir Reactivo Folin 1:1 con agua destilada. Calcular la cantidad a preparar según las muestras procesadas diarias. Esta solución dura solo un día.



Figura AIII.4 En el orden en que aprecen Solución Lowry A bis, Solución Lowry A y Solución Lowry B

Para la prueba de proteínas de cada muestra a analizar se deben preparar dos tubos de vidrio en paralelo:

- 1.0 mL de agua de muestra, 3.0 mL del compuesto de Lowry A y esperar un tiempo de reacción de 15 minutos. Adicionar 0.3 mL de solución de Folin Ciocalteau agitar y esperar 45 minutos Después medir absorbancia a 750 nm contra un blanco. El blanco es preparado al sustituir el agua destilada por el agua de muestra.
- 1.0 mL de agua de muestra, 3.0 mL del compuesto de Lowry A bis y esperar un tiempo de reacción de 15 minutos. Adicionar 0.3 mL de solución de Folin Ciocalteau agitar y esperar 45 minutos Después medir absorbancia a 750 nm contra un blanco. (Para corregir las concentraciones de proteínas por la presencia de **Ácidos Húmicos**).
- 3. Hacer la curva de calibración con Seroalbúmina bovina. Disolver 50 mg de albúmina bovina en 1 L de agua destilada, con lo que tenemos una disolución madre con una concentración de 50 mg/L. Poner ciertas cantidades de esta solución en matraces aforados "entonces se conocen las cantidades de proteínas en cada matraz" y completar el resto con agua destilada. Tomar muestras de estas diluciones y tratarlas de la misma manera que el problema para la determinación de proteínas. Para

obtener la curva de calibrado se representan los mg presentes en los tubos en función de las absorbancias obtenidas en cada tubo.

4. Una vez obtenida la curva de calibración, y partir de las observancias obtenidas para las muestras se determinan las concentraciones de proteínas.



Figura AIII.5 Determinación de proteínas