



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO**

---

---

**FACULTAD DE QUÍMICA**

**Evaluación del proceso de microfiltración por  
membranas de fibra hueca del efluente de un tratamiento  
secundario**

**TESIS**

Que para obtener el título de

**INGENIERO QUÍMICO**

**PRESENTA**

Griselda Luna Manuel

**DIRECTOR DE TESIS**

Dr. Sergio Adrián García González



Ciudad Universitaria, Cd. Mx., 2019



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



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

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

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

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



---

**JURADO ASIGNADO:**

PRESIDENTE: Dra. Luz María Lazcano Arriola

VOCAL: Dr. Sergio Adrián García González

SECRETARIO: Alejandra Mendoza Campos

1er. SUPLENTE: Ing. David Fragoso Osorio

2° SUPLENTE: Dr. Alfonso Durán Moreno

**SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:**

Facultad de Química, Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM), Laboratorio 301 edificio "E", Ciudad Universitaria, C.P. 04510, México, Ciudad de México

**Asesor del tema:**

**Supervisor técnico:**

---

Dr. Sergio Adrián García González

---

Dr. Alfonso Durán Moreno

**SUSTENTANTE:**

---

Griselda Luna Manuel



---

## AGRADECIMIENTOS

El autor agradece a la Dirección General de Asuntos del Personal Académico (DGAPA, PAPIIT-IT/102118) de la Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM) por el apoyo financiero para esta investigación.



---

## ÍNDICE TEMÁTICO

|   |          |
|---|----------|
| <b>1. RESUMEN.....</b>  | <b>1</b> |
| <b>2. INTRODUCCIÓN.....</b>   | <b>3</b> |
| <b>3. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA .....</b>                                  | <b>4</b> |
| 3.1. DEFINICIÓN DEL PROBLEMA .....  | 4        |
| 3.2. JUSTIFICACIÓN .....  | 7        |
| <b>4. OBJETIVOS .....</b>   | <b>8</b> |
| 4.1. OBJETIVO GENERAL .....   | 8        |
| 4.2. OBJETIVOS PARTICULARES .....   | 8        |
| <b>5. MARCO TEÓRICO .....</b>   | <b>9</b> |
| 5.1. AGUA RESIDUAL.....   | 9        |
| 5.1.1. <i>Definición de agua residual</i> .....                             | 9        |
| 5.1.2. <i>Historia de las aguas residuales</i> .....                        | 9        |
| 5.1.3. <i>Reúso del agua residual</i> .....                                 | 10       |
| 5.2. CONTAMINANTES DEL AGUA RESIDUAL .....                                  | 11       |
| 5.2.1. <i>Contaminantes microbiológicos</i> .....                           | 12       |
| 5.2.2. <i>Sólidos en suspensión</i> .....                                   | 12       |
| 5.2.3. <i>Materia orgánica biodegradable</i> .....                          | 13       |
| 5.2.4. <i>Contaminantes inorgánicos</i> .....                               | 14       |
| 5.2.5. <i>Microcontaminantes orgánicos (Contaminantes emergentes)</i> ..... | 16       |
| 5.3. CARACTERIZACIÓN DE AGUAS RESIDUALES .....                              | 17       |
| 5.4. TRATAMIENTOS DE AGUAS RESIDUALES .....                                 | 20       |



---

|   |           |
|---|-----------|
| 5.4.1. Niveles de tratamiento .....                               | 22        |
| 5.4.1.1. Pretratamiento .....                                     | 22        |
| 5.4.1.2. Tratamiento primario .....                               | 22        |
| 5.4.1.3. Tratamiento secundario.....                              | 23        |
| 5.4.1.4. Tratamiento avanzado.....                                | 25        |
| 5.5. FILTRACIÓN POR MEMBRANA.....                                 | 26        |
| 5.5.1. Desarrollo e historia de la filtración por membranas.....  | 27        |
| 5.5.2. Membranas en la actualidad.....                            | 28        |
| 5.5.3. Membranas de Microfiltración (MF) .....                    | 29        |
| 5.5.4. Fundamentos.....   | 30        |
| 5.5.4.1. Materiales de membrana.....                              | 30        |
| 5.5.4.2. Configuraciones de membrana .....                        | 31        |
| 5.5.4.3. Operación sin-salida y flujo cruzado.....                | 33        |
| 5.5.5. Parámetros de operación de la membrana.....                | 35        |
| 5.5.5.1. Flux.....  | 35        |
| 5.5.5.2. Rapidez de corte .....                                   | 35        |
| 5.5.5.3. Permeabilidad .....                                      | 36        |
| 5.5.5.4. Presión Transmembrana (TMP) .....                        | 36        |
| 5.5.6. Ensuciamiento de la membrana .....                         | 36        |
| 5.5.7. Limpieza química y física.....                             | 39        |
| <b>6. METODOLOGÍA.....</b>  | <b>42</b> |
| 6.1. MONTAJE DEL DISPOSITIVO EXPERIMENTAL Y USO DEL SOFTWARE..... | 43        |
| 6.2. PRUEBAS PRELIMINARES .....                                   | 45        |

---



---

|            |  |           |
|------------|--|-----------|
| 6.2.1.     | <i>Prueba de integridad de membrana.</i>   | 45        |
| 6.2.2.     | <i>Ensayo de permeabilidad al agua.</i>  | 45        |
| 6.3.       | EVALUACIÓN DE DISTINTAS FORMAS DE OPERACIÓN DEL SISTEMA.                         | 46        |
| 6.3.1.     | <i>Funcionamiento general del sistema.</i>                                       | 46        |
| 6.3.2.     | <i>Flujo óptimo de la operación.</i>   | 46        |
| 6.3.3.     | <i>Aplicación de limpieza física: lavado a contracorriente.</i>                  | 47        |
| 6.3.4.     | <i>Aplicación de la limpieza final: combinación de limpieza física y química</i> | 47        |
| 6.3.5.     | <i>Caracterización de la muestra de alimentación y permeado.</i>                 | 48        |
| <b>7.</b>  | <b>RESULTADOS</b>  | <b>50</b> |
| 7.1.       | EVALUACIÓN DE DIFERENTES FORMAS DE OPERACIÓN.                                    | 50        |
| 7.2.       | LIMPIEZA FÍSICA DE LA MEMBRANA.  | 61        |
| 7.3.       | PRUEBAS DE PERMEABILIDAD DEL AGUA.   | 66        |
| 7.4.       | CARACTERIZACIÓN DEL INFLUENTE Y EL EFLUENTE                                      | 70        |
| 7.4.1.     | <i>Nitrógeno Amoniacal</i>   | 70        |
| 7.4.2.     | <i>Grasas y Aceites.</i>   | 71        |
| 7.4.3.     | <i>Sólidos Suspendidos Totales</i>   | 72        |
| 7.4.4.     | <i>Turbidez.</i>   | 74        |
| <b>8.</b>  | <b>CONCLUSIONES</b>  | <b>76</b> |
| <b>9.</b>  | <b>RECOMENDACIONES.</b>  | <b>76</b> |
| <b>10.</b> | <b>REFERENCIAS</b>   | <b>77</b> |
| <b>11.</b> | <b>ANEXO</b>   | <b>82</b> |

---



---

## ÍNDICE DE FIGURAS

|   |    |
|---|----|
| Figura 1. Destino de extracciones de agua dulce a nivel mundial.....                              | 5  |
| Figura 2. Descripción del flujo cruzado .....   | 7  |
| Figura 3. Morfología de la sección transversal de fibra hueca hilada.....                         | 33 |
| Figura 4. Filtración sin salida(a) y filtración de flujo cruzado (b).....                         | 34 |
| Figura 5. Mecanismos de ensuciamiento de la membrana. ....  | 37 |
| Figura 6. Métodos de limpieza de la membrana.....   | 40 |
| Figura 7. Metodología .....   | 42 |
| Figura 8. Equipo de Filtración por membranas.....   | 44 |
| Figura 9. Esquema del dispositivo experimental. ....  | 44 |
| Figura 10. Comportamiento de TMP vs Tiempo, para flujo de 0.6 L/h. ....                           | 50 |
| Figura 11. Comportamiento de TMP vs Tiempo para flujo de 0.6 L/h, con varios<br>retrolavados..... | 51 |
| Figura 12. Comportamiento de TMP vs Tiempo para flujo de 2.4 L/h. ....                            | 53 |
| Figura 13. Comportamiento de TMP vs Tiempo para un flujo de 1.5 L/h. ....                         | 54 |
| Figura 14. Comportamiento de TMP vs Tiempo para flujo de 15 L/h. ....                             | 55 |
| Figura 15. Comportamiento de TMP vs. Tiempo para flujos bajos.....                                | 56 |
| Figura 16. Comportamiento de FLUX vs. Tiempo para flujos bajos. ....                              | 57 |
| Figura 17. Comportamiento de TMP vs. Tiempo para flujos altos.....                                | 58 |
| Figura 18. Comportamiento de FLUX vs. Tiempo para flujos altos. ....                              | 59 |
| Figura 19. Comportamiento de TMP vs Tiempo para flujo de 15 L/h durante 5<br>horas.....           | 60 |





---

|  |    |
|--|----|
| Figura 20. Comportamiento de Flux vs Tiempo para flujo de 15 L/h durante 5 horas.....                      | 61 |
| Figura 21. Comportamiento de TMP vs Tiempo para flujo de 15 L/h, usando retrolavados.....                  | 63 |
| Figura 22. Comportamiento de Flux vs Tiempo para flujo de 15 L/h, usando retrolavados.....                 | 63 |
| Figura 23. Comportamiento de TMP vs Tiempo para flujo de 15 L/h, usando retrolavados cada 45 minutos.....  | 64 |
| Figura 24. Comportamiento de Flux vs Tiempo para flujo de 15 L/h, usando retrolavados cada 45 minutos..... | 65 |
| Figura 25. Pruebas de permeabilidad del agua en pruebas consecutivas. ....                                 | 67 |
| Figura 26. Membrana durante la limpieza química con solución de alcohol isopropílico al 40%.....           | 68 |
| Figura 27. Remoción de sólidos de la membrana con la limpieza final. ....                                  | 68 |
| Figura 28. Membrana antes (A) y después (B) de la limpieza final. ....                                     | 69 |
| Figura 29. Equipo destilador Büchi para determinación de Nitrógeno Amoniacal.                              | 70 |
| Figura 30. Montaje de equipo de extracción de grasas y aceites por recirculación. ....                     | 72 |
| Figura 31. Sólidos Suspendidos Totales de influente a la membrana.....                                     | 73 |
| Figura 32. Sólidos Suspendidos Totales de efluente de la membrana.....                                     | 73 |
| Figura 33. Calidad del agua obtenida: A) antes y B) después de la microfiltración, respectivamente. ....   | 75 |



---

## ÍNDICE DE TABLAS

|   |    |
|---|----|
| Tabla 1. Análisis típico del agua residual municipal .....  | 18 |
| Tabla 2. Límites máximos permisibles para contaminantes básicos. ....   | 19 |
| Tabla 3. Límites máximos permisibles de contaminantes para aguas residuales<br>tratadas que se reúsan en servicios al público. .... | 20 |
| Tabla 4. Tipos de módulos y características principales. ....   | 32 |
| Tabla 5. Agentes de limpieza comunes y posibles interacciones entre los agentes<br>de limpieza y el ensuciamiento. ....             | 41 |
| Tabla 6. Filtración a 0.6 L/h a diferentes aberturas de válvula de retropresión. ....   | 52 |
| Tabla 7. Flujos de operación usados en las pruebas de filtración .....  | 56 |
| Tabla 8. Relación de los flujos presentes en el sistema. ....   | 58 |
| Tabla 9. Caracterización de los retrolavados .....  | 66 |
| Tabla 10. Resultados de Nitrógeno Amoniacal. ....   | 71 |
| Tabla 11. Resultados de Grasas y Aceites .....  | 72 |
| Tabla 12. Resultados de Sólidos Suspendidos Totales .....   | 73 |
| Tabla 13. Resultados de Turbidez.....   | 74 |



---

## 1. Resumen

La actual escasez de agua en el país y en el mundo exige tomar en cuenta tecnologías que permitan resolver dicho problema. Ante esto, se ha planteado recurrir a la reutilización del agua residual, por lo cual es importante el manejo de los procesos empleados para eliminar los contaminantes que contiene.

En el presente trabajo de tesis se evaluó el proceso de microfiltración de un efluente secundario de una planta de tratamiento de agua residual (PTAR) como un tratamiento avanzado para la remoción de contaminantes. La microfiltración se llevó a cabo mediante un sistema a escala piloto de un módulo de fibra hueca (HF, por sus siglas en inglés) de Spectrum Labs. Este sistema fue operado con un flujo tangencial con el fin de reducir la formación de la capa de gel sobre la superficie de la membrana y mantenerla a bajo nivel. Se modificaron principalmente dos variables: el flujo de alimentación generado por una bomba peristáltica y la abertura de válvula de control de retropresión para la recirculación del retenido; ambas condiciones fueron determinadas al principio de cada prueba de filtración y se mantuvieron constantes.

Por lo tanto, se determinaron las condiciones, con las cuales se obtuvo un flujo adecuado de permeado sin que se presentara un aumento considerable en la presión transmembrana (TMP, por sus siglas en inglés), dicho aumento es causado por el ensuciamiento superficial de la membrana, el cual es la principal limitante en los procesos de filtración por membranas. Debido a esto, se trabajó con flujos bajos (0.06 - 6 L/h) y con flujos altos (6.06 - 15 L/h), obteniendo: que a un flujo alto como el de 15 L/h se presenta una menor variación de la TMP, ya que con flujos altos se



---

presenta una mayor rapidez de corte la cual permite que el fluido retire las partículas incrustantes de la superficie de la membrana como un efecto de “barrido”.

A su vez se realizaron pruebas de limpieza física y química para la preservación de la membrana, en donde se observó que haciendo una combinación de limpieza física y química al final de cada prueba de filtración, es posible mantener o incluso mejorar la permeabilidad de la membrana, lo cual impacta directamente en el tiempo de vida útil de la membrana.



---

## **2. Introducción**

El agua está en el epicentro del desarrollo sostenible y es fundamental para el desarrollo socioeconómico, la energía y la producción de alimentos, los ecosistemas saludables y para la supervivencia misma de los seres humanos (Organización de Naciones Unidas, 2018). El agua es, además, una cuestión de derechos. A medida que crece la población mundial, se genera una necesidad creciente de conciliar la competencia entre las demandas comerciales de los recursos hídricos para que las comunidades tengan lo suficiente para satisfacer sus necesidades. Para el desarrollo del ser humano, el agua y los sistemas de saneamiento no pueden estar separados. Ambos son vitales para reducir la carga mundial de enfermedades y para mejorar la salud, la educación y la productividad económica de las poblaciones.

Se espera que la demanda mundial de agua aumente considerablemente en las próximas décadas. Además del sector agrícola, al que se destina el 70% de las extracciones mundiales, se esperan aumentos importantes en la demanda de agua para la producción industrial y energética. La urbanización acelerada y el desarrollo de sistemas de suministro de aguas municipales y de saneamiento también contribuyen al aumento de la demanda (WWAP, Programa Mundial de Evaluación de los Recursos Hídricos de las Naciones Unidas, 2017).

En un mundo donde la demanda de agua dulce está en constante aumento y los escasos recursos hídricos se ven cada vez más exigidos por la captación excesiva, la contaminación y el cambio climático, sería sencillamente impensable no aprovechar las oportunidades que brinda una mejor gestión de las aguas residuales (UN-WATER, 2017).



---

### **3. Planteamiento del problema**

#### **3.1. Definición del problema**

En la actualidad, 2.3 billones de personas no disponen de instalaciones básicas de saneamiento, como baños o letrinas. Según el Programa Conjunto OMS/UNICEF de Monitoreo del Abastecimiento de Agua y del Saneamiento, al menos 1800 millones de personas en todo el mundo beben agua que no está protegida contra la contaminación de las heces. Un número aún mayor bebe agua que se distribuye a través de sistemas vulnerables a la contaminación. Las aguas contaminadas y la falta de saneamiento básico obstaculizan la erradicación de la pobreza extrema y las enfermedades en los países más pobres del mundo.

La disponibilidad de recursos hídricos está intrínsecamente ligada a la calidad del agua, ya que la contaminación de las fuentes de agua puede excluir diferentes usos. El aumento en los vertidos de aguas residuales sin tratar, junto con la escorrentía de tierras agrícolas y las aguas residuales industriales con tratamiento inadecuado, han llevado al deterioro de la calidad del agua en el mundo. Si las tendencias actuales perduran, la calidad del agua continuará deteriorándose en las próximas décadas, especialmente en los países de bajos recursos en zonas áridas, poniendo así aún en mayor riesgo la salud humana y los ecosistemas (WWAP, Programa Mundial de Evaluación de los Recursos Hídricos de las Naciones Unidas, 2017).



La base de datos AQUASTAT de la Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura (FAO) considera que las extracciones de agua dulce a nivel mundial son de 3.928 km<sup>3</sup> al año. Se estima que principalmente la agricultura, mediante evaporación en tierras de cultivo irrigadas, consume el 44% (1.716 km<sup>3</sup> por año) de esta agua, como puede observarse en la Figura 1, mientras que el 56% restante (2.212 km<sup>3</sup> por año) es liberado al medio ambiente como aguas residuales en forma de efluentes municipales e industriales y agua de drenaje agrícola. En promedio, los países de ingresos altos tratan cerca del 70% de las aguas residuales que generan, mientras que esa proporción cae al 38% en los países de ingresos medios-altos y al 28% en los países de ingresos medios-bajos. Estas cifras se traducen en un área de oportunidad para lidiar con la demanda de agua que se está presentando actualmente mediante el uso de las aguas residuales en el consumo humano. Una forma de tratar el agua residual es con procesos avanzados hasta obtener el grado de potable e integrarla al sistema de suministro público.

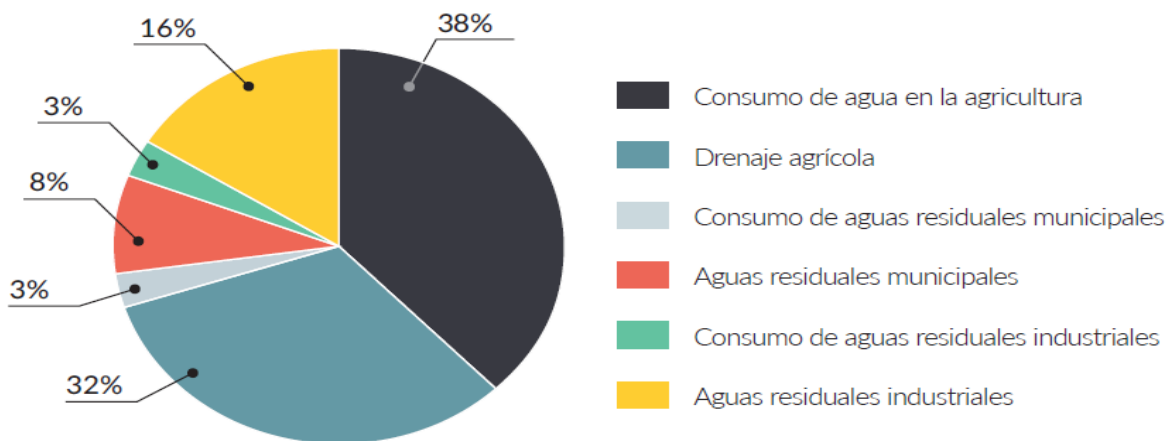


Figura 1. Destino de extracciones de agua dulce a nivel mundial. Fuente: Basado en datos de AQUASTAT (n.d.a.); Mateo-Sagasta et al. (2015); y Shiklomanov (1999). Contribución de Sara Marjani Zadeh (FAO).



---

Los niveles de calidad del agua tratada más altos involucran procesos de membrana. Esto se debe a que los procesos de membrana son capaces de remover contaminantes de tamaños muy pequeños, disueltos y de pesos moleculares muy bajos. Debido a esto se busca implementar un tercer tratamiento o tratamiento avanzado al tren de tratamiento habitual; con el fin de obtener agua tratada de mejor calidad. Este tratamiento avanzado consiste en un módulo de membrana de fibra hueca el cual realizará la microfiltración de un efluente de una planta de tratamiento de aguas residuales. Los módulos de membrana de fibra hueca tienen múltiples cualidades como una alta densidad de empaquetamiento, alta eficiencia, facilidad de escalabilidad, disponibilidad, facilidad de operación y el ahorro de costos y espacio. Sin embargo, posee una limitante, la cual es que el flujo de permeado que se obtiene a través de ella tiende a disminuir conforme ocurre el proceso de filtración debido a la acumulación de sólidos o partículas sobre la superficie de la membrana, formando un gradiente de concentración.





### 3.2. Justificación

En la operación de flujo cruzado de una membrana, mostrada en la Figura 2, se presenta un campo de esfuerzo cortante alrededor de la superficie de la membrana, el cual reduce el gradiente de concentración de partículas que evitan la salida de permeado. Por lo tanto, si se logra mejorar esta propiedad tipo “barrido” del material acumulado en la superficie de la membrana de manera continua, se puede controlar el ensuciamiento de la membrana mejorando así, la operación y reducir la necesidad de aplicar un lavado químico.

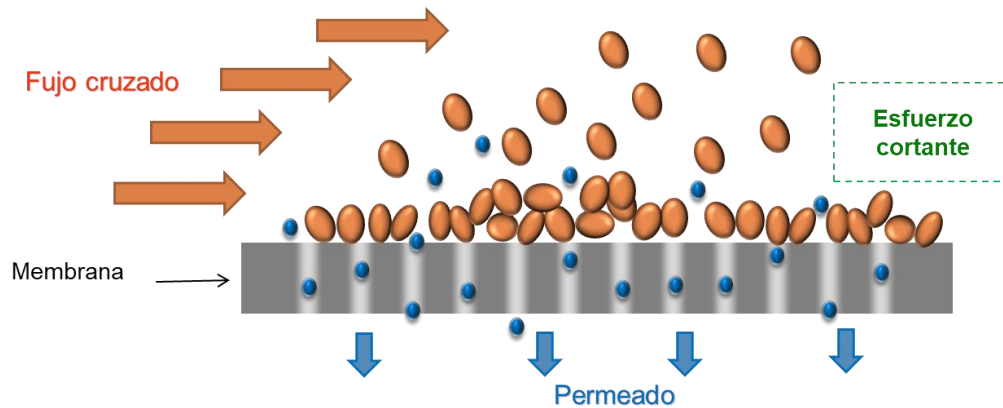


Figura 2. Descripción del flujo cruzado



---

## 4. Objetivos

### 4.1. Objetivo general

Evaluar la microfiltración de flujo cruzado a diferentes valores de rapidez de corte de un efluente secundario con un módulo de membrana de fibra hueca (The KrosFlo Tangential Flow Filtration System (TFF) of Spectrum Labs) determinando la influencia de este parámetro en el ensuciamiento superficial de la membrana.

### 4.2. Objetivos particulares

- Realizar el montaje del sistema que permita la filtración de manera continua mediante un arreglo de tubería y una bomba de alta presión.
- Realizar pruebas a diferentes flujos de alimentación para determinar un punto óptimo de operación del módulo: que no exceda la presión transmembrana fijada y que prolongue el tiempo de colmatación de la membrana, evitando el uso “frecuente” de un lavado físico (retrolavado) y de un lavado químico.
- Evaluar el efecto de los retrolavados en la operación del sistema de microfiltración para determinar el tiempo de colmatación de la membrana.
- Implementar un tipo de limpieza que permita preservar el estado de la membrana.



---

## 5. Marco Teórico

### 5.1. Agua residual

#### ***5.1.1. Definición de agua residual***

Las aguas residuales se consideran como una combinación de uno o más de los siguientes: efluentes domésticos, aguas negras (excremento, orina y lodos fecales), aguas grises (aguas servidas de lavado y baño), agua de establecimientos comerciales e instituciones, incluidos hospitales; efluentes industriales, aguas pluviales, otras escorrentías urbanas; escorrentías agrícolas, hortícola acuícola. (Raschid-Sally & Jayakody, 2008). Cuando este tipo de efluente no recibe ningún tratamiento se les conocen como “aguas crudas”.

Si a las aguas residuales se les somete a algún proceso individual o combinado de tipo físico, químico, biológico o algún otro, y así disminuir la concentración de contaminantes antes de disponerlas a los cuerpos de agua, se les conoce como aguas residuales tratadas (Secretaría del Medio Ambiente y Recursos Naturales, 1997).

#### ***5.1.2. Historia de las aguas residuales***

Históricamente, las aguas superficiales han sido utilizadas como un medio para la eliminación directa de aguas residuales y otras formas de desechos, contaminando las masas de aguas debajo de ciudades, pueblos y aldeas. Esta práctica ha disminuido en la mayoría de los países desarrollados desde finales del siglo XIX y principios del XX con el desarrollo de sistemas de recolección y tratamiento de



---

aguas residuales (PNUMA, Programa de las Naciones Unidas para el Medio Ambiente, 2015) y los avances en la gestión de desechos sólidos, lo que dio lugar a importantes beneficios en materia de salud pública. Sin embargo, el vertido de aguas residuales no tratadas en el medio ambiente sigue siendo una práctica común, especialmente en los países en desarrollo, con repercusiones directas en la salud humana (con mayores riesgos para las mujeres, principalmente), el medio ambiente y la productividad económica.

### ***5.1.3. Reúso del agua residual***

Debido a la fuerte escases del recurso hídrico a nivel mundial, sigue existiendo una enorme oportunidad de reutilizar el agua tratada de manera sostenible y de extraer algunos de los subproductos recuperables que contiene. Siempre que se controle de forma debida, el uso de aguas residuales no tratadas también ofrece un gran potencial para disminuir la carga sobre los suministros de agua dulce superficial y subterránea, especialmente en regiones áridas y semiáridas, y en otros lugares que experimentan escasez de agua crónica o recurrente (WWAP, Programa Mundial de Evaluación de los Recursos Hídricos de las Naciones Unidas, 2017).

Actualmente, gracias a los avances en la tecnología de tratamiento, es técnicamente posible emplear intencionalmente el agua residual en el consumo humano. Ello puede lograrse en dos formas. La primera consiste en tratar el agua residual mediante un proceso secundario e inyectarla en un acuífero de abastecimiento (reúso indirecto). El afinamiento de la calidad del agua se logra mediante el



---

tratamiento natural producto del largo periodo dentro del manto freático. La segunda forma consiste en tratar el agua residual con procesos avanzados hasta obtener el grado de potable e integrarla al sistema de suministro público que lleva una porción de agua de primer uso (reúso directo) (Aguilar Ortega, 2006).

## **5.2. Contaminantes del agua residual**

De acuerdo con WHO (2003) se consideran en primer lugar los patógenos por la magnitud y rapidez de sus efectos y en segundo lugar los compuestos químicos tóxicos que tienen efectos en el largo plazo. La mayoría de los microorganismos de la naturaleza (virus, bacterias, parásitos, hongos, algas y helmintos) pueden estar presentes en las aguas residuales y en algún momento en el agua reciclada.

Dentro de las impurezas detectadas en el agua residual municipal se encuentran: los contaminantes de tipo orgánico, inorgánico y biológico; además de los recién detectados compuestos emergentes, que son los productos químicos de tipo doméstico (detergentes, plaguicidas, etc.) y los denominados productos farmacéuticos y de uso personal.

Se consideran que los contaminantes de mayor interés son los patógenos por la magnitud y rapidez de sus efectos, y en segundo lugar los compuestos químicos tóxicos que tienen efectos en el largo plazo. La mayoría de los microorganismos de la naturaleza (virus, bacterias, parásitos, hongos y algas) pueden estar presentes en las aguas residuales y en algún momento en el agua reciclada.



---

### **5.2.1. Contaminantes microbiológicos**

Los virus, bacterias, protozoarios y helmintos son grupos en los que se encuentran los principales organismos que contiene el agua residual.

a) Virus. Los virus son unidades microbiológicas de estructura muy simple con tamaños que oscilan entre 20-500  $\mu\text{m}$ . Los virus excretados por las heces o por la orina de cualquier especie animal son susceptibles de contaminar el agua. Pueden existir virus entéricos, intestinales, en las aguas superficiales y profundas contaminadas por las aguas fecales y que son después utilizadas como fuentes de aguas potables (Portal profesional del medio ambiente, 2018).

b) Bacterias. Las bacterias presentes en el agua residual pueden ser de origen fecal o implicadas en el proceso de biodegradación. En las aguas residuales brutas predominan especies pertenecientes a grupos como: *Escherichia*, *Salmonella*, *Pseudomonas*, *Aeromonas*, *Serratia*, *Nocardia*, entre otras. Las bacterias coliformes, por otro lado, se utilizan como indicadores de polución por vertidos de origen humano, ya que cada persona elimina diariamente de 100.000 - 400.000 millones de coliformes a través de las heces, además de otras clases de bacterias.

### **5.2.2. Sólidos en suspensión**

De forma genérica se puede denominar sólidos a todos aquellos elementos o compuestos presentes en el agua que no son agua ni gases. Atendiendo a esta definición se pueden clasificar en dos grupos: disueltos y en suspensión. En cada uno de ellos, a su vez, se pueden diferenciar los sólidos volátiles y los no volátiles.



---

La medida de sólidos disueltos totales (TDS) es un índice de la cantidad de sustancias disueltas en el agua, y proporciona una indicación general de la calidad química. TDS es definido analíticamente como residuo filtrable total (mg/L) La presencia de sólidos en suspensión participa en el desarrollo de la turbidez y el color del agua, mientras que la de sólidos disueltos determina la salinidad del medio, y en consecuencia la conductividad del mismo.

### ***5.2.3. Materia orgánica biodegradable***

La materia orgánica puede clasificarse en dos grupos: biodegradable y no biodegradable, según sea susceptible o no de ser oxidada por microorganismos presentes en el agua.

La naturaleza de la materia orgánica determina su biodegradabilidad. Así los compuestos orgánicos de bajo peso molecular y cadena poco ramificada son mucho más biodegradables que aquellos de pesos moleculares elevados, cadenas ramificadas y que presenten en su estructura anillos o unidades aromáticas. En lo que respecta a grupos funcionales, podemos indicar que en general las moléculas que poseen grupos alcohol, éter, amino, carbonilo o carboxilo son más biodegradables que aquellas que tienen halógenos, grupo nitro o ácidos sulfónicos (Orozco Barrenetxea, Pérez Serrano, González Delgado, Rodríguez Vidal, & Alfayate Blanco, 2011).



---

#### **5.2.4. Contaminantes inorgánicos**

En este grupo están incluidos ácidos, sales y metales tóxicos, como el mercurio y el plomo. Si están en cantidades altas pueden causar graves daños a los seres vivos, disminuir los rendimientos agrícolas y corroer los equipos que se usan para trabajar con el agua (Universidad del Valle, s.f.).

- Los ácidos minerales, son aquellos que surgen de la exposición de los minerales con agua y/o aire formando ácido sulfúrico, ácido nítrico, ácido clorhídrico, etc. Son la principal fuente de contaminación que genera el incremento de acidez en los cuerpos de agua, dañando a las especies acuáticas (principalmente crustáceos).
- Las sales y minerales disueltos no son sustancias tóxicas; sin embargo, al excederse las concentraciones tolerables por la flora y fauna acuática, pueden causar severos daños a estos organismos propiciando incluso su muerte. Uno de los efectos más graves del incremento de la salinidad en el agua, a largo plazo, es la pérdida de cerca del 25% de las tierras de cultivo regadas con dicha agua. (Agarwal, Khillare, Shridhar, & Ray, 2009)
- Un metal pesado es considerado cualquier catión que tenga un peso atómico superior a 23 (que corresponde al peso atómico del sodio); así, las aguas residuales contienen gran número de metales pesados diferentes.

Las fuentes habituales de aguas residuales que contienen grandes cantidades de metales son de limpieza de metales, recubrimientos, curados, refinado de fosfato y bauxita, generación de cloro, fabricación de baterías y teñidos. Los efectos que provocan sobre el medio ambiente son los





---

siguientes: mortalidad de los peces, envenenamiento de ganado, mortalidad de plancton, acumulaciones en el sedimento de peces y moluscos.

(Consejería de Educación e Investigación de la Comunidad de Madrid, 2008)

- Otros contaminantes son los nutrientes inorgánicos como los nitratos y fosfatos, los cuales son sustancias solubles en agua que las plantas necesitan para su desarrollo, pero si se encuentran en cantidad excesiva inducen el crecimiento desmesurado de algas y otros organismos provocando la eutrofización de las aguas. Cuando estas algas y otros vegetales mueren, al ser descompuestos por los microorganismos, se agota el oxígeno y se hace imposible la vida de otros seres vivos. El resultado es un agua maloliente e inutilizable (Universidad del Valle, s.f.).

En las aguas residuales el nitrógeno se encuentra en cuatro formas básicas: nitrógeno orgánico, amonio, nitrito y nitrato. Si las aguas residuales son recientes, el nitrógeno está en forma de urea y compuestos proteínicos, pasando posteriormente a forma amoniaca por descomposición bacteriana. A medida que el agua se estabiliza, por oxidación bacteriana en medio aerobio se generan nitritos y posteriormente nitratos. El predominio de la forma de nitrato en un agua residual es un fiel indicador de que el residuo se ha estabilizado con respecto a la demanda de oxígeno. El nitrógeno total es la suma del nitrógeno orgánico, amonio, nitrito y nitrato. El agua residual doméstica suele contener 20-50 mg/L de nitrógeno total y 12-40 mg/L de amonio (Universidad de Salamanca, s.f.).

Otro componente del agua residual importante para los microorganismos es el fósforo. El fósforo, como el nitrógeno, es un elemento esencial para el crecimiento



---

biológico. En el agua residual el fósforo se encuentra en 3 formas: ortofosfatos solubles, polifosfatos inorgánicos y fosfatos orgánicos. El ortofosfato es la forma más fácilmente asimilable por los microorganismos y se utiliza como un parámetro de control en los procesos biológicos de eliminación de fósforo. El fósforo total es la suma de los compuestos de las tres formas de fósforo. Las aguas residuales domésticas tienen una concentración de fósforo total de aproximadamente 5-15 mg/L (Universidad de Salamanca, s.f.).

#### ***5.2.5. Microcontaminantes orgánicos (Contaminantes emergentes)***

Con el desarrollo de la tecnología se han producido muchos compuestos químicos sintéticos, lo que ha generado un incremento en el número de contaminantes que son considerados un potencial amenazador para el ambiente y todo organismo vivo. Hoy en día se habla de contaminantes emergentes y se refiere a productos farmacéuticos, del cuidado personal, surfactantes, aditivos industriales, plastificantes, plaguicidas y una gran variedad de compuestos químicos que alteran las funciones endocrinas (Kuster, et al., 2008).

Una de las principales fuentes de contaminantes emergentes son las aguas residuales que no reciben ningún tratamiento y los efluentes de plantas tratadoras de aguas, las cuales no están diseñadas para tratar este tipo de sustancias, por lo que una alta proporción de estos compuestos y sus metabolitos no sufren ningún cambio y entran con una gran toxicidad al medio acuático, como acuíferos y sistemas marinos entre otros (Dougherty, Swarzenski, Dinicola, & Reinhard, 2010).



---

Los contaminantes emergentes son de gran interés científico, ya que sus emisiones en el medio ambiente pueden aumentar la presencia de bacterias resistentes (Daughton & Ternes, 1999), además debido a sus propiedades físico-químicas (alta solubilidad en agua y poco biodegradable) son capaces de llegar a cualquier medio natural y representar un grave riesgo para el consumo de agua potable.

### **5.3. Caracterización de aguas residuales**

Como se vio en el apartado anterior, los contaminantes en las aguas residuales son habitualmente una mezcla compleja de compuestos orgánicos e inorgánicos. Normalmente no es ni práctico ni posible obtener un análisis completo de la mayoría de las aguas residuales; sin embargo, para caracterizar las aguas residuales se emplea un conjunto de parámetros que sirven para cuantificar dichos contaminantes, que se muestran en la Tabla 1, de los cuales se tomarán como parámetros para evaluar el nivel de remoción de la membrana de microfiltración los sólidos suspendidos totales, el nitrógeno amoniacal y las grasas.



Tabla 1. Análisis típico del agua residual municipal

| Constituyente               | Concentración, mg/L* |       |       |
|-----------------------------|----------------------|-------|-------|
|                             | Fuerte               | Media | Débil |
| Sólidos totales             | 1200                 | 720   | 350   |
| Disueltos totales           | 850                  | 500   | 250   |
| Fijos                       | 525                  | 300   | 145   |
| Volátiles                   | 325                  | 200   | 105   |
| Suspendidos totales         | 350                  | 220   | 100   |
| Fijos                       | 75                   | 55    | 20    |
| Volátiles                   | 275                  | 165   | 80    |
| Sólidos sedimentables, ml/L | 20                   | 10    | 5     |
| DBO <sub>5</sub>            | 400                  | 220   | 110   |
| COT                         | 290                  | 160   | 80    |
| DQO                         | 1000                 | 500   | 250   |
| Nitrógeno (total como N):   | 85                   | 40    | 20    |
| Orgánico                    | 35                   | 15    | 8     |
| Amoniacal                   | 50                   | 25    | 12    |
| Nitritos                    | 0                    | 0     | 0     |
| Nitratos                    | 0                    | 0     | 0     |
| Fósforo (total como P)      | 15                   | 8     | 4     |
| Orgánico                    | 5                    | 3     | 1     |
| Inorgánico                  | 10                   | 5     | 3     |
| Cloruros                    | 100                  | 50    | 30    |
| Alcalinidad                 | 200                  | 100   | 50    |
| Grasas                      | 150                  | 100   | 50    |

Fuente: (Metcalf-Eddy, 1985)

Existen algunas normas mexicanas que marcan los límites máximos permisibles de ciertos contaminantes como la NOM-001-SEMARNAT-1996 la cual aplica a



contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales, en la Tabla 2 se muestran los límites máximos permisibles para contaminantes básicos como grasas y aceites, materia flotante, sólidos sedimentados, sólidos suspendidos totales, demanda bioquímica de oxígeno, nitrógeno total y fosforo total, en aguas residuales que serán destinados a descargarse en ríos, embalses naturales y artificiales, aguas costeras o suelo.

**Tabla 2. Límites máximos permisibles para contaminantes básicos.**

| LÍMITES MÁXIMOS PERMISIBLES PARA CONTAMINANTES BÁSICOS |                           |         |                        |         |                                 |         |                                   |         |                        |         |   |         |                |         |               |         |                           |         |                         |         |
|--|---------------------------|---------|------------------------|---------|---------------------------------|---------|-----------------------------------|---------|------------------------|---------|---|---------|----------------|---------|---------------|---------|---------------------------|---------|-------------------------|---------|
| PARÁMETROS   | RÍOS                      |         |                        |         |                                 |         | EMBALSES NATURALES Y ARTIFICIALES |         |                        |         | AGUAS COSTERAS                                    |         |                |         |               |         | SUELO                     |         |                         |         |
|  | Uso en riego agrícola (A) |         | Uso Público Urbano (B) |         | Protección de vida acuática (C) |         | Uso en riego agrícola (B)         |         | Uso público urbano (C) |         | Explotación pesquera, navegación y otros usos (A) |         | Recreación (B) |         | Estuarios (B) |         | Uso en riego agrícola (A) |         | Humedales naturales (B) |         |
| (miligramos por litro, excepto cuando se especifique)  | P.M.                      | P.D.    | P.M.                   | P.D.    | P.M.                            | P.D.    | P.M.                              | P.D.    | P.M.                   | P.D.    | P.M.  | P.D.    | P.M.           | P.D.    | P.M.          | P.D.    | P.M.                      | P.D.    | P.M.                    | P.D.    |
| Temperatura °C (1)                                     | N.A.                      | N.A.    | 40                     | 40      | 40                              | 40      | 40                                | 40      | 40                     | 40      | 40  | 40      | 40             | 40      | 40            | 40      | N.A.                      | N.A.    | 40                      | 40      |
| Grasas y Aceites (2)                                   | 15                        | 25      | 15                     | 25      | 15                              | 25      | 15                                | 25      | 15                     | 25      | 15  | 25      | 15             | 25      | 15            | 25      | 15                        | 25      | 15                      | 25      |
| Materia Flotante (3)                                   | ausente                   | ausente | ausente                | ausente | ausente                         | ausente | ausente                           | ausente | ausente                | ausente | ausente   | ausente | ausente        | ausente | ausente       | ausente | ausente                   | ausente | ausente                 | ausente |
| Sólidos Sedimentables (ml/l)                           | 1                         | 2       | 1                      | 2       | 1                               | 2       | 1                                 | 2       | 1                      | 2       | 1   | 2       | 1              | 2       | 1             | 2       | N.A.                      | N.A.    | 1                       | 2       |
| Sólidos Suspendidos Totales                            | 150                       | 200     | 75                     | 125     | 40                              | 60      | 75                                | 125     | 40                     | 60      | 150   | 200     | 75             | 125     | 75            | 125     | N.A.                      | N.A.    | 75                      | 125     |
| Demanda Bioquímica de Oxígeno <sub>5</sub>             | 150                       | 200     | 75                     | 150     | 30                              | 60      | 75                                | 150     | 30                     | 60      | 150   | 200     | 75             | 150     | 75            | 150     | N.A.                      | N.A.    | 75                      | 150     |
| Nitrógeno Total  | 40                        | 60      | 40                     | 60      | 15                              | 25      | 40                                | 60      | 15                     | 25      | N.A.  | N.A.    | N.A.           | N.A.    | 15            | 25      | N.A.                      | N.A.    | N.A.                    | N.A.    |
| Fósforo Total  | 20                        | 30      | 20                     | 30      | 5                               | 10      | 20                                | 30      | 5                      | 10      | N.A.  | N.A.    | N.A.           | N.A.    | 5             | 10      | N.A.                      | N.A.    | N.A.                    | N.A.    |

(1) Instantáneo

(2) Muestra Simple Promedio Ponderado

(3) Ausente según el Método de Prueba definido en la NOM-AA-006.

P.D.= Promedio Diario; P.M.= Promedio Mensual; N.A.= No es aplicable

(A), (B) y (C): Tipo de Cuerpo Receptor según la Ley Federal de

Derechos.

A su vez, la NOM-003-SEMARNAT-1997 establece los límites máximos permisibles de contaminantes para las aguas residuales tratadas que se reúsan en servicios al público, ya sea de contacto directo o indirecto, estos límites pueden verse en la Tabla 3. El contacto directo hace referencia a aquellas actividades en que el público usuario está expuesto directamente o en contacto físico como el llenado de lagos y



canales artificiales recreativos con paseos en lancha, remo, canotaje y esquí; fuentes de ornato, lavado de vehículos, riego de parques y jardines. Mientras que el contacto indirecto hace referencia cuando el público en general está expuesto indirectamente o en contacto físico incidental y que su acceso es restringido, ya sea por barreras físicas o personal de vigilancia como riego de jardines y camellones en autopistas, camellones en avenidas, fuentes de ornato, campos de golf, abastecimiento de hidrantes de sistemas contra incendio, lagos artificiales no recreativos, barreras hidráulicas de seguridad y panteones.

*Tabla 3. Límites máximos permisibles de contaminantes para aguas residuales tratadas que se reúsan en servicios al público.*

| LIMITES MAXIMOS PERMISIBLES DE CONTAMINANTES                  |                                  |                             |                          |                       |          |
|---|----------------------------------|-----------------------------|--------------------------|-----------------------|----------|
| TIPO DE REUSO   | PROMEDIO MENSUAL                 |                             |                          |                       |          |
|   | Coliformes fecales<br>NMP/100 ml | Huevos de<br>helminto (h/l) | Grasas y<br>aceites mg/l | DBO <sub>5</sub> mg/l | SST mg/l |
| SERVICIOS AL PUBLICO<br>CON CONTACTO DIRECTO                  | 240                              | ≥ 1                         | 15                       | 20                    | 20       |
| SERVICIOS AL PUBLICO<br>CON CONTACTO INDIRECTO<br>U OCASIONAL | 1,000                            | ≤ 5                         | 15                       | 30                    | 30       |

#### **5.4. Tratamientos de aguas residuales**

En ingeniería ambiental, los métodos usados para el tratamiento de aguas residuales municipales se denominan operaciones y procesos unitarios. Las operaciones unitarias incluyen remoción de contaminantes por fuerzas físicas, mientras que los procesos unitarios consisten en reacciones biológicas y/o químicas. Por lo tanto, el término tratamiento de aguas es el conjunto de procesos y operaciones unitarias de tipo físico, químico o biológico cuya finalidad es la



---

eliminación o reducción de la contaminación, así como la eliminación de las características no deseables de las aguas, bien sean naturales, de abastecimiento, de proceso o residuales, en el caso de las urbanas, aguas negras. El tratamiento de las aguas residuales es un proceso complejo, exige un importante esfuerzo para la evaluación de las necesidades de depuración, tales como la caracterización de las aguas residuales.

La selección de los procesos de tratamiento a los que se somete un agua residual depende de diversos factores tales como:

- a) Características del agua residual: oxígeno disuelto, turbiedad, sólidos suspendidos, sólidos disueltos, pH (acidez), productos tóxicos, DBO y DQO (parámetros que indican el nivel de contaminación del agua).
- b) Calidad del efluente final requerido.
- c) Coste y disponibilidad de área para la construcción de infraestructura necesaria para el tratamiento. Por ejemplo, ciertos tratamientos biológicos son económicamente viables en el caso de que se dispongan de terrenos de bajo costo.
- d) Consideraciones futuras de ampliaciones o del incremento en las restricciones de los límites del vertido.
- e) Costo local del agua (ciertos tratamientos sofisticados solo se pueden justificar en zonas donde el agua tiene un costo elevado) (Ramalho, 1977).



---

### **5.4.1. Niveles de tratamiento**

El proceso de depuración de las aguas residuales consiste inicialmente en un tratamiento primario, que consiste en diversas operaciones físicas unitarias. A continuación, se requiere de un tratamiento secundario que se compone tanto por procesos biológicos como por procesos fisicoquímicos, cuyo principal objetivo es eliminar toda materia orgánica biodegradable. Dado que la inversión inicial y los costos de operación de las operaciones fisicoquímicas son de gran magnitud, prácticamente todos los sistemas de tratamiento secundarios utilizan operaciones unitarias biológicas. Por último, dependiendo de las características de la disposición final, puede o no requerirse de un tratamiento terciario el cual es una combinación entre los tratamientos físicos, químicos, biológicos y otros.

#### *5.4.1.1. Pretratamiento*

EL pretratamiento pretende separar del agua residual tanto con operaciones físicas como con operaciones mecánicas, la mayor cantidad de materias que por su naturaleza o por su tamaño generen problemas (obstrucción de tuberías y bombas, depósitos de arenas, rotura de equipos, etc.) en los tratamientos posteriores (Secretariado Alianza por al Agua / Ecología y Desarrollo, s.f.).

#### *5.4.1.2. Tratamiento primario*

El Real Decreto-Ley 11/95 define al tratamiento primario como «el tratamiento de aguas residuales urbanas mediante un proceso físico o fisicoquímico que incluya la





---

sedimentación de sólidos en suspensión, u otros procesos en los que la DBO<sub>5</sub> de las aguas residuales que entren, se reduzca, por lo menos, en un 20% antes del vertido, y el total de sólidos en suspensión en las aguas residuales de entrada se reduzca, por lo menos, en un 50%» (Real Decreto 509/1996, 29).

El principal objetivo de los tratamientos primarios se centra en la eliminación de sólidos en suspensión, consiguiéndose además una cierta reducción de la contaminación biodegradable, dado que una parte de los sólidos que se eliminan está constituida por materia orgánica. Los tratamientos primarios más habituales son la decantación primaria y los tratamientos fisicoquímicos (Secretariado Alianza por al Agua / Ecología y Desarrollo, s.f.).

#### *5.4.1.3. Tratamiento secundario*

El efluente del tratamiento primario todavía contiene 40 a 50 por ciento de los sólidos suspendidos que tenía el influente a la planta y virtualmente todos los compuestos orgánicos e inorgánicos disueltos. Para cumplir con las normas oficiales mexicanas se requiere reducir significativamente tanto la fracción orgánica suspendida como la disuelta. La remoción de compuestos orgánicos se denomina tratamiento secundario; puede hacerse mediante procesos fisicoquímicos o procesos biológicos. En el primer caso se emplean combinaciones de operaciones y procesos unitarios tales como coagulación, microcribado, filtración, oxidación química, adsorción con carbono y otros procesos para remover los sólidos y reducir la DBO a niveles aceptables. Actualmente la inversión inicial y los costos operativos de



---

estas opciones son de gran magnitud, por esta razón no se usan comúnmente. En cambio, los procesos biológicos se usan prácticamente en todos los sistemas municipales de tratamiento secundario (Valdez & Vázquez González, 2003).

Los microorganismos que toman parte en el tratamiento de aguas residuales son esencialmente los mismos que aquéllos que degradan el material orgánico en los ecosistemas de agua dulce (Secretariado Alianza por el Agua / Ecología y Desarrollo, s.f.). Existen dos tipos de tratamientos biológicos, los sistemas aerobios que involucran la presencia de oxígeno y los anaerobios, en ausencia de éste, de los cuales se hablarán a continuación.

#### *Procesos de tratamiento aerobio*

El proceso básico de tratamiento aerobio consiste en proporcionar un medio con alto contenido de oxígeno para que los organismos puedan degradar la porción orgánica de los desechos de dióxido de carbono y agua en presencia de oxígeno (Sans & Ribas, 2004). El efluente obtenido, tras este tratamiento, es conocido como efluente secundario y está libre de sólidos suspendidos, materia orgánica disuelta, carga de nutrientes y microorganismos patógenos en un 85 % menos, respecto a las concentraciones iniciales (Valdez & Vázquez González, 2003).

#### *Procesos de tratamiento anaerobio*

En el tratamiento anaerobio se produce la descomposición de la materia orgánica e inorgánica en ausencia de oxígeno. Es un proceso utilizado cuando se presenta una alta carga orgánica ya que los costos por suministro de oxígeno en un tratamiento aerobio son muy elevados. Al igual que en el proceso aerobio, en este tipo de



---

tratamientos, las aguas residuales se mezclan con una gran cantidad de microorganismos, pero la diferencia reside en que estos microorganismos no dependen de la presencia de oxígeno para desarrollarse. Bajo esta condición de ausencia de oxígeno las bacterias son capaces de convertir el desecho orgánico en metano (60-80%) y dióxido de carbono (40-20%). A esta reducción de gases se le conoce como biogás.

#### *5.4.1.4. Tratamiento avanzado*

Los tratamientos terciarios (conocidos también como tratamientos avanzados) permiten obtener efluentes finales de mejor calidad para que puedan ser vertidos en zonas donde los requisitos son más exigentes o puedan ser reutilizados (Secretariado Alianza por el Agua / Ecología y Desarrollo, s.f.).

La eliminación de materia particulada y coloidal presente en los efluentes depurados puede lograrse mediante la aplicación de tratamientos fisicoquímicos (coagulación floculación) y la posterior etapa de separación (decantación, filtración). Para la eliminación de nutrientes (nitrógeno y fósforo), se recurre cada vez más al empleo de procesos biológicos.

Con relación a la desinfección de los efluentes depurados, si bien el cloro ha sido, y continúa siendo, el desinfectante típico en el campo de las aguas residuales, al incrementarse el número de requisitos para lograr bajas o indetectables cantidades de cloro residual en los efluentes tratados, se hace precisa la implantación de procesos posteriores de dechloración, o bien, la sustitución de los sistemas de



---

cloración por sistemas de desinfección alternativos, tales como el empleo de membranas.

Además, los niveles de calidad del agua tratada más altos involucran procesos de membrana. Esto se debe a que los procesos de membrana son capaces de remover contaminantes de tamaños muy pequeños, disueltos y de pesos moleculares muy bajos. Por ello, en la actualidad, los procesos de membrana son una de las opciones más exitosas y versátiles dentro del tratamiento avanzado de las aguas residuales.

### **5.5. Filtración por membrana**

La filtración es el proceso de separación, fraccionamiento o concentración de partículas, moléculas o iones entre o a partir de un fluido por el forzamiento de un material a través de una barrera porosa o semi-porosa. La fuerza impulsora puede ser presión, vacío, gradiente de concentración, valencia o afinidad electroquímica.

En general, los procesos de membrana se pueden utilizar para separar, concentrar y purificar una gran variedad de materiales. Sus principales aplicaciones en el tratamiento y regeneración del agua se basan en la filtración de partículas suspendidas (cuyos tamaños se miden en micras o unidades más pequeñas), remoción de coloides y macromoléculas, transporte selectivo de especies iónicas y la remoción de prácticamente todo el material, suspendido y disuelto, contenido en el agua.

Una membrana aplicada tanto a tratamiento de aguas como de aguas residuales es simplemente un material que permite el paso de componentes físicos o químicos,



---

más fácilmente que otros. Es, por lo tanto, permanentemente selectiva, ya que es más permeable a los constituyentes que pasan a través de ella (el permeado) que aquellos que son rechazados por ella (retenido) (Judd, The MBR Book, 2006).

### ***5.5.1. Desarrollo e historia de la filtración por membranas.***

En 1803, Reuss llevó a cabo experimentos de electro-ósmosis. En 1854, Graham logró separar diversos componentes químicos con ayuda de membranas en un dializador. Él reconoció, que la materia con una masa molecular más elevada permeaba más lentamente que la materia con una masa molecular más baja, de manera que, con ayuda de la diálisis, era posible una separación de los componentes según su masa molecular. Al mismo tiempo, Fick llevó a cabo sus experimentos clásicos de difusión en membranas (“Leyes de Fick”). Veinte años más tarde, Pfeffer definió la presión osmótica de una solución azucarada con ayuda de una membrana de ferricianuro de cobre. Los resultados le sirvieron a Van’t Hoff en 1885 para plantear la ley límite que calcula la presión osmótica en soluciones diluidas. Nernst y Planck plantearon más teorías que aún hoy son fundamentales. En 1903 aparecieron las primeras publicaciones sobre electrodiálisis. En la primera fase de la técnica de membranas generalmente se usaban vejigas de cerdo; a partir de finales de siglo XX aparecieron las membranas de nitro celulosa. Después de la primera guerra mundial aumentaron las publicaciones sobre la investigación y elaboración de membranas. En el período de 1950 – 1960 se describieron y desarrollaron sobre todo membranas de intercambio de iones para la electrodiálisis. La elaboración por parte de Loeb y Sourirajan de membranas asimétricas de



---

celulosa – acetato en 1962 fue un periodo en donde se marcaron las pautas para la elaboración de las primeras membranas que ofrecían un flujo de permeado lo suficientemente alto para desalinizar agua de mar por medio de un proceso técnico de Ósmosis Inversa. El siguiente logro fueron las membranas compuestas (TFC entre otras filmtec) de mejor rendimiento y consistencia (Schirg, 2001).

La microfiltración y la ósmosis inversa fueron las primeras técnicas desarrolladas a nivel industrial con membranas artificiales. La ultrafiltración y luego la nanofiltración se desarrollaron gracias a los adelantos recientes en la fabricación de nuevas membranas.

#### ***5.5.2. Membranas en la actualidad***

La tecnología de membrana se utiliza en la industria del agua para mejorar la calidad del agua para su uso, reutilización o descarga al medio ambiente. Las membranas van desde estructuras finamente porosas a no porosas y pueden eliminar contaminantes como bacterias y protozoos, hasta iones. Las ventajas de la tecnología de membrana incluyen la posible aplicación a gran o pequeña escala, la calidad del agua del producto, la huella relativamente pequeña y, en algunos casos, el menor consumo de energía. En el futuro se observará una mayor escasez de agua, junto con mejoras constantes en el rendimiento de la membrana, los costos y la demanda de energía (Fane, Tang, & Wang, 2011).



---

### **5.5.3. Membranas de Microfiltración (MF)**

Una membrana accionada por presión es una barrera selectiva para la separación. Su selectividad y permeabilidad dependen en gran medida de sus características de poro (tamaño de poro, distribución del tamaño de poro y porosidad). Por lo tanto, la estructura de los poros de la membrana es una de las propiedades más importantes que afectan el rendimiento de la membrana. Dependiendo de la estructura, las membranas accionadas por presión se pueden clasificar en membranas RO, NF, UF o MF. Otras propiedades importantes de la membrana incluyen membrana hidrofílica, carga superficial, rugosidad, etc., (Fane, Tang, & Wang, Membrane Technology for Water: Microfiltration, Ultrafiltration, Nanofiltration, and Reverse Osmosis, 2011).

Las membranas MF típicamente tienen tamaños de poros que varían de 0.05 a 10  $\mu\text{m}$ . Tienen una alta permeabilidad ( $>500 \text{ l}^{-1} \text{ m}^{-2} \text{ h}^{-1} \text{ bar}^{-1}$ ) y se pueden operar en un rango de baja presión (típicamente de 0.1 a 2.0 bar). Las membranas MF se utilizan para retener partículas cuyo tamaño es mayor que el tamaño de los poros de la membrana. Se pueden fabricar a partir de materiales poliméricos e inorgánicos con estructuras simétricas o asimétricas. Para membranas MF simétricas, los diámetros de los poros no varían en toda la sección transversal de la membrana, y el grosor de la membrana determina su flujo. Dependiendo del método de fabricación utilizado, MF también puede estar estructurado asimétricamente, pero los poros de la capa activa no son mucho más pequeños que los de la subestructura de soporte (Fane, Tang, & Wang, Membrane Technology for Water: Microfiltration, Ultrafiltration, Nanofiltration, and Reverse Osmosis, 2011).



---

#### **5.5.4. Fundamentos**

Las membranas porosas de MF y UF pueden formarse mediante una amplia gama de estructuras, materiales y métodos de formación; por lo tanto, las propiedades de las membranas pueden variar significativamente. La consideración más importante para la selección de membrana porosa es la estructura de poro (por ejemplo, tamaño de poro, distribución de tamaño de poro, porosidad, tortuosidad y espesor de la capa de separación activa), así como sus propiedades de flujo y retención. Además, el flujo y el rechazo de la membrana pueden verse afectados marginalmente por algunas propiedades del material, incluida la hidrofiliidad. En general, se prefieren las membranas hidrófilas debido a su menor tendencia al ensuciamiento y una mayor permeabilidad al agua (Fane, Tang, & Wang, *Membrane Technology for Water: Microfiltration, Ultrafiltration, Nanofiltration, and Reverse Osmosis*, 2011).

##### *5.5.4.1. Materiales de membrana*

La mayoría de los materiales como polímero, cerámica, metal, carbono y vidrio se pueden usar para hacer membranas. Entre estos, los materiales poliméricos son los más populares utilizados para la fabricación de membranas. Las membranas poliméricas se fabrican para tener una alta porosidad superficial y una distribución estrecha del tamaño del poro para dar tanto un alto rendimiento y un rango selectivo de rechazo. La membrana debe ser además mecánicamente fuerte. Finalmente, el material tendrá normalmente resistencia al ataque térmico y químico, esto es,





---

extremos de temperatura, pH y/o concentraciones de oxidante que normalmente surgen cuando la membrana está químicamente limpia, y que idealmente debería ofrecer cierta resistencia al ensuciamiento (Judd & Judd, *The MBR Book: Principles and Applications of Membrane Bioreactors in Water and Wastewater Treatment*, 2006). Además, también pueden procesarse fácilmente en láminas planas o membranas de fibra hueca (Ren & Wang, 2011).

#### *5.5.4.2. Configuraciones de membrana*

La configuración de la membrana es la geometría y la manera en que está montado y orientado en relación al flujo del agua, es crucial en la determinación para el desarrollo de todos los procesos. Otras consideraciones prácticas conciernen a la manera en que los elementos de la membrana, es decir, las unidades individuales de membrana individuales son alojados en “corazas” para producir módulos, los recipientes completos a través de los cuales el agua fluye (Judd, *The MBR Book*, 2006). Las características importantes de los módulos incluyen la densidad del empaque, la facilidad de limpieza y la distribución del flujo. Se han desarrollado varias geometrías de módulos en la industria del agua y sus aplicaciones en la industria del agua (Fane, Tang, & Wang, *Membrane Technology for Water: Microfiltration, Ultrafiltration, Nanofiltration, and Reverse Osmosis*, 2011).

El módulo de membrana, o elemento, tiene dos funciones principales: (1) soportar la membrana y (2) proporcionar un manejo eficiente de los fluidos. Las membranas se producen típicamente como láminas planas, tubos o fibras huecas.



Idealmente, la membrana debe estar configurado para tener:

- a) alta área de membrana para modular la relación volumen de la carga (bulk),
- b) alto desarrollo de la turbulencia para la promoción de transferencia de masa en el lado de alimentación,
- c) bajo costo de energía por unidad de volumen de agua del producto,
- d) bajo costo por unidad de área de la membrana
- e) un diseño que facilite la limpieza,
- f) un diseño que permita modularización.

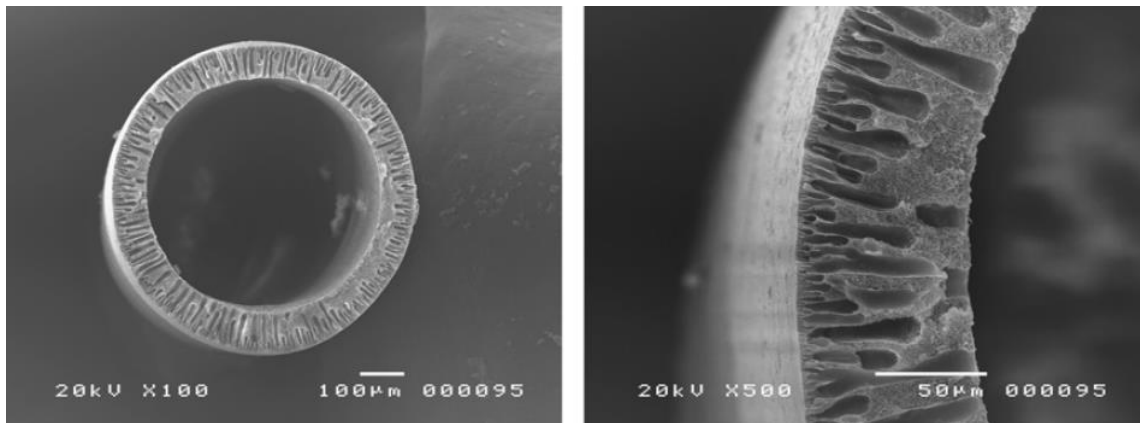
En la Tabla 4 se muestran los diferentes tipos de módulos y sus características principales, la membrana de fibra hueca es una buena opción debido a que tiene una alta densidad de empaquetamiento, bajo uso de energía, su limpieza es mediante retrolavado, sin embargo, una posible desventaja es que tiene un manejo de fluido/ensuciamiento moderado. (Fane, Tang, & Wang, Membrane Technology for Water: Microfiltration, Ultrafiltration, Nanofiltration, and Reverse Osmosis, 2011)

*Tabla 4. Tipos de módulos y características principales.*

| Característica                               | Enrollado en espiral                  | Tubular                         | Fibra hueca   | Sumergida                |
|--|---------------------------------------|---------------------------------|---|--------------------------|
| Densidad de empaquetamiento ( $m^2 m^{-3}$ ) | Alta (500-1000)                       | Baja-moderada (70-400)          | Alta (500-5000)   | Moderada                 |
| Uso de energía                               | Moderada                              | Alta (turbulento)               | Baja (Laminar)  | Baja                     |
| Manejo de fluido/ensuciamiento               | Bueno (no sólidos)<br>Pobre (sólidos) | Buena                           | Moderada (adentro hacia afuera)<br>Pobre (afuera hacia adentro) | Moderada                 |
| Estandarización                              | Sí                                    | No                              | No  | No                       |
| Reemplazamiento                              | Elemento                              | Tubos (o elemento)              | Elemento  | Elemento (o haz)         |
| Limpieza                                     | Puede ser difícil (sólidos)           | Buena – posible limpieza física | Retrolavado (MF/UF)   | Retrolavado (HF) (MF/UF) |



Por lo tanto, los módulos de fibra hueca, en donde su morfología se muestra en la Figura 4, se han vuelto omnipresentes no solo por su bajo costo de fabricación y manejo simple sino también por su gran área de membrana por unidad de volumen de módulo, en comparación con otras configuraciones de membrana. Además, las membranas de fibra hueca ofrecen alta resistencia mecánica y capacidad de retrolavado a bajos costos de energía del módulo, en comparación con alternativas tales como placa y marco, bobina en espiral o membranas tubulares (Judd, *The MBR Book*, 2006).



*Figura 3. Morfología de la sección transversal de fibra hueca hilada. (Fane, Tang, & Wang, Membrane Technology for Water: Microfiltration, Ultrafiltration, Nanofiltration, and Reverse Osmosis., 2011)*

#### 5.5.4.3. Operación sin-salida y flujo cruzado

Los procesos convencionales de membrana accionada por presión con permeación de líquido pueden operar en uno de los dos modos: filtración sin-salida y de flujo cruzado, son mostrados en la Figura 5. Si no hay flujo de retenido, la operación se denomina "sin salida" o "flujo total"; si el retenido fluye continuamente desde la salida del módulo, la operación se denomina flujo cruzado. El flujo cruzado implica



que, para un solo paso de agua de alimentación a través de la membrana, sólo una fracción se convierte en producto permeado. Este parámetro se denomina "conversión" o "recuperación". La recuperación se reduce aún más si el permeado del producto se utiliza para mantener la operación del proceso, generalmente para la limpieza de la membrana (Judd, *The MBR Book*, 2006).

En el flujo cruzado, el fluido a filtrar fluye paralelo a la superficie de la membrana y penetra a través de la membrana debido a una diferencia de presión. El flujo cruzado reduce la formación de una capa de gel y la mantiene en un nivel bajo. Por lo tanto, es posible obtener un flujo de filtrado casi estable durante un tiempo prolongado. Hoy en día, este modo de operación es una operación estándar en muchas aplicaciones de membrana médica y técnica. Este modo de operación a veces también se denomina filtración tangencial o dinámica (Ripperger & Altmann, *Crossflow microfiltration – state of the art*, 2002).

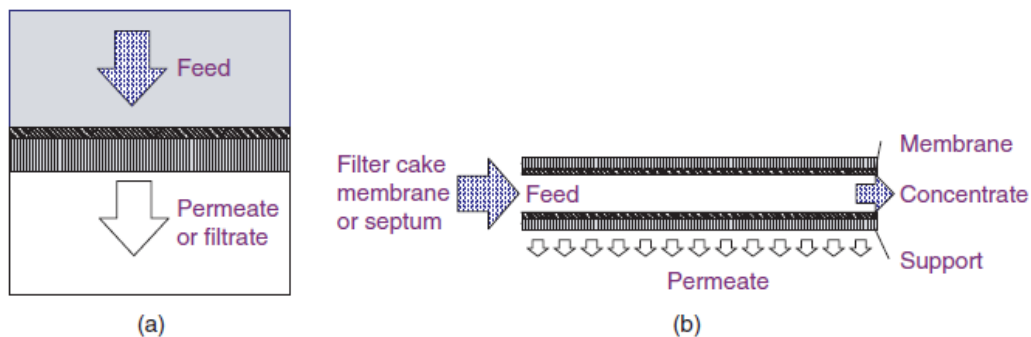


Figura 4. Filtración sin salida(a) y filtración de flujo cruzado (b).



---

### 5.5.5. *Parámetros de operación de la membrana*

Los elementos clave de cualquier proceso de membrana se relacionan con la influencia de los siguientes parámetros en el flujo global de permeado (Judd, The MBR Book, 2006):

- (a) la resistencia de la membrana,
- (b) la fuerza impulsora operativa por unidad de área de membrana,
- (c) las condiciones hidrodinámicas en la membrana: interfaz líquida,
- (d) el ensuciamiento y la posterior limpieza de la superficie de la membrana.

#### 5.5.5.1. *Flux*

El flux (normalmente denominado J) es la cantidad de material que pasa a través de un área unitaria de membrana por unidad de tiempo. Esto significa que toma unidades en el Sistema Internacional (SI) de  $m^3/m^2/s$ , otras unidades del SI utilizadas son litro por  $m^2$  por hora (o LMH) y  $m/día$ , que tienden a dar números más accesibles: los MBR generalmente operan a flujos entre 10 y 100 LMH. El flux se relaciona directamente con la fuerza y la resistencia hidráulica total ofrecida por la membrana y la región interfacial adyacente a ella.

$$Flux = \frac{Q \left[ \frac{L}{h} \right]}{A [m^2]}$$

#### 5.5.5.2. *Rapidez de corte*

Para los filtros de fibra hueca, la velocidad de flujo cruzado a través del lumen de la fibra a menudo se expresa como la velocidad de corte en unidades de  $s^{-1}$ , que es una función de la velocidad de flujo por fibra y el diámetro del lumen de la fibra. La



tasa de flujo de retenido también se conoce como tasa de flujo cruzado o tasa de recirculación.

$$\text{Rapidez de corte}[s^{-1}] = \frac{8 \cdot v \left[ \frac{m}{s} \right]}{D_i[m]}$$

#### 5.5.5.3. Permeabilidad

La permeabilidad se cita normalmente como la relación de flux a determinada TMP ( $J/\Delta P_m$ ), siendo las unidades más convenientes LMH/bar, y algunas veces corregidas por los efectos de la temperatura en la viscosidad.

$$\text{Permeabilidad del Agua} = \frac{\text{Flux}[LMH]}{\text{TMP}[psig]}$$

#### 5.5.5.4. Presión Transmembrana (TMP)

La TMP representa la fuerza motriz para la transferencia de material a través del filtro, y se calcula como se muestra a continuación. TMP se puede utilizar para controlar el flujo.

$$\text{Presión Transmembrana}(TMP) = \frac{P_{\text{alimentación}} + P_{\text{retenido}}}{2} - P_{\text{permeado}}$$

#### 5.5.6. Ensuciamiento de la membrana

El ensuciamiento de la membrana sigue siendo un problema grave que limita la eficiencia de este proceso. Las incrustaciones pueden resultar en un aumento en los costos operacionales, debido a una mayor demanda de energía, mano de obra adicional para el mantenimiento, costos de productos químicos de limpieza y una



vida más corta de la membrana (Shi, Tal, & Hankins, Fouling and cleaning of ultrafiltration membranes: A review, 2014).

La filtración siempre conduce a un aumento en la resistencia al flujo. En el caso de un proceso de filtración sin salida, la resistencia aumenta de acuerdo con el grosor de la torta formada en la membrana, lo que se esperaría que fuera aproximadamente proporcional al volumen total de filtrado pasado. A continuación, se produce una disminución rápida de la permeabilidad, a una velocidad proporcional a la concentración de sólidos y al flujo, lo que exige una limpieza periódica (Judd, The MBR Book, 2006).

La filtración procede de acuerdo con una serie de mecanismos, mostrados en la Figura 6, los cuales tienen su origen en los primeros estudios de filtración, que comprende:

- capa de gel
- bloqueo completo
- bloqueo estándar
- bloqueo intermedio

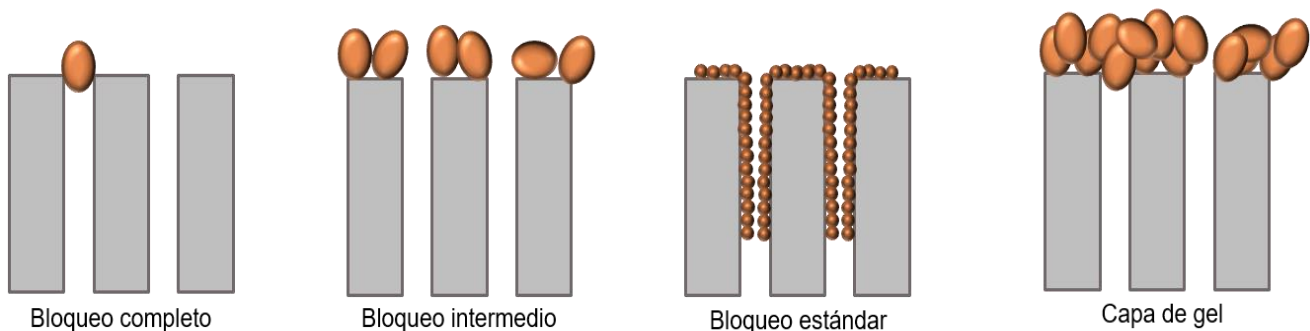


Figura 5. Mecanismos de ensuciamiento de la membrana.



---

Todos los modelos implican una dependencia de la disminución del flujo en la relación del tamaño de partícula al diámetro de poro.

La reducción en el flujo de membrana a lo largo del tiempo (bajo una fuerza motriz constante, la presión transmembrana (TMP)) se debe a dos efectos importantes. En primer lugar, la polarización de la concentración, que es una consecuencia natural de la semi-permeabilidad y selectividad de una membrana, produce una acumulación de solutos o partículas rechazados en una capa límite de transferencia de masa adyacente a la superficie de la membrana (Shi, Tal, & Hankins, Fouling and cleaning of ultrafiltration membranes: A review, 2014). La polarización de la concentración es inevitable, pero un fenómeno reversible que no afecta a las propiedades intrínsecas de una membrana (Hughes, Taha, & Cui, 2007).

En segundo lugar, hay un ensuciamiento de la membrana, que tiene lugar cuando los sólidos en la alimentación salen de la fase líquida para formar un depósito en la superficie de la membrana o dentro de su estructura porosa. El ensuciamiento provoca una acumulación de material en la superficie (es decir, ensuciamiento externo) y/o en la estructura de poros (es decir, ensuciamiento interno) de una membrana. En contraste con la naturaleza reversible de la polarización de concentración, el ensuciamiento puede causar la pérdida irreversible de la permeabilidad de una membrana. De hecho, la reversibilidad es una característica definitoria del ensuciamiento (Shi, Tal, & Hankins, Fouling and cleaning of ultrafiltration membranes: A review, 2014).





---

El ensuciamiento reversible es el tipo que puede eliminarse fácilmente con ciertos métodos de limpieza, mientras que el ensuciamiento irreversible aún permanece después de esta limpieza. La parte del ensuciamiento que no se puede limpiar por medios hidráulicos se denomina ensuciamiento hidráulicamente irreversible. Del mismo modo, lo que queda después de la limpieza química puede denominarse incrustaciones químicamente irreversibles.

### **5.5.7. Limpieza química y física**

El rechazo de contaminantes en última instancia impone una restricción fundamental a todos los procesos de membrana. Los constituyentes rechazados en el retenido tienden a acumularse en la superficie de la membrana, produciendo diversos fenómenos que conducen a una reducción en el flujo de agua a través de la membrana (es decir, el flujo) a una presión transmembrana dada (TMP), o por el contrario un aumento en el TMP para un flujo dado (reduciendo la permeabilidad, que es la relación de flujo a TMP (Judd, The MBR Book, 2006).

En los MBR, la limpieza física normalmente se logra mediante contraflujo, es decir, invirtiendo el flujo, o relajación, que simplemente está dejando de permearse mientras se continúa raspando la membrana con burbujas de aire. Estas dos técnicas se pueden usar en combinación, y el contraflujo se puede mejorar por combinación con aire. La limpieza química se lleva a cabo con ácidos minerales u orgánicos, sosa cáustica o, más habitualmente en MBR, hipoclorito de sodio, y puede realizarse *in situ* o *ex situ*; en la Tabla 5 se muestran algunos agentes de



limpieza comunes. Alternativamente, se puede agregar una baja concentración de agente de limpieza químico al agua de retrolavado para producir un "retrolavado químicamente mejorado" (CEB). Estos métodos de limpieza mencionados anteriormente se pueden observar de una manera más clara en la Figura 7.

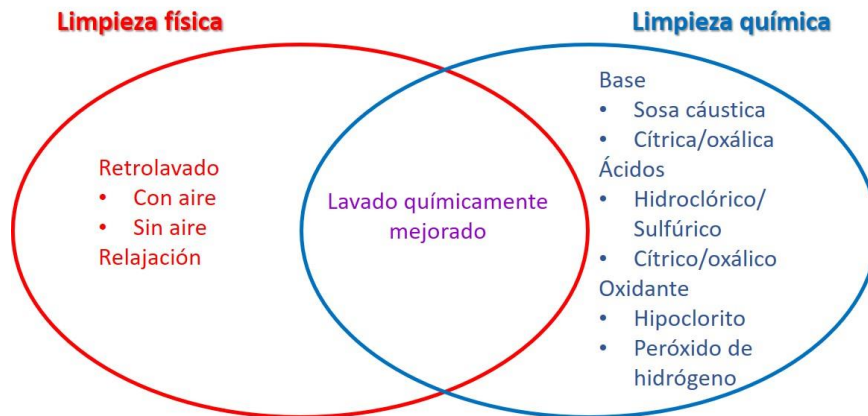


Figura 6. Métodos de limpieza de la membrana. (Judd, *The MBR Book*, 2006) p.p. 32

La limpieza física es un proceso más rápido que la limpieza química, que dura no más de 2 min. No requiere productos químicos y no produce desechos químicos, y también es menos probable que incurra en la degradación de la membrana. Por otro lado, también es menos efectivo que la limpieza química. La limpieza física elimina los sólidos brutos adheridos a la superficie de la membrana, generalmente denominados incrustaciones "reversibles", mientras que la limpieza química elimina material más tenaz a menudo denominado "irreversible". Dado que la permeabilidad original de la membrana virgen nunca se recupera una vez que una membrana se ensucia durante el funcionamiento normal, permanece una resistencia residual que puede definirse como "incrustación irrecuperable". Es este ensuciamiento el que se acumula durante varios años y finalmente determina la vida de la membrana.



Dado que el flux, entre otras cosas, determina la tasa de disminución de la permeabilidad, también determina el período entre la limpieza física (retrolavado o relajación), es decir, el tiempo del ciclo de limpieza física. Debido a que el retrolavado no devuelve la permeabilidad de la condición original, solo se puede realizar un número finito de ciclos de retrolavado antes de que se alcance una presión umbral ( $P_{max}$ ) más allá de la cual la operación no puede sostenerse. En este punto, se debe realizar una limpieza química para que la presión vuelva a acercarse al valor inicial. Al igual que con la limpieza física, la limpieza química nunca recupera la permeabilidad de la membrana original, pero normalmente es considerablemente más efectiva que la limpieza física.

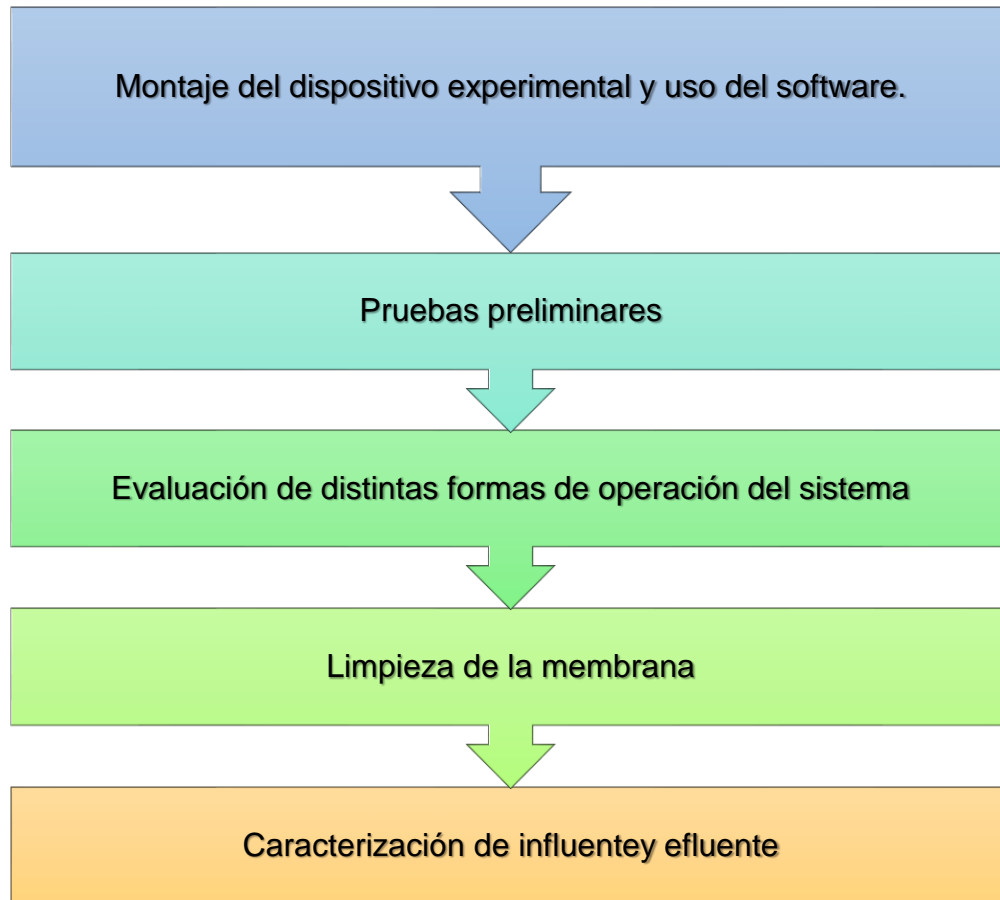
*Tabla 5. Agentes de limpieza comunes y posibles interacciones entre los agentes de limpieza y el ensuciamiento.*

| Familia                   | Ejemplos  | Funciones generales   |
|---------------------------|---|---|
| Ácidos                    | Fuertes: HCl, HNO <sub>3</sub><br>Débiles: H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> , Cítrico             | Regulación de pH, disolución de precipitados inorgánicos, hidrólisis ácida de ciertas macromoléculas                                    |
| Alcalis                   | Fuertes: NaOH, KOH<br>Débiles: Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>                                  | Regulación de pH, alteración de las cargas superficiales, hidrólisis alcalina de proteínas, catalización de la saponificación de grasas |
| Oxidantes<br>surfactantes | NaClO, H <sub>2</sub> O <sub>2</sub><br>Anionico: SDS<br>Catiónico: CTAB<br>No iónico: Tween 20 | Oxidación de orgánicos; desinfección<br>Dispersión/suspensión de depósitos  |
| Quelantes                 | EDTA  | Complejón con metales, remoción de depósitos minerales  |
| Enzimas                   | Proteasas, lipasas  | Catalización de la lisis de sustratos específicos.<br>(por ejemplo, proteínas, lípidos)   |



## 6. Metodología

El proceso experimental de estas tesis consistió en una serie de pasos que se muestran en la Figura 8 y son detallados más adelante.



*Figura 7. Metodología*



---

### **6.1. Montaje del dispositivo experimental y uso del software.**

El sistema de filtración de flujo tangencial (TFF) KrosFlo de Spectrum Labs, Figura 9, consiste básicamente en una bomba de alta presión con un monitor de presión digital, un arreglo de tubería con 3 transductores de presión en las líneas de alimentación, de permeado y de retenido.

La membrana utilizada es un módulo de fibra hueca de celulosa para microfiltración Spectrum Labs, donde el tamaño de los poros de las fibras es de 0.20  $\mu\text{m}$  y una longitud de 10 cm (8.8 cm desde la entrada hasta la salida).

El dispositivo experimental se puede apreciar de mejor manera en la Figura 10: en el depósito de adición de muestra se coloca el agua residual tratada previamente por un tratamiento secundario y a su vez, este depósito alimenta continuamente al depósito de proceso. Con ayuda de una bomba de alta presión, la muestra es llevada a la membrana de fibra hueca, la cual va a operar con un flujo tangencial o flujo cruzado y así, obtener el flujo de permeado (agua de interés). Además del permeado también se obtiene un flujo de retenido, el cual está compuesto de agua con los sólidos que no logran atravesar los poros de la membrana de microfiltración y que fueron retirados de la superficie de la membrana por el efecto de la fuerza cortante; este flujo de retenido es llevado de nuevo al depósito de proceso, en dónde



se irán acumulando los sólidos en el fondo debido a su forma cónica y se irán retirando mediante un sistema de purga.

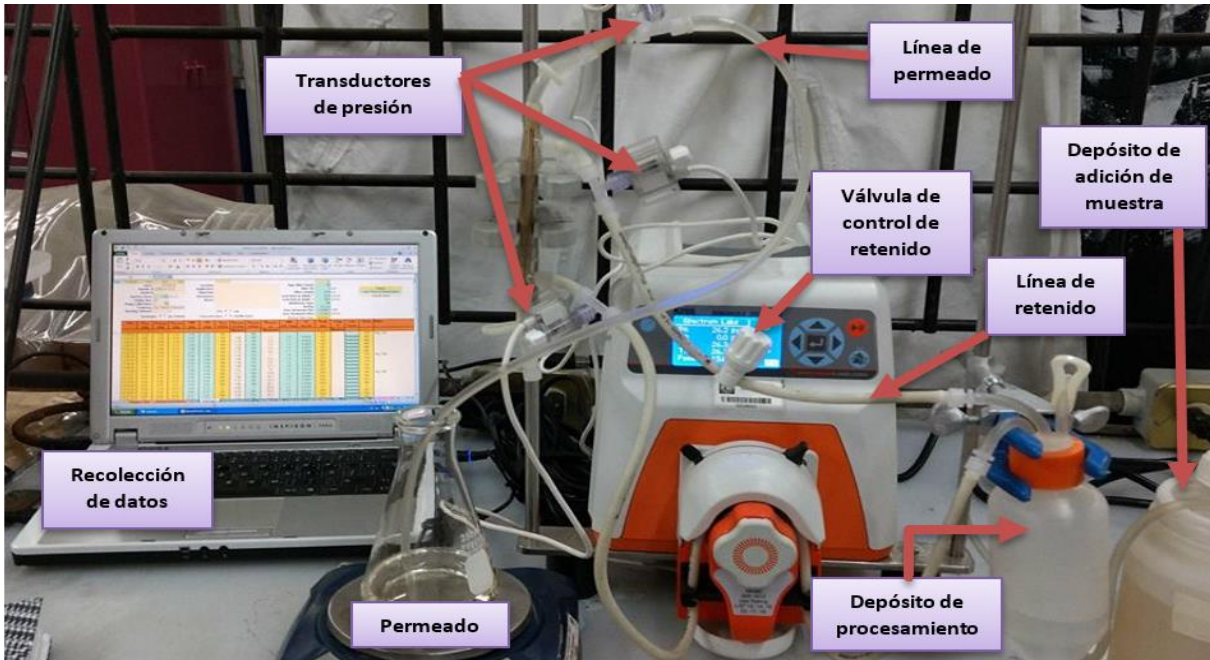


Figura 8. Equipo de Filtración por membranas.

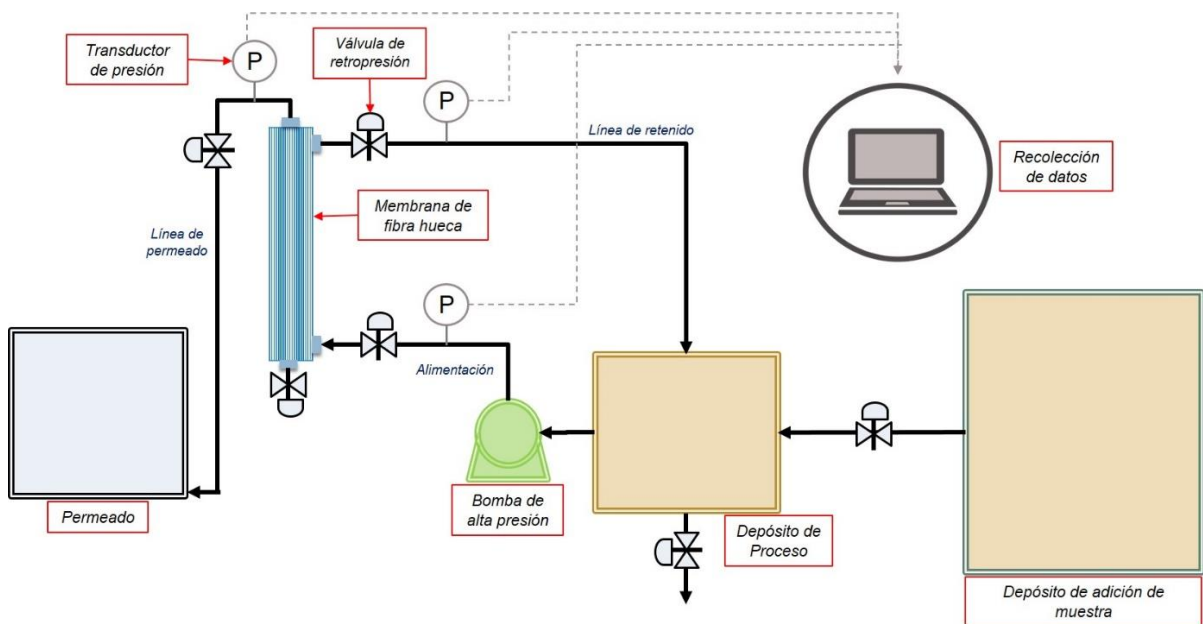


Figura 9. Esquema del dispositivo experimental.



---

De acuerdo al sistema anterior, se plantea el siguiente balance:

$$F_{Alimentación} = F_{Retenido} + F_{Permeado}$$

Cabe mencionar que el flujo obtenido de permeado es mucho menor que el flujo de retenido, ya que este sólo es el flujo que lograr atravesar los poros de la membrana.

## **6.2. Pruebas preliminares**

### ***6.2.1. Prueba de integridad de membrana.***

Se realizó una prueba de integridad de la membrana, antes de usarla, para revisar si había alguna fuga o si alguna de las fibras estuviese rota. La prueba de integridad consistió en cerrar la salida de permeado y retenido, y luego prender la bomba y llevarla hasta una presión de aproximadamente 5 psi, punto en el que se detendría la bomba; si el valor de la presión hubiera disminuido a una velocidad mayor de 0.5 psi/min, el sistema se debía revisar en presencia de alguna fuga y posteriormente, repetir esta prueba.

### ***6.2.2. Ensayo de permeabilidad al agua.***

Consistió en medir la velocidad del flujo a través del interior de la membrana, permeado, en un cierto tiempo. Para realizar esto, se pasó a través de la membrana agua destilada con un flujo de 0.6-0.9 L/h durante 20 minutos, antes de comenzar el proceso de filtración. Los flujos de permeado se midieron cada 2 minutos. Estos resultados fueron registrados y representados en una gráfica de FLUX vs. TMP



---

### **6.3. Evaluación de distintas formas de operación del sistema.**

#### ***6.3.1. Funcionamiento general del sistema.***

Posteriormente, la bomba fue operada con un incremento gradual en el flujo de alimentación, desde 0.3 L/h hasta el flujo deseado, con el fin de que el fluido recorriera el sistema y que la presión transmembrana no se incrementara más de lo normal antes de abrir la válvula de permeado, y posteriormente se abrió parcialmente la válvula del retenido (válvula de control de retropresión), la cual liberó la presión transmembrana gracias a una recirculación del retenido hacia el depósito de adición de muestra.

Esta abertura se mantuvo constante a lo largo de la operación de la membrana y fue asignado dependiendo del flujo de alimentación: a un mayor flujo, mayor abertura. Los datos de la prueba fueron registrados en tiempo real en una Hoja de Excel "TFF Trial Template" (software proporcionado por Spectrum Labs). Los datos que se analizaron principalmente fueron la presión transmembrana y el flux del permeado, los cuales fueron representados en una tabla y en una gráfica de TMP vs. Tiempo.

#### ***6.3.2. Flujo óptimo de la operación.***

Se realizaron pruebas con diferentes aberturas de válvula de retropresión en diferentes flujos de alimentación y al analizar los datos se buscó determinar el flujo de operación óptimo. El flujo de operación óptimo es la condición en que es posible obtener una mayor cantidad de permeado, tomando en cuenta que la presión transmembrana no se acercara a la presión límite fijada, la cual fue de 20 psi. Los





---

flujos de operación que se utilizaron fueron a flujos de alimentación bajos (0.6-6 L/h) y a flujos de alimentación altos (6.06-15 L/h).

### ***6.3.3. Aplicación de limpieza física: lavado a contracorriente.***

Una vez determinado el flujo de operación óptimo, el cual fue de 15 L/h, se procedió a la filtración por largos períodos de tiempo con el objetivo de evaluar el comportamiento de TMP y, en base a esto, determinar el momento de la aplicación del lavado a contracorriente. Se llevaron a cabo diferentes pruebas variando el tiempo entre cada retrolavado, así como el tiempo y la duración del retrolavado.

### ***6.3.4. Aplicación de la limpieza final: combinación de limpieza física y química***

Se realizó un lavado directo con agua destilada aumentando progresivamente el flujo de alimentación hasta 15 L/h. Posteriormente se realizó un retrolavado con una solución de alcohol isopropílico al 40%, de igual manera con un aumento gradual hasta 15 L/h. Finalmente se enjuagó con agua destilada.

Esto se realizó con el fin de que las condiciones iniciales de cada prueba fueran aproximadamente las mismas, y para revisar las condiciones de la membrana, se llevaron a cabo las pruebas de permeabilidad de la membrana antes de cada prueba de filtración.



---

### **6.3.5. Caracterización de la muestra de alimentación y permeado.**

Después de determinar el flujo óptimo de operación y de haber hecho pruebas de limpieza, se realizó la caracterización del agua de la alimentación y de salida del sistema de microfiltración. Esta caracterización se realizó mediante pruebas analíticas: Nitrógeno Total Kjeldahl, grasas y aceites, SST y turbidez, en base a Métodos Estándar (E. Greenberg, S. Cleacerd, y D. Labon, 1992).

- Para Nitrógeno amoniacal Kjeldahl se basó en la NMX-AA-026-SCFI-2010. Se determinó la cantidad de nitrógeno amoniacal mediante la puesta de la muestra en destilación, en donde los iones amonio que tuviera la muestra reaccionarían con el hidróxido de sodio para formar iones amoniaco. Posteriormente se determinó la cantidad de iones amoniaco con ayuda de una disolución de concentración conocida de ácido bórico y una de ácido sulfúrico, la cual sirvió como titulante.
- Para la determinación de grasas y aceites se basó en la NMX-AA-005-SCFI-2013. Se determinaron gravimétricamente las sustancias que fueron extraídas con hexano de las muestras previamente acidificadas. En la medición de grasas y aceites no se midió la sustancia específica, sino un grupo de sustancias con unas mismas características fisicoquímicas (solubilidad), como ácidos grasos, jabones, grasas, ceras, hidrocarburos, aceites y cualquier otra sustancia susceptible de ser extraída con hexano.
- Para la determinación de los SST se basó en la NMX-AA-034-SCFI-2015. Los SST son el material constituido por los sólidos sedimentables, los sólidos suspendidos y coloidales; estos fueron retenidos por un filtro de fibra de vidrio



---

con poro de 1,5  $\mu\text{m}$  secado y llevado a masa constante a una temperatura de  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

- Asimismo, también se le determinó la Turbidez mediante un turbidímetro a la muestra de entrada y salida del proceso de filtración.



## 7. Resultados

### 7.1. Evaluación de diferentes formas de operación

Se realizaron varias pruebas para encontrar un flujo óptimo de operación, se operó prácticamente de 4 maneras distintas, las cuáles se describen debajo y se muestra algún ejemplo.

- a) *Operación a flujos bajos de alimentación, menores o iguales a 0.6 L/h y abriendo la válvula de retropresión para la liberación de presión.*

La TMP comenzó a fluctuar hacia presiones cada vez mayores como se muestra en el Figura 10; en dicho gráfico se muestra el comportamiento de las presiones a lo largo del tiempo en la membrana de fibra hueca que operaba a un flujo de alimentación de 0.6 L/h. Con respecto a la cantidad del permeado, se obtuvo en promedio un flujo de 0.42 L/h.

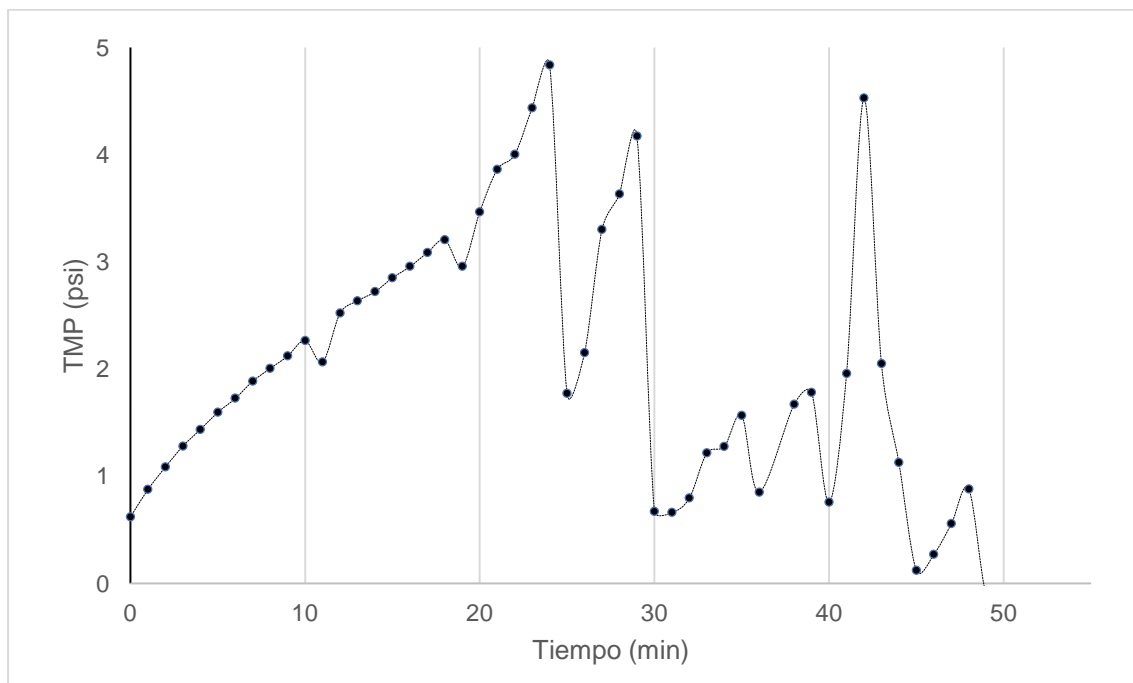


Figura 10. Comportamiento de TMP vs Tiempo, para flujo de 0.6 L/h.



b) *Operación con apertura de válvula de retropresión constante que permitió una recirculación del retenido hacia el depósito de procesamiento.*

Dependiendo de la abertura establecida al inicio de la corrida, era la cantidad de retrolavados que se necesitarían para poder filtrar un determinado volumen.

En la Figura 11, se muestra el comportamiento de la TMP conforme el tiempo de una filtración de un flujo de alimentación de 0.6 L/h con una abertura de la válvula de retropresión en 1.9; usando esta abertura de válvula, se requirieron 8 retrolavados para poder filtrar 170 mL en un tiempo de 44 min.

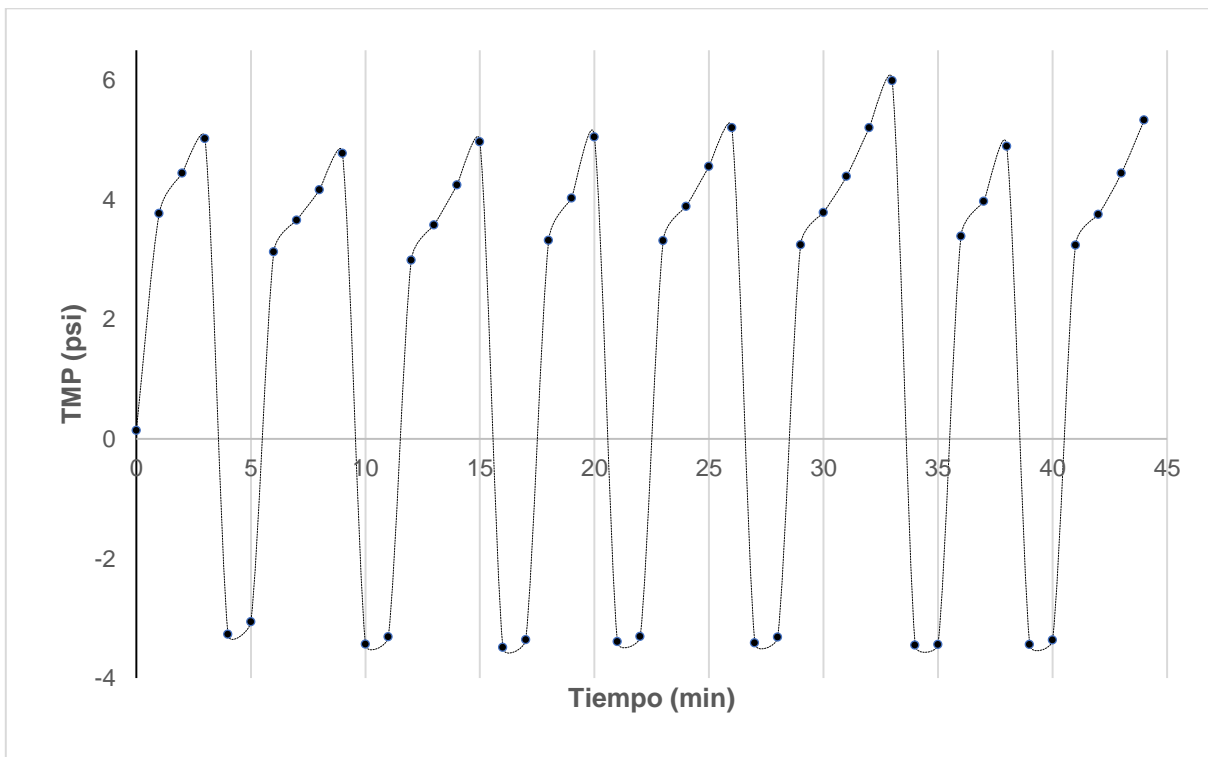


Figura 11. Comportamiento de TMP vs Tiempo para flujo de 0.6 L/h, con varios retrolavados.



A su vez, en la Tabla 6 se muestran los resultados obtenidos durante la filtración con un flujo de alimentación de 0.6 L/h a diferentes aberturas de válvula.

Como se puede observar en la Tabla 6, a una mayor abertura de válvula de retropresión, se obtienen mejores resultados, mayor cantidad de volumen filtrado en un menor tiempo y con menor número de retrolavados. Sin embargo, si la abertura de válvula es más de la necesaria, el flujo de obtenido de permeado será menor, como fue en el caso de la abertura a 2.1, ya que no se está llevando a cabo el diferencial de presión suficiente para que fluido atravesase la membrana.

*Tabla 6. Filtración a 0.6 L/h a diferentes aberturas de válvula de retropresión.*

| Abertura de válvula | Volumen filtrado (L) | Tiempo (min) | # Retrolavados |
|---------------------|----------------------|--------------|----------------|
| 1.9                 | 0.17                 | 44           | 8              |
| 2                   | 0.20                 | 39           | 4              |
| 2.1                 | 0.10                 | 36           | 0              |

*c) Operación con flujos de alimentación altos con una abertura de válvula de retropresión.*

Durante la operación a flujos más altos, la TMP es más sensible a la variación de la abertura de la válvula; debido a esto, si se desea trabajar a flujos altos, prácticamente sólo se podría operar con una abertura de válvula. Ejemplo de esto es la Figura 12, la cual muestra el comportamiento de la TMP conforme el tiempo cuando se opera la bomba a un flujo de alimentación de 2.4 L/h y una abertura de 2.1, en este puede observarse que el perfil de presión aumenta de manera prácticamente constante; a estas condiciones de operación, se filtraron 76 mL de permeado en 42 min, alcanzado en este punto una TMP de 2.47.psi. Las ventajas



de este tipo de operación es que la membrana podría operar “sola” una mayor cantidad de tiempo, pero el flujo de permeado obtenido es bajo.

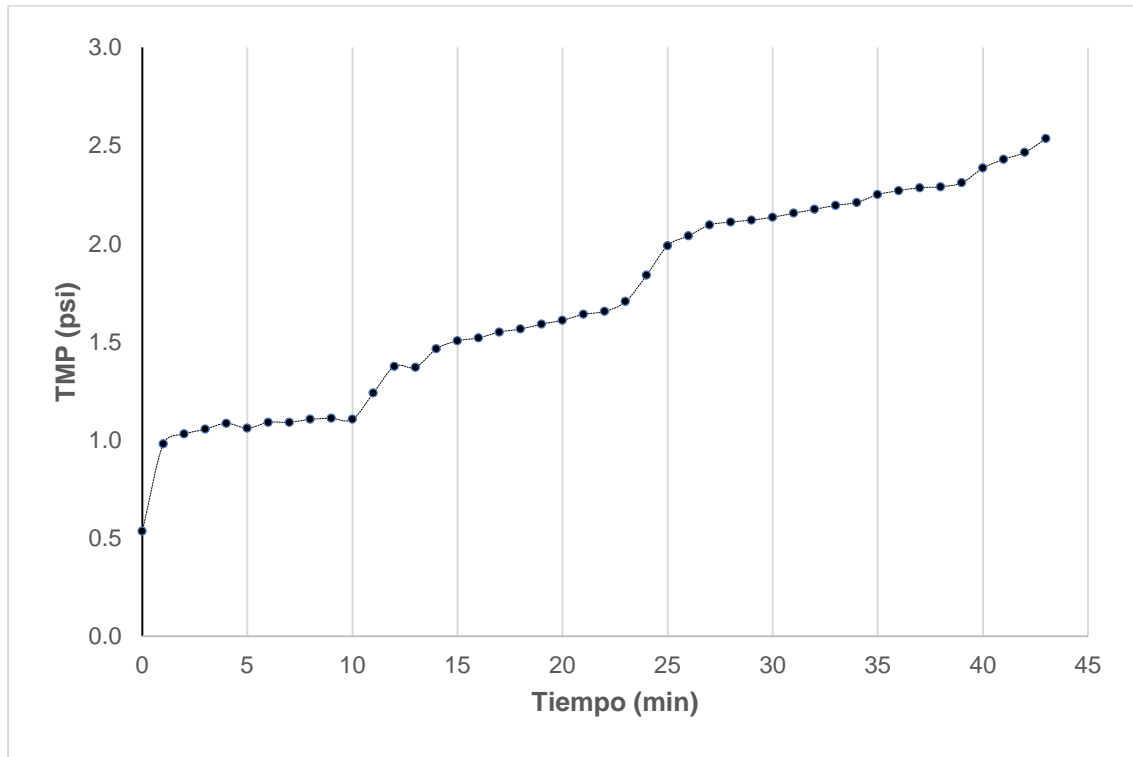


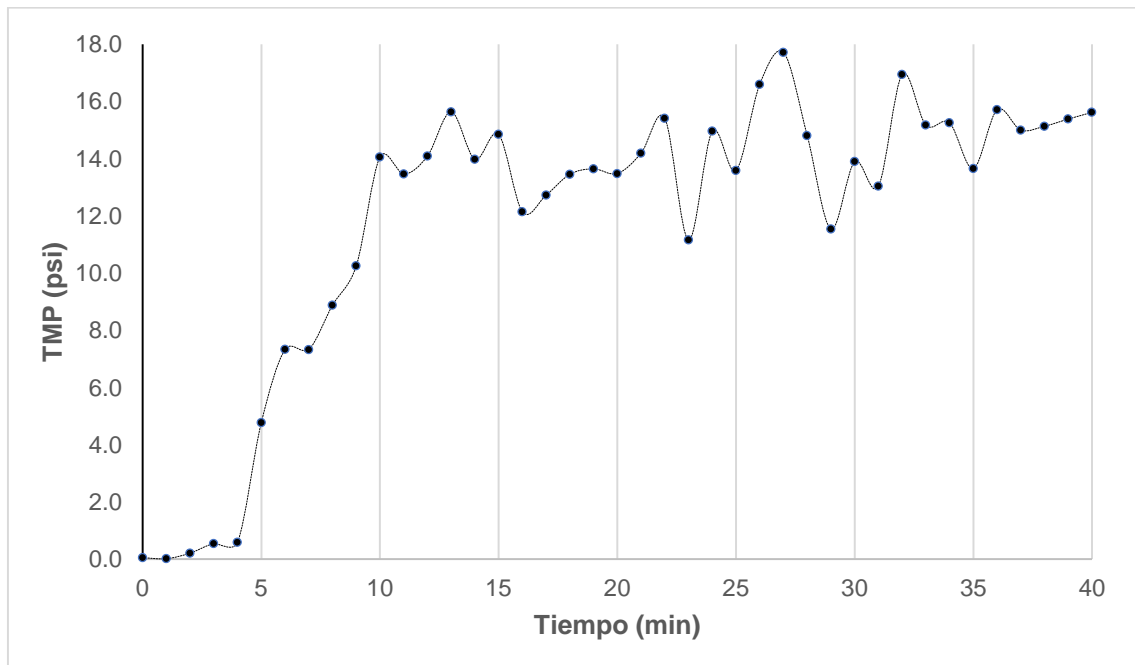
Figura 12. Comportamiento de TMP vs Tiempo para flujo de 2.4 L/h.

d) *Metodología nueva.*

Esta metodología es similar a la que se describe en el inciso c), el cambio radica en un lavado químico de la membrana al final de cada prueba con la intención de tener las mismas condiciones iniciales en cada prueba de filtración. Además de los flujos que se habían estado probando con las otras formas de operación, se trabajaron con flujos mucho más altos (6.06-15 L/h), con el fin de analizar los efectos de la rapidez de corte sobre la superficie de la membrana; a su vez, se estableció que el máximo valor tolerado para la TMP fuera de 20 psi.



En la Figura 13 se muestra el comportamiento de la presión cuando la bomba opera con un flujo de alimentación de 1.5 L/h y una abertura de válvula de 2.35, en esta filtración se obtuvieron 105 mL de permeado en 39 min con una TMP alcanzada de 15.39 psi y rapidez de corte de  $38 \text{ s}^{-1}$ .



*Figura 13. Comportamiento de TMP vs Tiempo para un flujo de 1.5 L/h.*

En la Figura 14 se muestra el comportamiento de la presión cuando la bomba opera con un flujo de alimentación de 15 L/h y una abertura de válvula de 2.75, en esta filtración se obtuvieron 30 mL de permeado en 18 min con una TMP alcanzada de 9.31 psi y rapidez de corte de  $442 \text{ s}^{-1}$ .



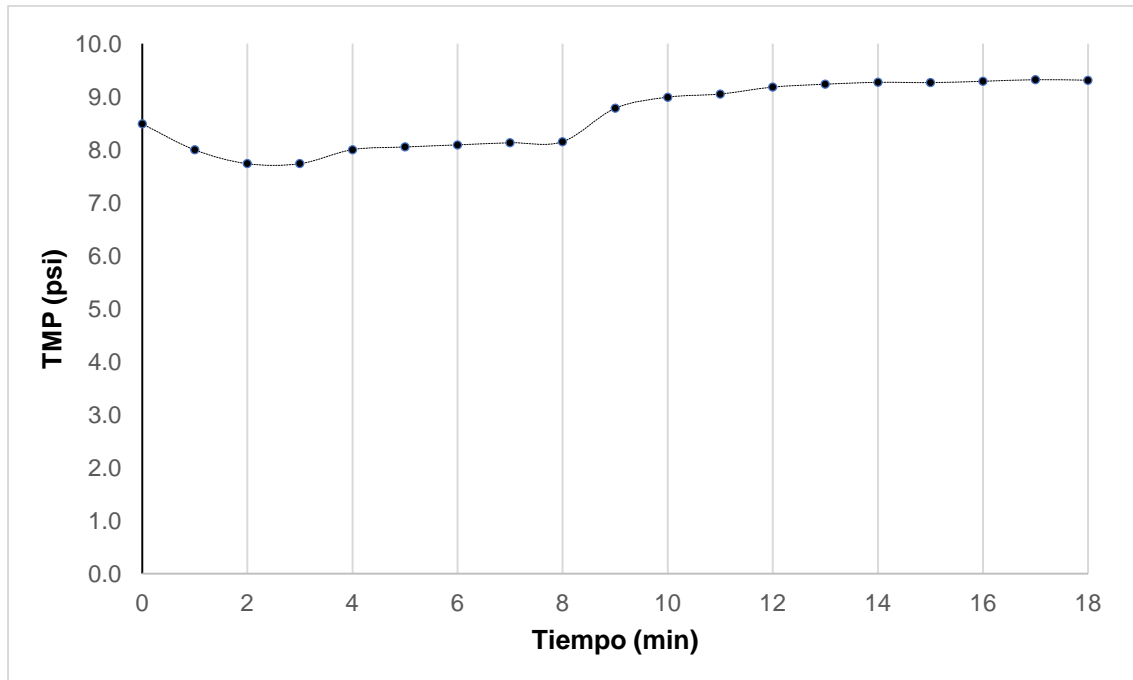


Figura 14. Comportamiento de TMP vs Tiempo para flujo de 15 L/h.

De acuerdo a estos gráficos, es claro que el comportamiento de la presión la Figura 14 es más estable a flujos mayores, probablemente por el esfuerzo de corte sobre la superficie de la membrana, ya que este disminuye la tasa de incrustación en la membrana y mejora la eficiencia de la microfiltración de flujo cruzado; aunque debido a que es un flujo mayor, la abertura de la válvula tuvo que ser mayor y esto repercute directamente en la cantidad obtenida de permeado.

Posteriormente, se continuaron realizando pruebas de filtración y se obtuvieron los resultados mostrados a continuación, en las cuales se observa el comportamiento de la TMP en el tiempo para flujos bajos y altos, los cuales son indicados en la Tabla 7.



Tabla 7. Flujos de operación usados en las pruebas de filtración

| Flujos de alimentación bajos |                                     |                                     | Flujos de alimentación altos |                                     |                                     |
|------------------------------|-------------------------------------|-------------------------------------|------------------------------|-------------------------------------|-------------------------------------|
| Flujo (L/h)                  | Abertura de válvula de retropresión | Rapidez de corte (s <sup>-1</sup> ) | Flujo (L/h)                  | Abertura de válvula de retropresión | Rapidez de corte (s <sup>-1</sup> ) |
| 2.4                          | 2.40                                | 70                                  | 7.2                          | 2.5                                 | 212                                 |
| 3.6                          | 2.45                                | 105                                 | 10.8                         | 2.55                                | 319                                 |
| 4.8                          | 2.5                                 | 140                                 | 15                           | 2.75                                | 442                                 |

En las Figuras siguientes se pueden observar más claramente la comparación entre ambos regímenes de flujos de operación.

En la Figura 15 se muestra la variación de la TMP cuando se opera con flujos de alimentación bajos, en donde la TMP después de los 10 minutos se empieza a observar de una manera más clara un aumento constante de la TMP en los flujos de 2.4 y 3.6 L/h, mientras que en el flujo de 4.8 L/h, la TMP ya empieza a tener un comportamiento constante.

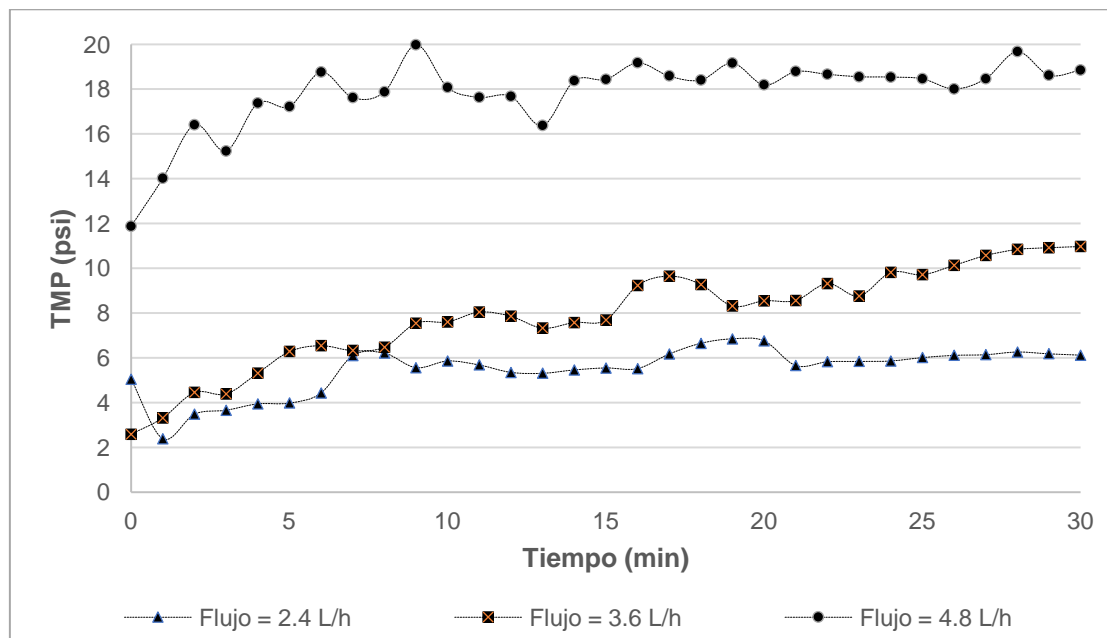


Figura 15. Comportamiento de TMP vs. Tiempo para flujos bajos.



En la Figura 16 se muestra la variación del flux cuando se opera con los flujos de alimentación de la Figura 15, en donde el flux tiende a disminuir con el tiempo cuando se opera a un flujo bajo como se ve más claramente a los 2.4 L/h, mientras que este permanece prácticamente constante cuando se trabaja con flujo mayor como a 4.8 L/h.

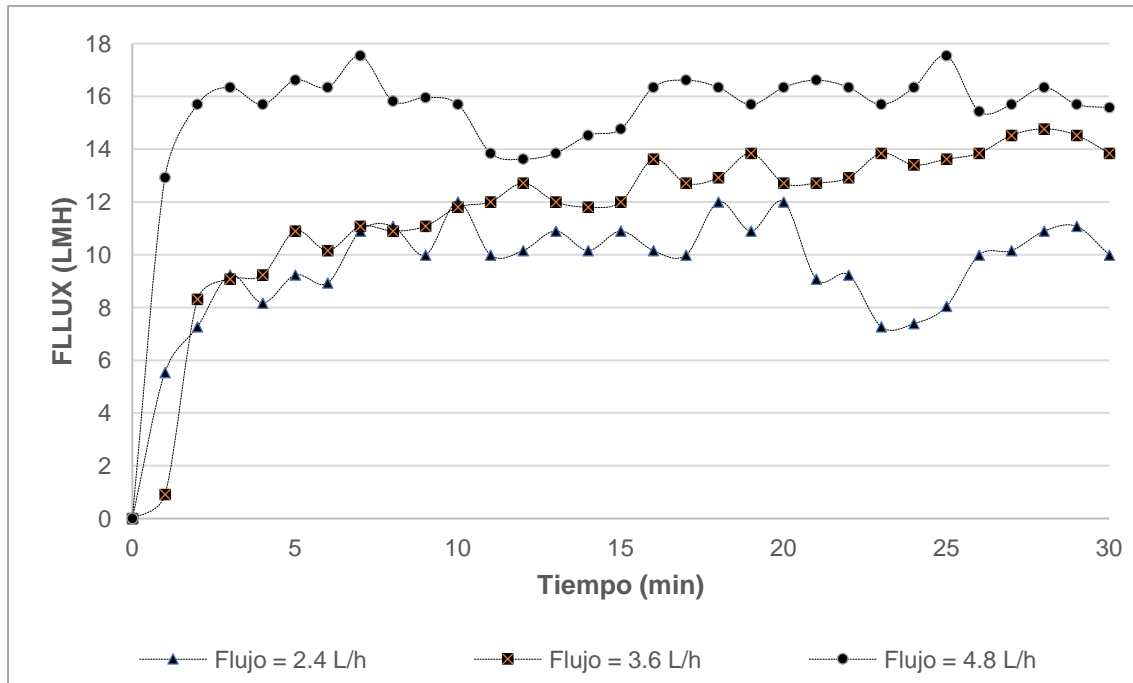


Figura 16. Comportamiento de FLUX vs. Tiempo para flujos bajos.

A su vez, se observa que, a mayor flujo de alimentación empleado, los valores de flux de permeado son mayores. Sin embargo, cabe mencionar que este flujo de permeado es muy pequeño al compararse contra el flujo de alimentación, ya que es mínima la parte que alcanza a atravesar los poros de la membrana; y también el valor de flux dependerá del nivel de permeabilidad de la membrana durante la filtración. En la tabla 8 se puede observar una relación de los flujos obtenidos en el sistema a los 15 minutos de operación con los datos de las Figuras 16 y 18.



Tabla 8. Relación de los flujos presentes en el sistema.

| Flujo de alimentación (L/h) | Abertura de válvula | Flux de permeado (LMH) | Flujo de permeado (L/h) | Flujo de retenido (L/h) |
|-----------------------------|---------------------|------------------------|-------------------------|-------------------------|
| 2.4                         | 2.40                | 10.9                   | 0.0114                  | 2.3886                  |
| 3.6                         | 2.45                | 12                     | 0.0126                  | 3.5874                  |
| 4.8                         | 2.5                 | 14.8                   | 0.0155                  | 4.7845                  |
| 7.2                         | 2.5                 | 12.9                   | 0.0135                  | 7.1865                  |
| 10.8                        | 2.55                | 11                     | 0.0116                  | 10.7884                 |
| 15                          | 2.75                | 13.6                   | 0.0143                  | 14.9857                 |

En las Figuras 17 y 18 se presentan los resultados de TMP y flux con flujos de alimentación más altos: 7.2, 10.8 y 15 L/h; en donde las tendencias observadas en las Figuras 15 y 16 son más notorias debido a que, operando con flujos altos se mejora el efecto de la filtración de flujo cruzado, el cual disminuye la formación de la capa de gel y presenta un campo de cizallamiento más fuerte alrededor de la membrana, lo que impide de mejor manera la deposición de las partículas a separar.

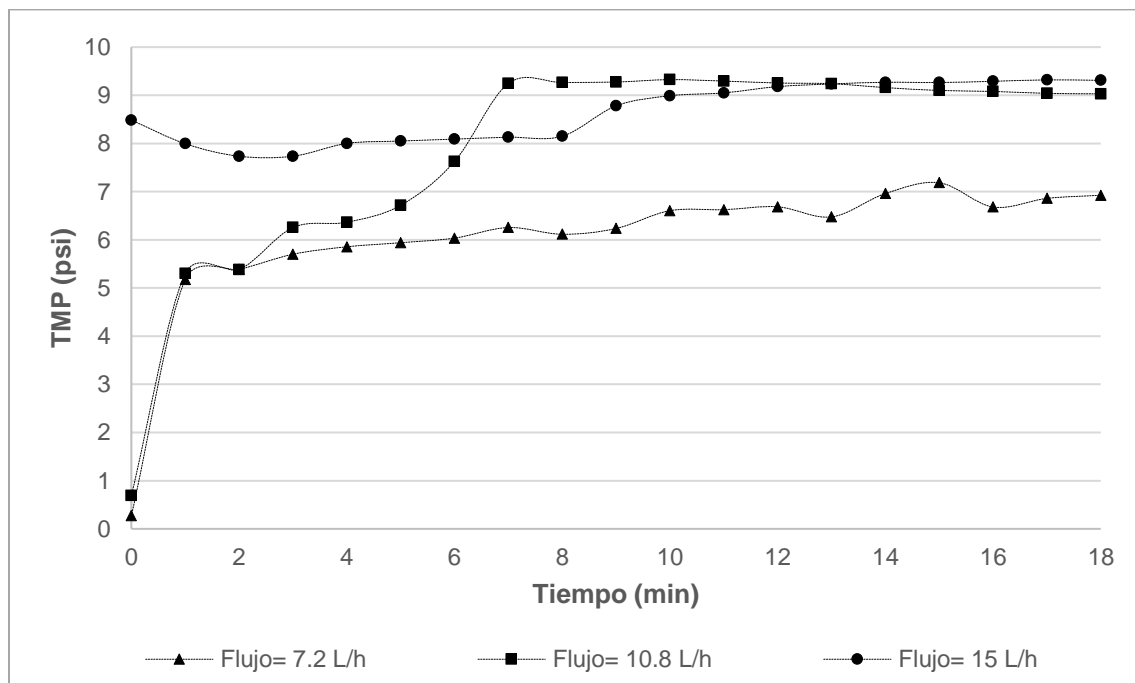


Figura 17. Comportamiento de TMP vs. Tiempo para flujos altos.

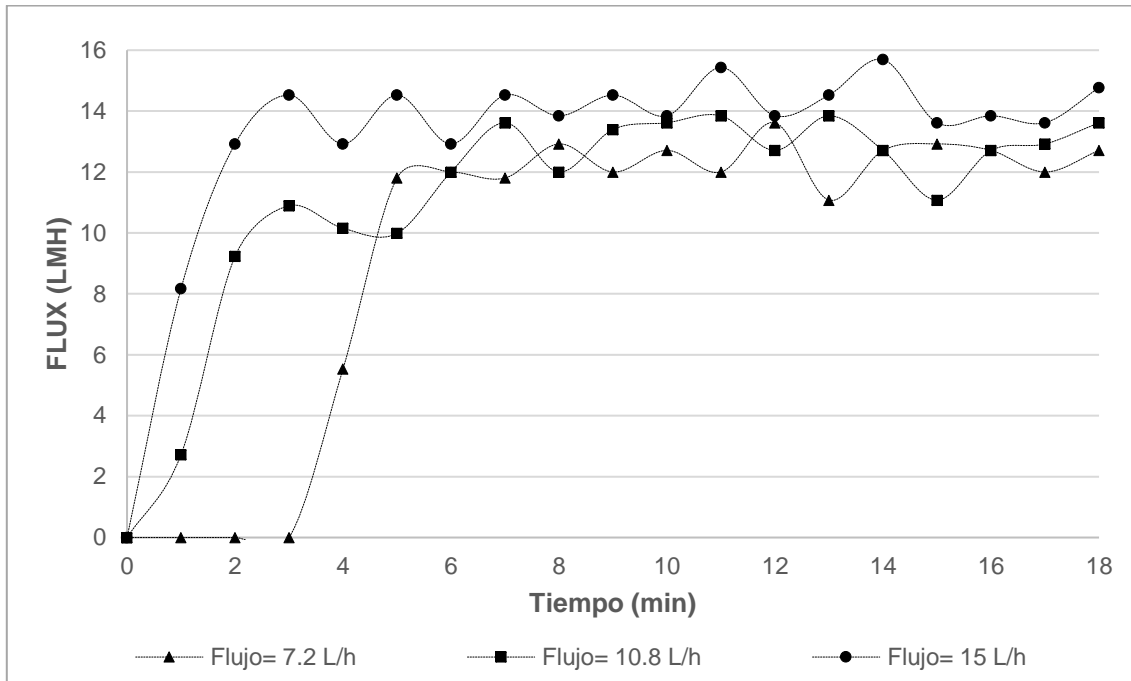


Figura 18. Comportamiento de FLUX vs. Tiempo para flujos altos.

De acuerdo a los resultados obtenidos se trabajó con un flujo de 15 L/h, usando una abertura de válvula de retropresión de 2.7, por tiempos más largos con el fin de evaluar el proceso y obtener agua que sería destinada para realizar su caracterización.

A continuación, se muestra en la Figura 19 el comportamiento de la TMP con estas condiciones durante 5 horas. Se puede observar que casi en la primera hora hay un aumento de la TMP, este aumento de la TMP es indicativo de que el grosor de la capa de gel aumentó (Huisma, Elzo, Middelink, & Trägardh, Properties of the cake layer formed during crossflow microfiltration, 1998), y posteriormente empieza a comportarse prácticamente constante. Sin embargo, aproximadamente a las 2 horas y media empezó a oscilar la TMP y se observó también una disminución del



flux (Figura 21). Debido a esto, se detuvo la bomba y se realizó un retrolavado por 1 minuto a un flujo de 0.6 L/h. Antes de realizar el retrolavado la TMP era de 11.06 psi y después de éste, la TMP disminuyó a 7.40 psi, posteriormente aumento un poco y de la misma manera que antes, se mantuvo prácticamente constante.

La Figura 20 muestra también que después del retrolavado, además de que la TMP disminuyó, el flux fue menor y comenzó a tener un decaimiento progresivo. Esta disminución del flujo es una característica omnipresente de los procesos de separación de membrana debido a la acumulación de material retenido en forma de una capa de gel en la superficie de la membrana o por adsorción dentro de los poros de ésta que aumenta la resistencia a la filtración (Günthera, y otros, Modeling of flux decline in crossflow microfiltration using neural networks: the case of phosphate removal, 2005).

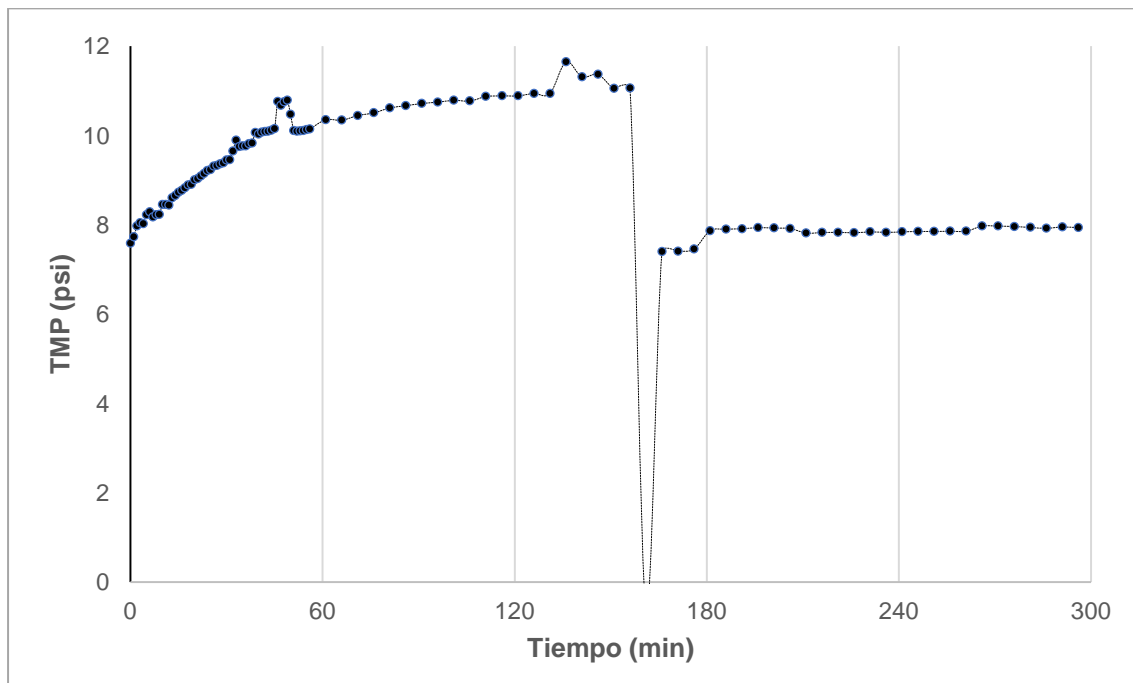


Figura 19. Comportamiento de TMP vs Tiempo para flujo de 15 L/h durante 5 horas.

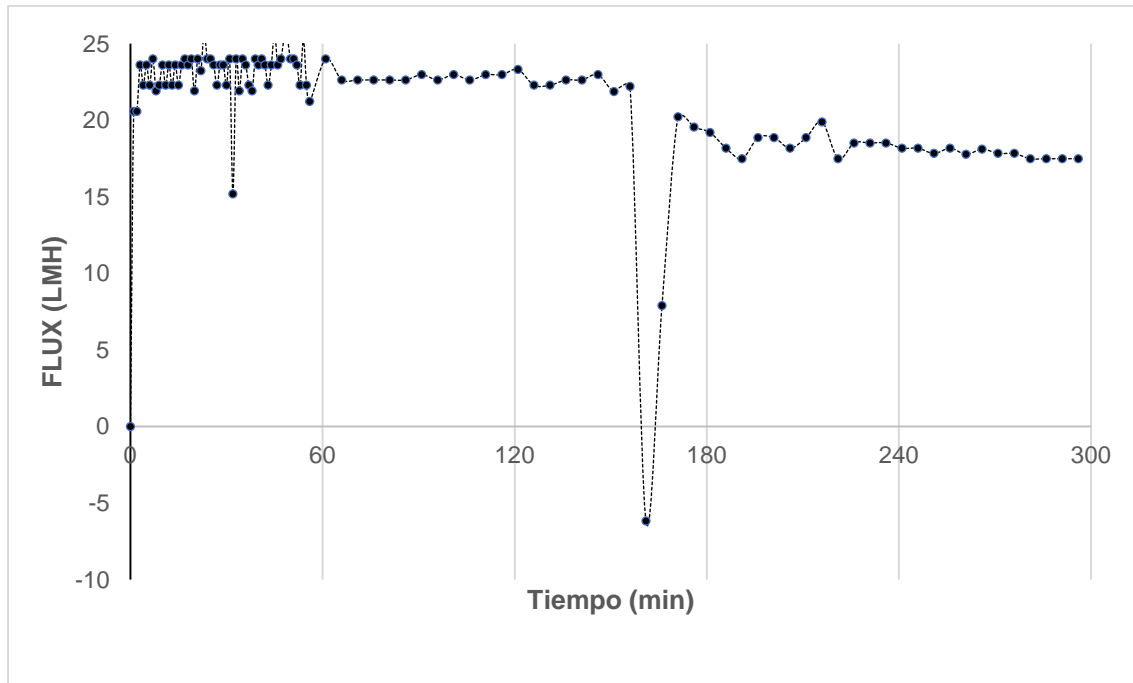


Figura 20. Comportamiento de Flux vs Tiempo para flujo de 15 L/h durante 5 horas.

## 7.2. Limpieza física de la membrana

Dado que el flux, entre otras cosas, determina la tasa de disminución de la permeabilidad (o el aumento de TMP) también determina el período entre la limpieza física (retrolavado), es decir, el tiempo del ciclo de limpieza física (Judd, 2006). De acuerdo con estos resultados, se propuso realizar retrolavados cada cierto tiempo como se muestra a continuación.

En la Figura 21, se muestra el comportamiento de la TMP en función de tiempo, durante casi 3 horas y media. Los retrolavados fueron realizados cuando se comenzó a observar que empezaba a ver una disminución del Flux, comportamiento que indica que la superficie de la membrana ya estaba colmatándose. Los



---

retrolavados se llevaron a cabo durante 1 min, con un flujo de 0.6 L/h; esto con el fin de que no se gastará tanto volumen de permeado y que el flujo fuera tal que permitiera retirar los sólidos en los poros de la membrana y en su superficie. En este gráfico se observó, al igual que en la Figura 19, que después de cada intervalo de retrolavado, la TMP disminuye, ya que la membrana se estuvo ensuciando progresivamente, lo que condujo a esa disminución de la permeabilidad. (James Smith, Vigneswaran, Hao Ngo, Ben-Aim, & Nguyen, A new approach to backwash initiation in membrane systems, 2006). Lo mismo se refleja en la Figura 22, en el cual después de los intervalos de retrolavado, el flux es cada vez menor ya que la permeabilidad de la membrana está disminuyendo; lo que indica, que sólo se podrán realizar un número finito de retrolavados. A su vez, se trató de estandarizar el mejor régimen de tiempo para realizar cada retrolavado y el flujo que tendría que haber en este.



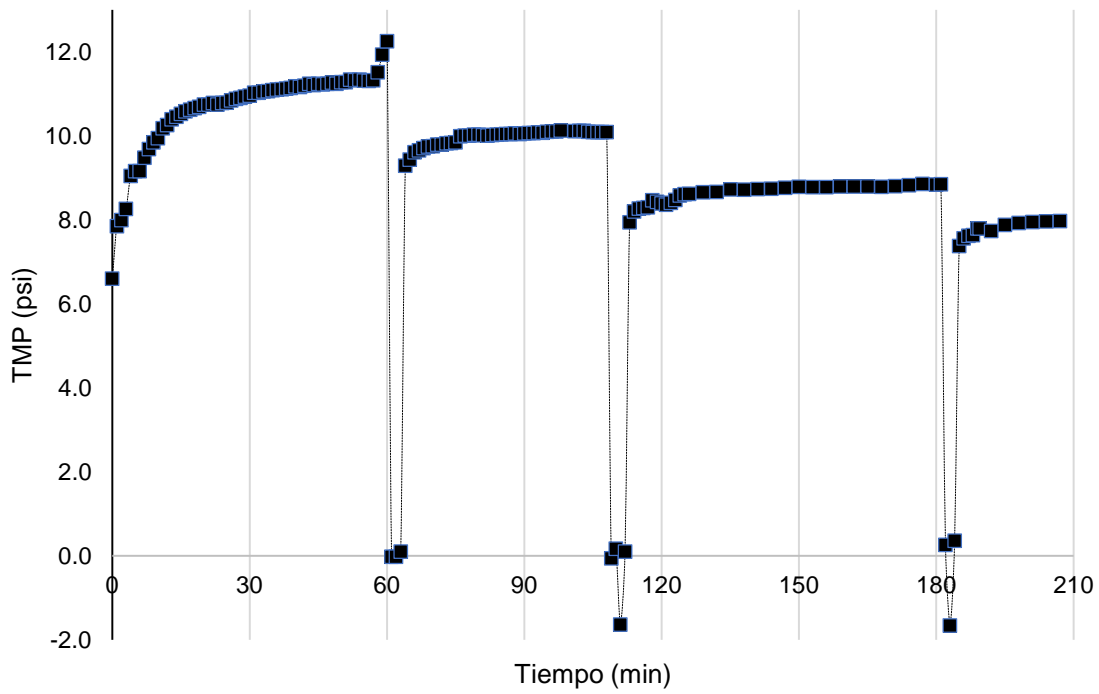


Figura 21. Comportamiento de TMP vs Tiempo para flujo de 15 L/h, usando retrolavados.

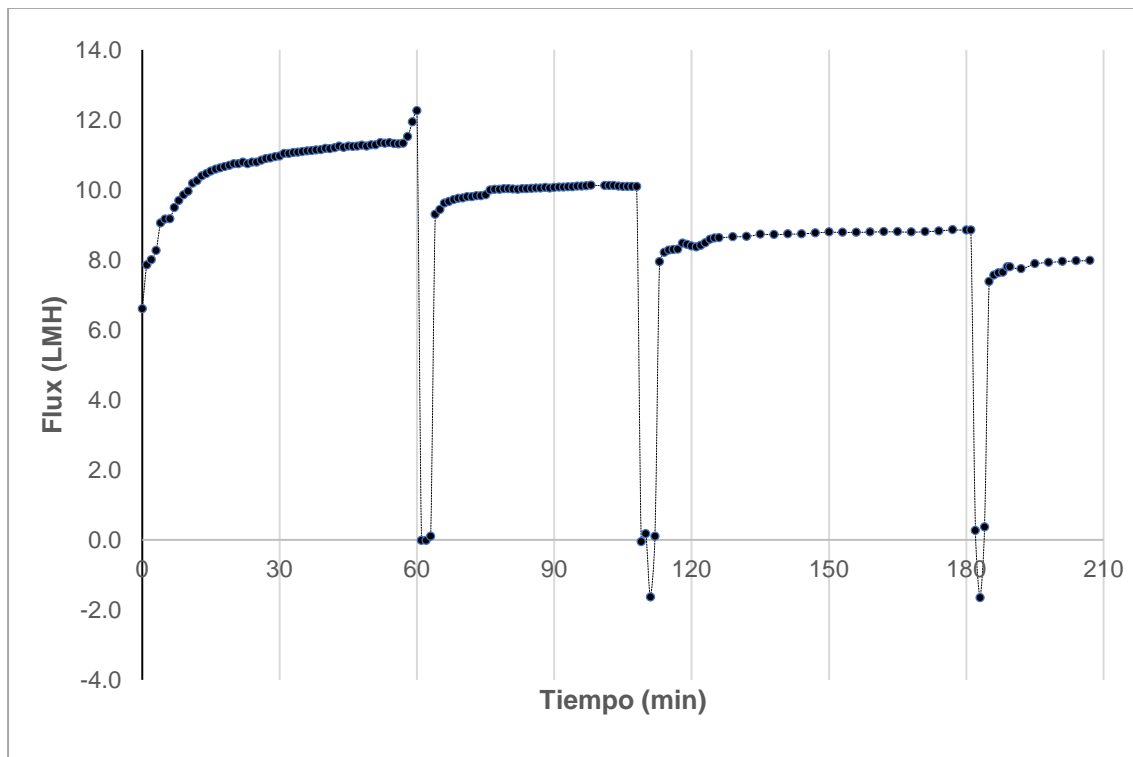


Figura 22. Comportamiento de Flux vs Tiempo para flujo de 15 L/h, usando retrolavados.



En la Figura 23 y 24, se muestran el comportamiento de la TMP y del flux, respectivamente, en función del tiempo para una filtración por membranas a un flujo de alimentación de 15 L/h y realizando retrolavados aproximadamente cada 45 minutos, cada retrolavado fue hecho durante 1 min a un flujo de 0.6 L/h. En la Figura 23 se puede observar que la TMP disminuye más significativamente después del primer retrolavado; mientras que después del segundo retrolavado, la TMP regresa a ser prácticamente la misma antes del primer retrolavado, este comportamiento se debe a que la membrana no logro recuperar cierta permeabilidad. Por lo que, sería recomendable, usar un flujo un poco mayor en el retrolavado para que se logren retirar mayor cantidad de sólidos en la superficie de la membrana.

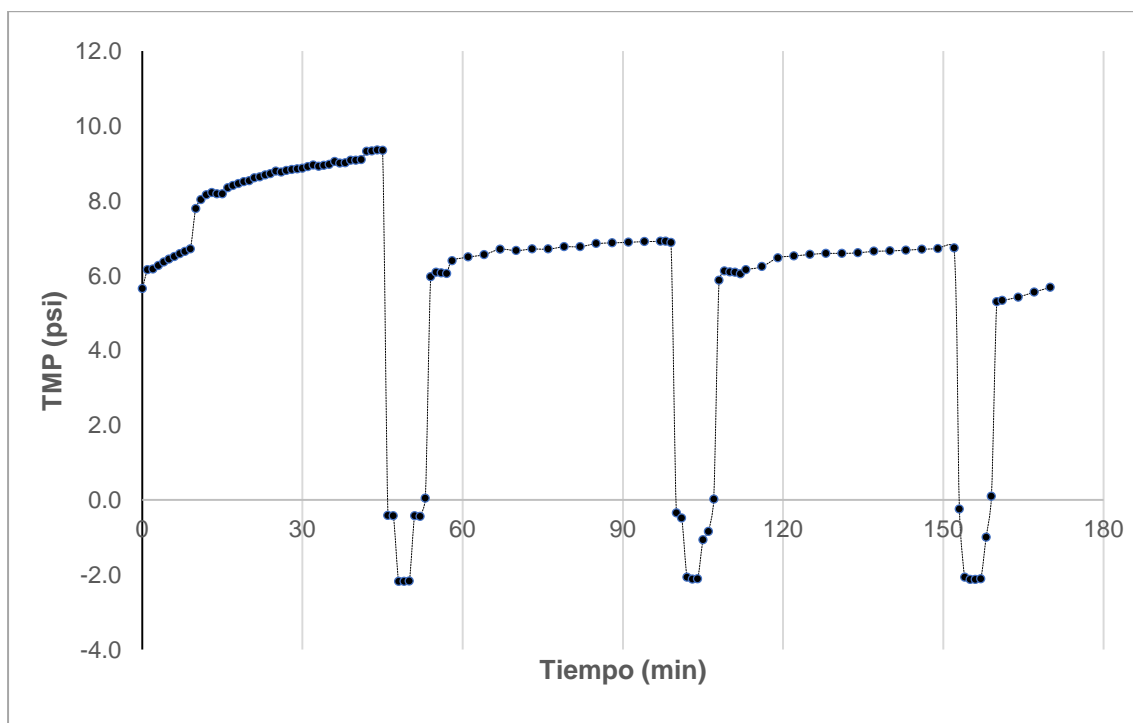


Figura 23. Comportamiento de TMP vs Tiempo para flujo de 15 L/h, usando retrolavados cada 45 minutos.



En lo que respecta, al comportamiento del flux, en la Figura 24 este disminuye conforme pasa el tiempo y después de un retrolavado, el flux de la misma manera sigue disminuyendo. Esto es un ejemplo más claro de que la permeabilidad de la membrana va disminuyendo conforme pasa el tiempo.

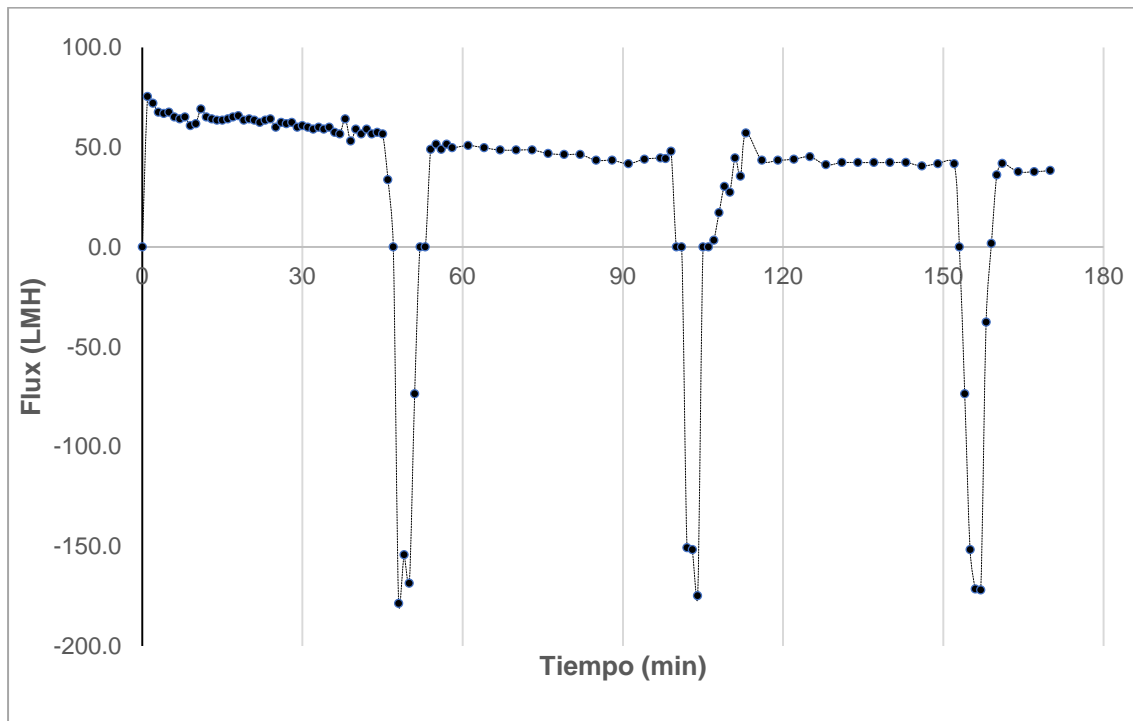


Figura 24. Comportamiento de Flux vs Tiempo para flujo de 15 L/h, usando retrolavados cada 45 minutos.

Entre cada retrolavado, se fue determinando la cantidad de SST y turbidez que estaba presente en el agua de permeado utilizada en los retrolavados y los resultados se muestran en la Tabla 8, en donde se observa que cada vez se están reteniendo un mayor número de SST debido a que probablemente ya se ha formado la capa de gel obstruyendo los poros de la membrana.



*Tabla 9. Caracterización de los retrolavados*

| Retrolavado | Turbidez [NTU] | SST [mg/L] |
|-------------|----------------|------------|
| 1º          | 9.02           | 0.052      |
| 2º          | 10.4           | 0.06       |
| 3º          | 11.1           | 0.092      |
| Permeado    | 0.23           | 0          |

### **7.3. Pruebas de permeabilidad del agua**

Conforme se realizaron las pruebas de filtración, se percató de que cada vez se obtenía menor flujo de permeado debido a que la limpieza física no era suficiente para llegar a un estado semejante al inicio de cada prueba. Debido a esto se decidió implementar un tipo de limpieza más exhaustiva, la cual consistió en la combinación de la limpieza física con química al final de cada prueba.

Realizando este tipo de limpieza se notó un aumento en la cantidad de flujo de permeado obtenido y en un aumento de la permeabilidad del de agua en la membrana, como se muestra en la Figura 25.

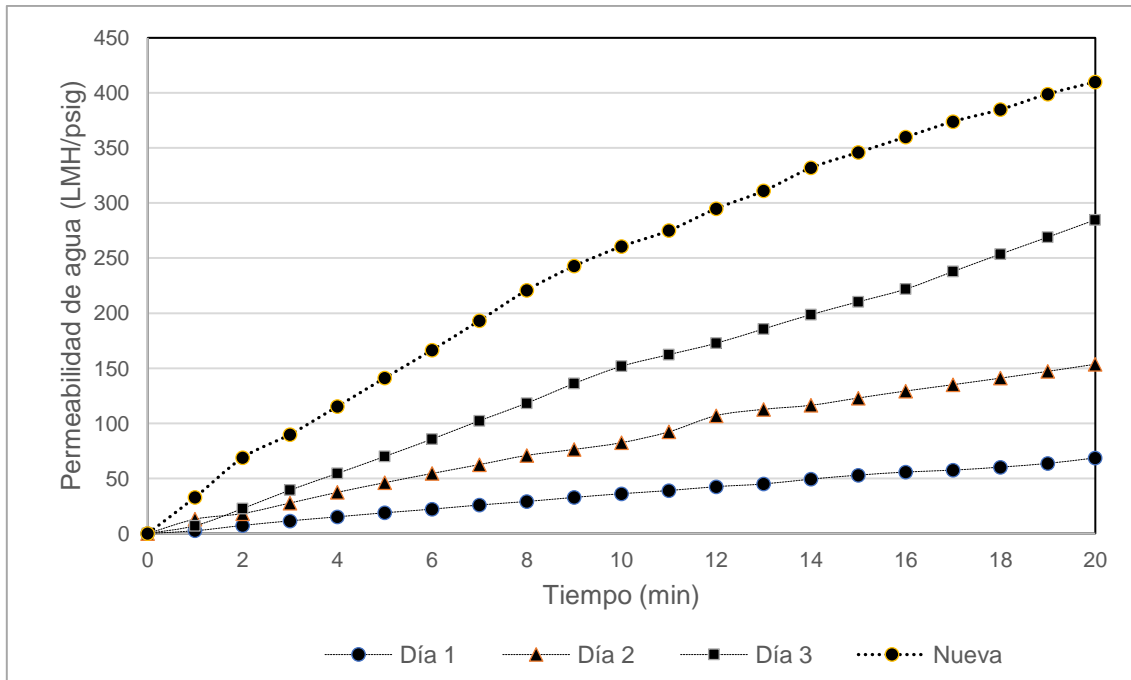
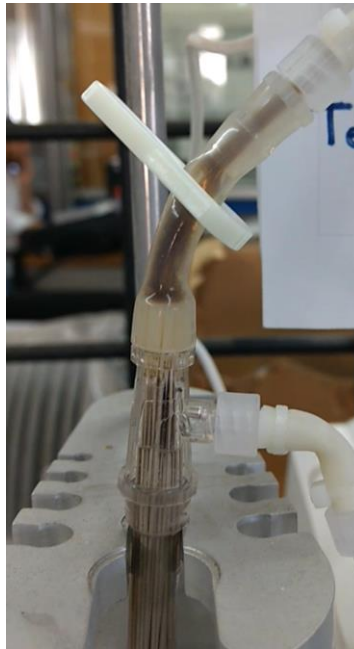


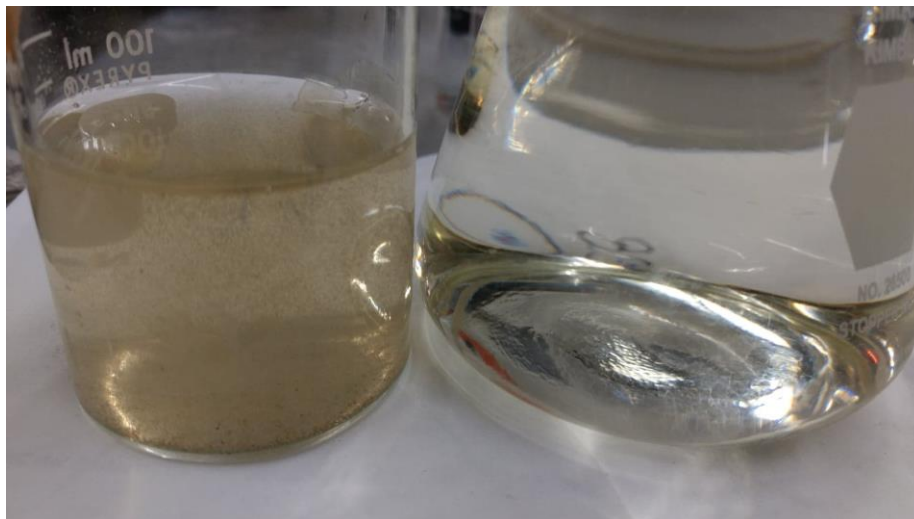
Figura 25. Pruebas de permeabilidad del agua en pruebas consecutivas.

A su vez, en la Figura 26 se muestra la parte superior de la membrana de fibra hueca durante la limpieza química con la solución con alcohol isopropílico y se puede apreciar cómo se van retirando los sólidos que estaban en el interior de las fibras del módulo.

En la Figura 27 se muestran los sólidos que se logran retirar después de la limpieza física y química, los cuales probablemente pertenecían a la capa de gel que había sobre la superficie de la membrana.

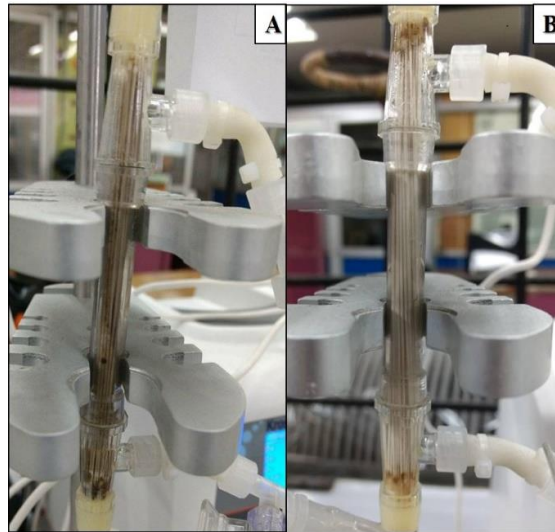


*Figura 26. Membrana durante la limpieza química con solución de alcohol isopropílico al 40%.*



*Figura 27. Remoción de sólidos de la membrana con la limpieza final.*

En la Figura 28 se realiza la comparación visual de antes y después la realizar la limpieza final a la membrana.



*Figura 28. Membrana antes (A) y después (B) de la limpieza final.*

Esos resultados se pueden comprobar de una manera más cuantitativa en las Figuras 22 y 24, los cuales muestran que se presenta mayor flux después de realizar una limpieza de esta manera: para la Figura 22, los valores del flux inician siendo de 11 LMH y posteriormente después de los ciclos de retrolavado disminuye hasta aproximadamente 8 LMH; mientras que, para la Figura 24, los valores del flux después de usar este tipo de limpieza inician siendo de casi 75 LMH y después de los ciclos de retrolavado llega a ser aproximadamente de 50 LMH.

Como puede observarse también en la Figura 25, el aumento de la permeabilidad empieza a tener una tendencia hacia el estado de una membrana nueva; por lo tanto, es probable que se llegue a estar muy cerca de ese estado, pero nunca se llegará al estado de una nueva debido al acumulamiento de una resistencia residual que puede definirse como "incrustación irre recuperable". Este tipo de ensuciamiento se acumula durante varios años y finalmente determina la vida de la membrana (Judd, The MBR Book, 2006).



## 7.4. Caracterización del influente y el efluente

### 7.4.1. Nitrógeno Amoniacal

En la Tabla 9, se muestran los resultados de Nitrógeno Amoniacal, los cuales fueron de 1.60 mg/L para el influente a la membrana, mientras que para la muestra tratada por membranas fue de 1.28 mg/L. De acuerdo a estos resultados, no se retiró una cantidad considerable de nitrógeno amoniacal pero sí es mucho menor que los valores típicos de concentración débil de nitrógeno amoniacal para aguas residuales municipales, como se muestra en la Tabla 1, los cuales son de 12 mg/L. A su vez, en la tabla 2, se muestra que la cantidad de nitrógeno total en aguas residuales que serán destinadas a descargas en diferentes tipos de aguas, en donde la concentración mínima es de 15 mg/L.



Figura 29. Equipo destilador Büchi para determinación de Nitrógeno Amoniacal.





Tabla 10. Resultados de Nitrógeno Amoniacal.

| Muestra     | Volumen H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (mL) | N <sub>amoniaca</sub> l (mg/L) |      |
|-------------|---|--------------------------------|------|
| Blanco 1    | 0.5   |                                |      |
| Blanco 2    | 0.6   |                                |      |
| Blanco 3    | 0.55  |                                |      |
| Influente 1 | 4.5   | 1.66                           | 1.60 |
| Influente 2 | 4.5   | 1.66                           |      |
| Influente 3 | 4.1   | 1.49                           |      |
| Efluente 1  | 3.55  | 1.26                           | 1.28 |
| Efluente 2  | 3.65  | 1.30                           |      |
| Efluente 3  | 3.6   | 1.28                           |      |

|                                       |      |
|---------------------------------------|------|
| [H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ] (M) | 0.03 |
|---------------------------------------|------|

#### 7.4.2. Grasas y Aceites

En la Tabla 10, se muestran los resultados de Grasas y aceites, en el cual el influente tratado tuvo un promedio de 115 mg/L de grasas; y con el tratamiento de membranas esta disminuyó hasta casi la mitad, 60 mg/L. A pesar de eso, aún excede los valores de concentración débil para grasas de la Tabla 1, que son de 50 mg/L. Además, según la NOM-003-ECOL-1997, los límites máximos permisibles para aguas residuales tratadas destinadas ya sean, para contacto directo o indirecto mostrados en la Tabla 3, deben ser de 15 mg/L, valores que no se alcanzaron a cumplir en el tiempo de operación de la membrana.



Figura 30. Montaje de equipo de extracción de grasas y aceites por recirculación.

Tabla 11. Resultados de Grasas y Aceites

| Muestra     | Masa inicial (g) | Masa final (g) | Volumen de muestra (mL) | Grasas y aceites (mg/L) |
|-------------|------------------|----------------|-------------------------|-------------------------|
| Influente 1 | 154.2506         | 154.3097       | 500                     | 118.2                   |
| Influente 2 | 141.2299         | 141.2858       | 500                     | 111.8                   |
| Efluente    | 88.6151          | 88.6453        | 500                     | 60.4                    |

#### 7.4.3. Sólidos Suspendidos Totales

En la Tabla 11, se muestran los sólidos suspendidos totales (SST), en donde el influente tenía una cantidad de 186 mg/L de SST; mientras que en el efluente no se detectó presencia de SST. Por lo tanto, cumple con los límites máximos permisibles de la NOM-003-ECOL-1997 de la Tabla 3 en materia de SST, los cuales son de 20 y 30 mg/L para contacto directo e indirecto, respectivamente.



Figura 31. Sólidos Suspendidos Totales de influente a la membrana.



Figura 32. Sólidos Suspendidos Totales de efluente de la membrana.

Tabla 12. Resultados de Sólidos Suspendidos Totales

| Muestra     | Masa inicial (g) | Masa final (g) | Volumen muestra (mL) | SST (mg/L) |     |
|-------------|------------------|----------------|----------------------|------------|-----|
| Influente 1 | 2.5148           | 2.5197         | 25                   | 196        | 186 |
| Influente 2 | 2.4741           | 2.4785         | 25                   | 176        |     |
| Efluente 1  | 2.5048           | 2.5048         | 25                   | 0          | 0   |
| Efluente 2  | 2.5099           | 2.5099         | 25                   | 0          |     |



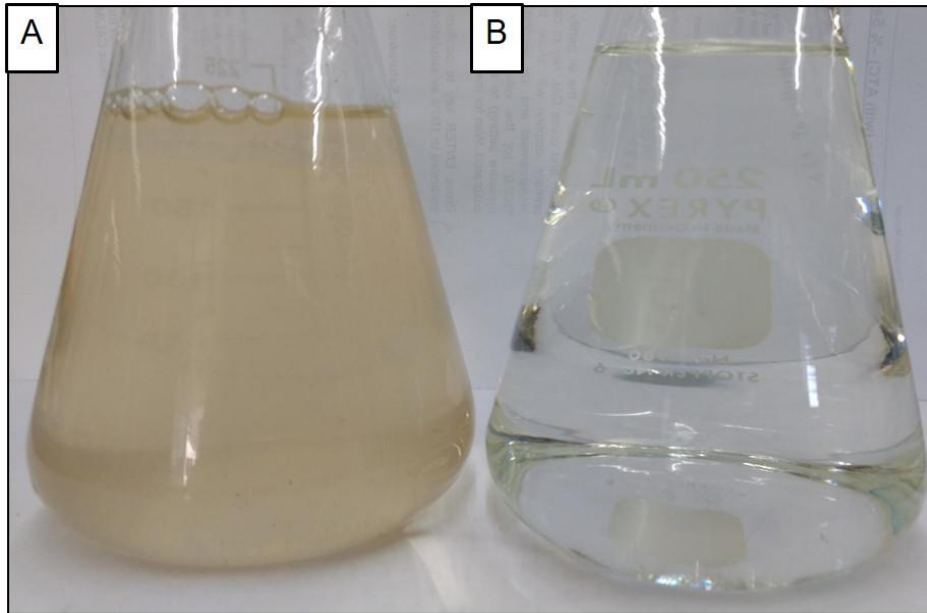
#### 7.4.4. Turbidez

En la Tabla 12, se muestran los resultados de la medición de turbidez; el influente tuvo una turbidez de 68.53 NTU, mientras que el agua tratada con membranas tuvo una turbidez de 0.38 NTU. Estos valores cumplen con lo que establece la OMS (Organización Mundial para la Salud), en donde la turbidez del agua para consumo humano no debe superar en ningún caso las 2 NTU, y estar idealmente por debajo de 1 NTU. Y para los sistemas filtrantes, de las plantas de tratamiento del agua para consumo humano deben asegurar que la turbidez no supere 1 NTU\* (0.6NTU para filtración convencional o directa).

*Tabla 13. Resultados de Turbidez*

| Muestra     | Turbidez (NTU) |       |
|-------------|----------------|-------|
| Influente 1 | 69.9           | 68.53 |
| Influente 2 | 67.4           |       |
| Influente 3 | 68.3           |       |
| Efluente 1  | 0.38           | 0.38  |
| Efluente 2  | 0.36           |       |
| Efluente 3  | 0.39           |       |

Se pueden verificar de manera visual estos resultados con la Figura 34, en donde se muestra la calidad del agua obtenida antes y después del proceso de microfiltración por membranas de fibra hueca.



*Figura 33. Calidad del agua obtenida: A) antes y B) después de la microfiltración, respectivamente.*



---

## 8. Conclusiones

Se realizaron varias pruebas de operación a distintos flujos: flujos bajos (2.4, 3.6 y 4.8 L/h) y flujos altos (7.2, 10.8 y 15 L/h) para comprender mejor el funcionamiento del sistema de microfiltración tipo flujo cruzado, así como para determinar las condiciones de operación del sistema como fue la rapidez de corte.

En las condiciones de flujo de alimentación alto (15 L/h), se presentó una rapidez de corte de 442 s<sup>-1</sup>, que contribuyó a regular el ensuciamiento de la membrana, mejorando el efecto del "barrido" en la superficie causado en primera instancia por el flujo cruzado utilizado; además que operando de esta manera se redujo la necesidad de aplicar un lavado físico (retrolavado) de manera frecuente, evitando el uso excesivo de agua de permeado y a su vez, se redujo aún más la necesidad de aplicar un lavado químico.

Paralelamente, se determinó la forma más adecuada de preservar el estado la membrana, utilizando ciclos de retrolavado durante el proceso de filtración, así como un posterior lavado intensivo (combinación de lavado físico y químico) al final de cada prueba.

## 9. Recomendaciones

- Realizar pruebas de filtración por tiempos más largos, aplicando un mayor flujo de retrolavado durante menor tiempo con el fin de retirar la mayor cantidad de sólidos sobre la superficie de la membrana sin la necesidad de gastar tanta agua de permeado, con el fin de reducir la colmatación de la membrana.



---

## 10. Referencias

1. Agarwal, T., Khillare, P., Shridhar, V., & Ray, S. (2009). Pattern, sources and toxic potential of PAHs in the agricultural soils of Delhi, India. *Journal of hazardous materials*, 2-3(30), 1033-1039.
2. Aguilar Ortega, A. (2006). *Determinación del tipo de membrana óptimo para potabilizar agua del acuífero de Tula*. Ciudad de México.
3. Comisión Nacional del Agua. (2016). *Estadísticas del Agua en México*. Ciudad de México.
4. Consejería de Educación e Investigación de la Comunidad de Madrid. (2 de Febrero de 2008). *La Fundación para el Conocimiento madrid*. Recuperado el 6 de Mayo de 2018, de Madrid Blogs: <http://www.madrimasd.org/blogs/remtavares/2008/02/02/83698>
5. Consejo Consultivo del Agua, A.C. (17 de Marzo de 2018). *Situación y contexto de la problemática del agua en México*. Obtenido de <http://www.aguas.org.mx/sitio/index.php/panorama-del-agua/diagnosticos-del-agua>
6. Cui, Z., Wang, J., Zhang, H., Song, L., Jia, H., Yang, G., & Gao, F. (2018). Influence of selective permeation of backwashing solution on the cleaning effectiveness in hollow fiber system. *Journal of Membrane Science*(546), 139-150.
7. Daughton, C., & Ternes, T. (1999). Pharmaceuticals and personal care products in the environment: agents of subtle change? *Environmental health perspectives*(107), 907-938.
8. Dougherty, J., Swarzenski, P., Dinicola, R., & Reinhard, M. (2010). Occurrence of herbicides and pharmaceutical and personal care products in surface water and groundwater around Liberty Bay, Puget Sound, Washington. *Journal of environmental quality*(39), 1173-1180.
9. Espigares García, M., & Pérez López, J. (s.f.). Aguas Residuales. Composición. Recuperado el 6 de Mayo de 2018, de [http://cidta.usal.es/cursos/EDAR/modulos/Edar/unidades/LIBROS/logo/pdf/Aguas\\_Residuales\\_composicion.pdf](http://cidta.usal.es/cursos/EDAR/modulos/Edar/unidades/LIBROS/logo/pdf/Aguas_Residuales_composicion.pdf)
10. Fane, A., Tang, C., & Wang, R. (2011). Membrane Technology for Water: Microfiltration, Ultrafiltration, Nanofiltration, and Reverse Osmosis. En *Treatise on Water Science* (Vol. 4, págs. 301-335). Elsevier Science. doi:<https://doi.org/10.1016/B978-0-444-53199-5.00091-9>



11. Günther, J., Hobbs, D., Albasi, C., Lafforgue, C., Cockx, A., & Schmitz, P. (2012). Modeling the effect of packing density on filtration performances in hollow fiber microfiltration module: A spatial study of cake growth. *Journal of Membrane Science*(389), 126-136.
12. Günther, J., Hobbs, D., Albasi, C., Lafforgue, C., Cockx, A., & Schmitz, P. (2005). Modeling of flux decline in crossflow microfiltration using neural networks: the case of phosphate removal. *Journal of Membrane Science*, 53-62.
13. Hani Bouhabila, E., Ben Aim, R., & Buisson, H. (1998). Microfiltration of activated sludge using submerged membrane with air bubbling (application to wastewater treatment). *Desalination*, 118, 315-322.
14. Hernández Muñoz, A., Hernández Lehmann, A., & Galán Martínez, P. (2000). *Manual de depuración Uralita*. España: Thomson Editores Spain.
15. Howell, J. (1994). Sub-critical flux operation of microfiltration. *Journal of Membrane Science*(107), 165-171.
16. Hughes, D., Taha, T., & Cui, Z. (2007). Mass transfer: membrane processes. *Handbook of Food and Bioprocess Modeling Techniques*, 145-177.
17. Huisma, I., Elzo, D., Middelink, E., & Trägårdh, A. (1998). Properties of the cake layer formed during crossflow microfiltration. *Colloids and Surfaces*, 265-281.
18. James Smith, P., Vigneswaran, S., Hao Ngo, H., Ben-Aim, R., & Nguyen, H. (2006). A new approach to backwash initiation in membrane systems. *Journal of Membrane Science*, 381-389.
19. Jiménez-Cisneros. (2008). Unplanned reuse of wastewater for human consumption: The Tula Valley, Mexico. *Water Reuse: An International Survey of Current Practice, Issues and Needs*.
20. Judd, S., & Judd, C. (2006). *The MBR Book: Principles and Applications of Membrane Bioreactors in Water and Wastewater Treatment*. Grain Britain: Elsevier.
21. Kalboussi, N., Rapaport, A., Bayen, T., Ben Amar, N., Ellouze, F., & Harmand, J. (2017). Optimal control of a membrane filtration system. *International Federation of Automatic Control (IFAC)* (pp. 8704-8709). Elsevier.
22. Kimura, K., Hane, Y., Watanabe, Y., Amy, G., & Ohkuma, N. (2004). Irreversible membrane fouling during ultrafiltration of surface water. *Water Research*(38), 3431-3441.
23. Kuster, M., López de Alda, M., Dolores Hernando, M., Petrovic, M., Martin-Alonso, J., & Barceló, D. (2008). Analysis and occurrence of pharmaceuticals,





- estrogens, progestogens and polar pesticides in sewage treatment plant effluents, river water and drinking water in the Llobregat river basin. *Journal of Hydrology*, 358, 122-123.
24. Le-Clech, P., Chen, V., & A.G. Fane, T. (2006). Fouling in membrane bioreactors used in wastewater treatment. *Journal of Membrane Science*(284), 17–53.
  25. Metcalf, & Eddy. (2004). *Water Engineering Treatment and Reuse* (4 ed.). Nueva York: McGraw Hill.
  26. Metcalf-Eddy. (1985). *Ingeniería Sanitaria tratamiento, evacuación y reutilización de las aguas residuales*. Barcelona: Editorial LABOR, S.A.
  27. NMX-AA-005-SCFI-2013. (11 de Abril de 2014). *Diario Oficial de la Federación*.
  28. NMX-AA-034-SCFI-2015. (s.f.). *Diario Oficial de la Federación*.
  29. ONU. (22 de Diciembre de 2014). *Decenio internacional para la acción Agua*. Recuperado el 17 de Abril de 2018, de <http://www.un.org/spanish/waterforlifedecade/quality.shtml>
  30. Orozco Barrenetxea, C., Pérez Serrano, A., González Delgado, M., Rodríguez Vidal, F., & Alfayate Blanco, J. (2011). *Contaminación Ambiental. Una visión desde*. España: Thomson.
  31. PNUMA, Programa de las Naciones Unidas para el Medio Ambiente. (2015). *Good Practices for Regulating Wastewater Treatment: Legislation, Policies and Standards*. Londres: UNEP (United Nations Environment Programme).
  32. *Portal profesional del medio ambiente*. (3 de Mayo de 2018). Obtenido de [ambientum.com](http://www.ambientum.com):  
[http://www.ambientum.com/enciclopedia\\_medioambiental/aguas/Virus.asp#](http://www.ambientum.com/enciclopedia_medioambiental/aguas/Virus.asp#)
  33. Ramalho, R. (1977). *Introduction to Wastewater Treatment Processes*. London: Academic Press, Inc.
  34. Raschid-Sally, L., & Jayakody, P. (2008). *Drivers and Characteristics of Wastewater Agriculture in Developing Countries: Results from a Global Assessment*. Colombo: Instituto Internacional de Gestión de Recursos Hídricos (IWMI).
  35. Real Decreto 509/1996. (1996 de Marzo de 29). *Boletín Oficial del Estado*(77), págs. 12038-12041.
  36. Ren, J., & Wang, R. (2011). Preparation of Polymeric Membranes. En L. Wang, J. Chen, Y. Hung, & N. Shammas, *Membrane and Desalination*



- 
- Technologies. Handbook of Environmental Engineering* (Vol. 13). Totowa, NJ: Human Press. doi:[https://doi.org/10.1007/978-1-59745-278-6\\_2](https://doi.org/10.1007/978-1-59745-278-6_2)
37. *Revista Ambientum*. (junio de 2002). Obtenido de Clasificación de aguas residuales:  
[http://www.ambientum.com/revista/2002\\_22/CLSFFCCNG1\\_imprimir.htm](http://www.ambientum.com/revista/2002_22/CLSFFCCNG1_imprimir.htm)
  38. Ripperger, S., & Altmann, J. (2002). Crossflow microfiltration – state of the art. *Separation and Purification Technology*(26), 19-31.
  39. Sans, R., & Ribas, J. (2004). *Impacto Ambiental. Contaminación y tratamientos*. Barcelona, España: Alfaomega-Marcombo.
  40. Schirg, P. G. (2001). *Introducción a la teoría y práctica de la técnica de membranas*. Recuperado el 03 de Octubre de 2018, de <https://www.ps-prozesstechnik.com/>
  41. Secretaría del Medio Ambiente y Recursos Naturales. (1997). Norma Oficial Mexicana NOM-003-SEMARNAT-1997. *Diario Oficial de la Federación*.
  42. Secretariado Alianza por el Agua / Ecología y Desarrollo. (s.f.). *Manual de depuración de aguas residuales*. Obtenido de Alianza por el agua:  
<http://alianzaporelagua.org/documentos/MONOGRAFICO3.pdf>
  43. Shi, X., Tal, G., P. Hankins, N., & Gitis, V. (2014). Fouling and cleaning of ultrafiltration membranes: A review. *Journal of Water Process Engineering*(1), 121-138.
  44. Universidad de Salamanca. (s.f.). *Aula Virtual del agua*. Recuperado el 4 de Mayo de 2018, de [http://aulavirtual.usal.es/aulavirtual/demos/simulacion/modulos/curso/uni\\_03/u3c3s6.htm#Anchor1](http://aulavirtual.usal.es/aulavirtual/demos/simulacion/modulos/curso/uni_03/u3c3s6.htm#Anchor1)
  45. Universidad de Salamanca. (s.f.). *Aula Virtual del agua*. Recuperado el 4 de mayo de 2018, de [http://aulavirtual.usal.es/aulavirtual/demos/simulacion/modulos/curso/uni\\_03/U3C3S7.htm](http://aulavirtual.usal.es/aulavirtual/demos/simulacion/modulos/curso/uni_03/U3C3S7.htm)
  46. Universidad de Salamanca. (s.f.). *Centro de investigación y desarrollo tecnológico del agua (CIDTA)*. Recuperado el 6 de Mayo de 2018, de <http://cidta.usal.es/cursos/ETAP/modulos/libros/Caracteristicas.PDF>
  47. Universidad del Valle. (s.f.). *Biblioteca virtual de desarrollo sostenible y salud ambiental*. Recuperado el 5 de Mayo de 2018, de BVSDE:  
<http://www.bvsde.paho.org/bvsaar/e/fulltext/gestion/conceptos.pdf>
  48. UN-WATER. (2017). *Informe Mundial sobre el Desarrollo de los Recursos Hídricos 2017*.
-



- 
49. Valdez, E., & Vázquez González, A. (2003). *Ingeniería de los Sistemas de Tratamiento y Disposición de Aguas Residuales*. Ciudad de México: Fundación ICA.
  50. Vázquez González, A., & Valdez, E. (1994). *Impacto Ambiental*. Ciudad de México: Publicación del Instituto Mexicano de Tecnología del Agua.
  51. Vera, L., González, E., Díaz, O., & Delgado, S. (2014). • Application of a backwashing strategy based on transmembrane pressure set-point in a tertiary submerged membrane bioreactor. *Journal of Membrane Science*(470), 504-512.
  52. WWAP, Programa Mundial de Evaluación de los Recursos Hídricos de las Naciones Unidas. (2017). *Informe Mundial de las Naciones Unidas sobre el Desarrollo de los Recursos Hídricos 2017. Aguas residuales: un recurso desaprovechado*. Paris, Francia: Organización de las Naciones Unidas para la Educación, la Ciencia y la Cultura.
  53. Zsirai, T., Buzatu, P., Aerts, P., & Judd, S. (2012). Efficacy of relaxation, backflushing, chemical cleaning and clogging removal for an immersed hollow fibre membrane bioreactor. *Water Research*(46), 4499-4507.
  54. (17 de Marzo de 2018). Obtenido de Sitio Web Organización de Naciones Unidas: <http://www.un.org/es/sections/issues-depth/water/index.html>



## 11. Anexo



The Organizing Committee certifies the participation of

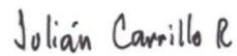
S.A. García-González, G. Luna-Manuel and A. Durán-Moreno

presenting the work

*Evaluation of microfiltration process by hollow fiber membranes in secondary effluent treatment*

in oral mode

Within the **1st. Latin American and the Caribbean Young Water Professionals Conference**, held from November 5 to 9, 2018, in the Santiago de Querétaro



Dr. Julián Carrillo Reyes  
Conference chair



Dr. Iván Moreno Andrade  
Coordinator Scientific Committee

Santiago de Querétaro, Mexico; November 9, 2018



## Evaluation of microfiltration process by hollow fiber membranes in secondary effluent treatment

S. A., García-González\*, G. Luna-Manuel\*\*, A. Durán-Moreno\*\*\*

\*, \*\*, \*\*\*Facultad de Química, Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM), laboratorio 301 edificio "E", Ciudad universitaria, Cp.04510, México, Ciudad de México, Tel.: 015556225293 – Fax: 015556225303, E-mails: *cheko29@hotmail.com\**, *gris.luna95@hotmail.com\*\**, *alfdur@unam.mx\*\*\**

### Abstract

The objective of this work was to evaluate the microfiltration of a reclaimed wastewater. It was carried out with a hollow fiber membrane module (The KrosFlo Tangential Flow Filtration System (TFF) of Spectrum Labs). It was operated with a tangential flow, in order to reduce cake formation and it maintain at a low level. Two variables were evaluated: the feed flow generated by a peristaltic pump and the opening of the control valve for the recirculation of the retentate. Both conditions were determined at the beginning of each filtration test and were kept constant. Therefore, they were determined the conditions in which an adequate permeate flow was obtained such that it did not generate a considerable increase in transmembrane pressure (TMP), caused by cake build-up on the surface of the membrane. Due to this, it worked with low (10-100 mL/min) and high (100-250 mL/min) feed flows, obtaining that at higher flows there is less variation of the TMP, compared with it that was observed at low flows, caused by a higher shear rate, and this allows the fluid to "sweep" with the encrusting particles of the membrane; as well as, chemical cleaning for the final wash after each filtration test.

### Keywords

microfiltration, hollow fiber module, shear rate, tangential flow filtration, transmembrane pressure

## INTRODUCTION

Microfiltration (MF) is a pressure-driven membrane process for the separation of fine particles, microorganisms and emulsion droplets. The membranes have a microporous structure which separates fine particles with a size in range of 0.02 – 20  $\mu\text{m}$ , and they are characterized by being permanently selective, since they are more permeable to the constituents that pass through it (permeate) than those that are rejected by it (retentate) (Judd, 2006).

Hollow fiber modules have become ubiquitous not only due to their low manufacturing cost and simple handling but also for their high membrane area per unit volume of module, compared to other membrane configurations. Moreover, due to their low aspect-ratio hollow fiber membranes offer high mechanical strength and backwashing capability at low module energy costs, compared to alternatives such as plate-and-frame, spiral wound or tubular membranes (Günther, et al., 2012). Hollow fiber membrane modules can provide an extremely high filtration area mainly because of the high packing density of low-diameter hollow fibers. The main disadvantages of these processes is the membrane fouling by the continuous accumulation of the filtered impurities onto the membrane surface (filter cake) and pores (Kalboussi, et al., 2017). Different fouling mechanisms, such as adsorption, pore blocking and cake or gel formation (Shi, Tal, P. Hankins, & Gitis, 2014), are responsible of the flux decline at constant transmembrane pressure (TMP) or the increase of the TMP at a constant flux.

The crossflow microfiltration is an operation mode, in which the fluid to be filtered flows parallel to the membrane surface and permeates through the membrane due to a pressure difference. The crossflow reduces the formation of a filter cake and keeps it at a low level. So, it is possible to get a quasi-steady filtrate flow for a long time (Ripperger & Altmann, 2002). The term "fouling" includes different processes, such as adsorption of macromolecules on the membrane surface or within the



pores, and the formation of a filter cake-layer. To limit the build-up of a cake layer, backwashing or membrane cleaning are commonly applied. (Huisma, Elzo, Middelink, & Trägardh, 1998). Reversibility is a defining characteristic of fouling. Many researches distinguish reversible and irreversible fouling, based on their relative resistance to cleaning (Kimura, Hane, Watanabe, Amy, & Ohkuma, 2004). Reversible fouling is the type that can be removed easily with certain cleaning methods, while irreversible fouling still remains after the cleaning. The part of fouling that cannot be cleaned by hydraulic means is termed as hydraulically irreversible fouling. Similarly, that left over after chemical cleaning can be named chemically irreversible fouling (Shi, Tal, P. Hankins, & Gitis, 2014). Backwashing (also called backflushing) has been found to successfully remove most of the reversible fouling due to pore blocking, and partially dislodge loosely attached sludge cake from the membrane surface. In some cases, clogging near the membrane surface may also be partially loosened or removed by backwashing. Key parameters in the design of backwashing are its frequency, duration, the ratio between those two parameters and its intensity. However, backwashing effectiveness tend to decrease with operation time as more irreversible fouling accumulates on the membrane surface. Therefore, in addition to the physical cleaning strategies, different types/intensities of chemical cleaning may also be recommended ( Le-Clech, Chen, & A.G. Fane, 2006). While chemical cleaning removes material called irreversible fouling (Judd, 2006). Furthermore, application of shear are have used to prevent fouling of the membrane or to remove accumulated material. (Günther, et al., 2012)

For this reason, the aim of this study is to evaluate the influence of feed flow and the recirculation flow (retentate) in variables such as TMP, flux or shear rate; as well as, the application of physical and chemical cleaning for the preservation of the state of the membrane; in order to achieve an optimal operation of the microfiltration process.

## METHODS AND MATERIALS

The KrosFlo Tangential Flow Filtration System (TFF) of Spectrum Labs consists of a peristaltic pump with a digital pressure monitor, a pipe arrangement with 3 pressure transducers in: the feed, the permeate and the retentate (Figure 1.A). The feed sample container that was implemented fulfilled the function of maintaining the level of process deposit, since it fed the treated wastewater continuously. The membrane used is a hollow fiber module for microfiltration Spectrum Labs, where the pore size of the fibers is 0.20  $\mu\text{m}$ , and length of 10 cm (8.8 cm from inlet to outlet).

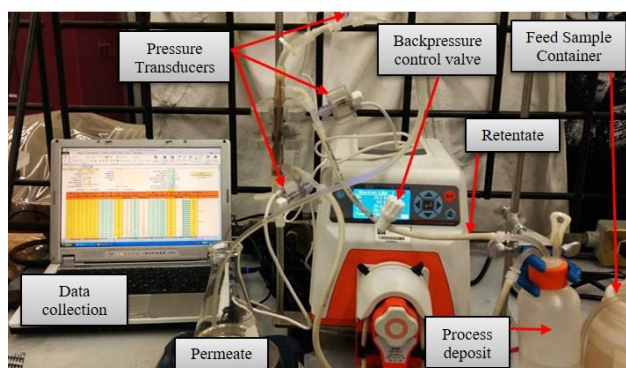


Figure 1. A) Tangential flow microfiltration (TFF) KrosFlo module from Spectrum Labs.

*Membrane integrity test.* An integrity test of the membrane was carried out, before using it, in order to check if there was a leak or if any of the fibers had were broken. The integrity test consisted of closing the outlets of permeate and retentate, and then powered pump to reach a pressure of about 5 psi, at which point the pump stopped; If the pressure value reached had decreased more than 0.5 psi/min, the system had to be checked for leaks.

*Water permeability test.* It consisted in measuring the speed of the flow through the membrane, permeated, in a certain time. To do this, distilled water was passed through the membrane with a flow of 10-15 ml / min for 20 minutes, before beginning the filtration process. The permeate fluxes were measured every 2 minutes. These results were recorded and represented in a graph of Flux vs. TMP

*Operation of the pump.* Subsequently, the pump was operated with a gradual increase in feed flow, from 5 ml / min to the desired flow, so that the fluid flowed through the system and the transmembrane pressure did not increase more than normal before opening the permeate valve, and subsequently the retentate valve was opened partially (back pressure control valve) to release the transmembrane



pressure due to the recirculation of the retentate to the sample addition tank. This opening was kept constant throughout the operation of the membrane and was assigned depending on the feed flow; a greater flow, larger aperture. The test data were recorded in the Excel sheet "TFF Trial Template" (software provided by Spectrum Labs). The data of transmembrane pressure and flux, indicated in the table and in the graph of TMP vs. TIME, were analyzed mainly.

*Optimum operation flow.* Tests were performed on different openings of the backpressure valve in different feed flows and by analyzing the data, we were sought to determine the optimum operation flow. The optimum operation flow was the condition in which it was possible to filter a greater amount of permeate than in other tests, taking into account that the transmembrane pressure was not close to the set limit pressure, which was 20 psi. The operating flows that were used were at low (10-100 mL/min) and high (100-250 mL/min) feed flows.

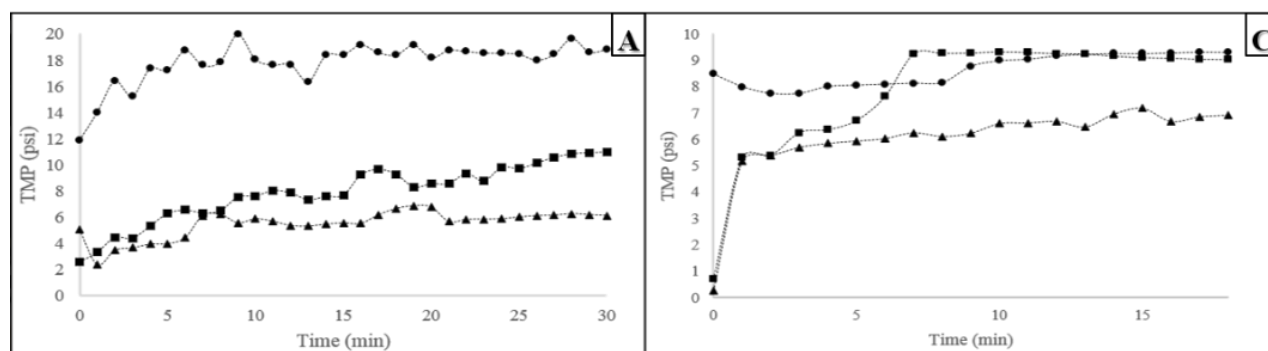
*Application of physical cleaning: backwashing.* Once determined the optimum operation flow, which was 250 mL / min, proceeded to filtration long times to evaluate the behavior of TMP and based on this, determining the moment of the application of backwashing. Different runs were performed varying the time between each backwash, as well as the time and flow in each backwash.

*Application of chemical cleaning.* After backwash at the end of the test, a chemical wash was carried out with a solution of 40% isopropyl alcohol and rinsed with distilled water. This, in order that the initial conditions of each test at different feed flows were the same and to check the condition of the membrane, permeability tests were performed.

*Characterization of the feeding and permeate sample.* After having determined all the previous points, the characterization of the sample of treated wastewater, used as feed, as well as the effluent of the membrane, was carried out by analytical test: total Kjeldahl nitrogen, fats and oils, TSS, and turbidity by Standard Methods (E. Greenberg, S. Cleacerd, & D. Labon, 1992).

## RESULTS AND DISCUSSION

Figures 2A and 2C show the variations of TMP with respect to time for low and high feed flows, respectively. At low flows, such as 40 or 60 mL/min, the TMP gradually increased as time passed until the maximum TMP was reached, which varied depending on the flow used, and at this point a backwash was applied; whereas if the feed flow is greater, the TMP begins to have a constant behavior over time, as is shown most clearly in the high flows. This occurs because at high flow rates, the shear rate ( $\gamma$ ) is greater, for example, at a flow of 60 mL/min,  $\gamma=105 \text{ s}^{-1}$  while at 180 mL/min,  $\gamma=319 \text{ s}^{-1}$ ; shear rate higher decreased fouling rate in the membrane because this acts as a sweep of the fouling particles on the surface of the membrane. In Figures 1B and 1D, they show flux variations through the membrane, which worked at an average flux of 14 LMH depending on the feed flow. In turn, for low flows such as 40 mL/min, flux varied more (7 to 12 LMH) than for high flows such as 250 mL/min (13 to 15 LMH).



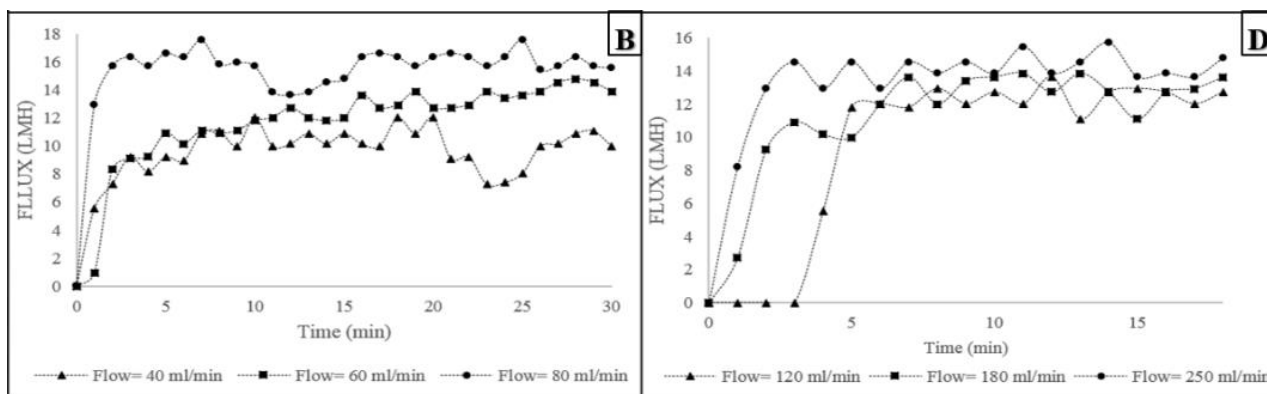


Figure 2. A) and C), TMP vs Time for low and high flows, respectively. B) and D), FLUX vs Time for low and high flows, respectively.

According to the observed results, it was opted to work with a high feed flow because it generated a higher shear rate, which prevents membrane fouling or eliminates the accumulated material; consequently, a constant regime of the TMP is reached.

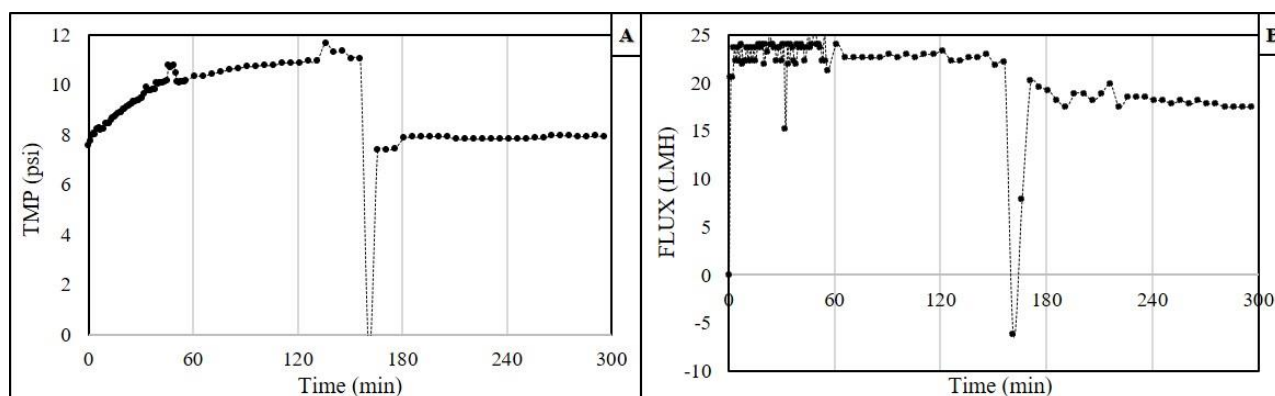


Figure 3. A) TMP vs Time and B) FLUX vs Time, for flow of 250 mL/min for 5 hours

It worked with a flow of 250 mL/min, using a backpressure valve opening of 2.7, for longer times; the TMP under these conditions for 5 hours is shown in Figure 3A, initially increases of the TMP are observed, this increase in TMP is indicative that the thickness of the cake increased (Huisma, Elzo, Middelenk, & Trägardh, 1998). The backwash was applied approximately 160 min because an oscillation of the TMP began to appear. Before backwashing the TMP was 11.06 psi, and after this, the TMP decreased to 7.40 psi. Figure 3B shows the behavior of Flux over time, initially the flux is approximately 24 LMH and decrease until 22 LMH before backwashing; subsequently, in addition to TMP's decreasing, the flux was also lower after the backwash. This decrease in flow is due to the accumulation of retained material in the form of a cake or a precipitate on the surface of the membrane or by adsorption within the pores of the membrane that increases the resistance to filtration of the membrane (Günthera, et al., 2005).

The flux determines the rate of decrease in permeability (or the increase in TMP), it also determines the period between physical cleaning (backwash), that is, the time of the physical cleaning cycle (Judd, 2006). Therefore, it was proposed to perform the backwash in a set period of time, as shown below.

Figure 4 shows the behavior of TMP and flux versus time, 4A and 4B respectively, for filtration at a feed flow of 250 mL/min and backwashing approximately every 45 minutes, backwashing was done for 1 min at a flow of 10 mL/min. Figure 4A shows that the TMP increases progressively before the first backwash, which is when there is a point of inflection. After the first backwash, the TMP





decreases more significantly; while after the second backwash, the TMP returns to be practically the same before the second backwash, with this behavior it is demonstrated that the membrane have fouled, which led to that decrease in permeability (James Smith, Vigneswaran, Hao Ngo, Ben-Aim, & Nguyen, 2006). The better results are obtained when using high backwash flows for a short time than using low backwash flows for longer times (Zsirai, Buzatu, Aerts, & Judd, 2012)

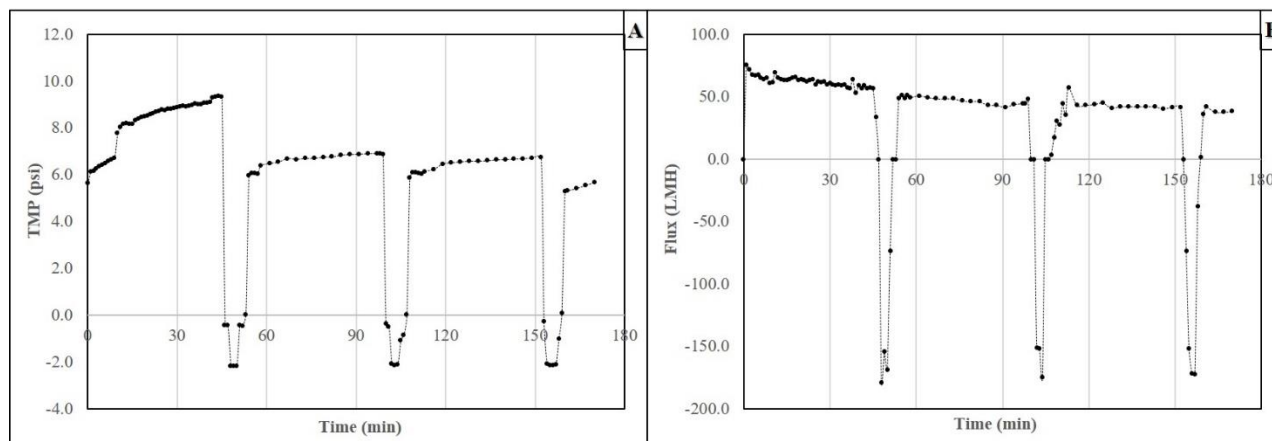


Figure 4. A) TMP vs Time and B) FLUX vs Time, for flow of 250 mL/min with backwashing every 45 minutes.

In regard to the behavior of the flux, in Figure 4B, it decreases as time passes, and after a backwash the flux in the same way continues to decrease. This behavior is explained because of the permeability of the membrane decreases as time passes. Another notable fact that the flux is decreasing caused by decreased permeability, is that only can be made a finite number of backwashings.

Table 1 shows the characterization of the permeate used in the backwash process. At each backwash, there was a greater amount of TSS and turbidity in the permeate that passed through the membrane fibers, indicating that increasing amounts on the surface of the membrane is retained, these solids probably begin to clog the pores of the membrane, making it more selective, that is, which prevents further passage through it.

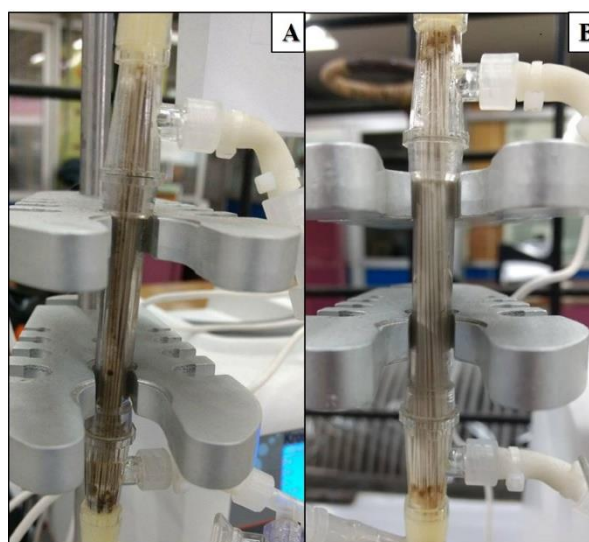


Figure 5. Membrane before (A) and after (B) chemical cleaning.

Table 1. Permeate characterization of backwashings

| Backwash | Turbidity<br>[NTU] | TSS<br>[mg/L] |
|----------|--------------------|---------------|
| 1°       | 9.02               | 0.052         |
| 2°       | 10.4               | 0.06          |
| 3°       | 11.1               | 0.092         |
| Permeate | 0.23               | 0             |



Figure 5 shows the membrane before and after the chemical cleaning process, in which it is distinguished that afterwards there are no solids on the surface of the membrane.

Table 2. Characterization results

| Parameter                 | Inffluent | Effluent | Typical values <sup>A</sup><br>(High/Medium/Low concentration) |        |     |
|---------------------------|-----------|----------|--|--------|-----|
|                           |           |          | High   | Medium | Low |
| Amoniacal Nitrogen (mg/L) | 1.60      | 1.28     | 50   | 25     | 12  |
| Fat ans oils (mg/L)       | 118.2     | 60.4     | 150  | 100    | 50  |
| TSS (mg/L)                | 186       | 0        | 350  | 220    | 100 |
| NTU                       | 68.53     | 0.23     | -  | -      | -   |

<sup>A</sup> Typical concentration values for municipal wastewater. Source: Hernández, A. (2000), "Manual of Uralita purification", Thomson Learning, Spain. p. 15.



Figure 6. Water treated before (left) and after (right) the microfiltration process.

Figure 6 shows a qualitative comparison between water before and after microfiltration, where the permeate sample obtained has a turbidity value of 0.23 NTU, while the effluent is 68.53 NTU, as shown in Table 2. These results are also reflected in the SST, which decreased from 186 mg/L to 0 mg/L, after treating the water by microfiltration. Therefore, it complies with the maximum permissible limits of TSS in NOM-003-ECOL-1997, which are 20 and 30 mg/L for direct and indirect contact, respectively. These values comply with the WHO (World Health Organization), where the turbidity of water for human consumption must not exceed 2 NTU in any case, and

ideally be below 1 NTU; while for water treatment plants with filtering systems, for human consumption, they must ensure that the turbidity does not exceed 1 NTU (0.6 NTU for conventional or direct filtration).

In Table 2, the results of Ammoniacal Nitrogen are also shown, which was 1.60 mg/L for the membrane influent; while for the sample treated by membranes it was 1.28 mg/L. According to these results, a considerable amount of ammonia nitrogen didn't decrease, but it is much lower than the typical values of low concentration of ammoniacal nitrogen for municipal wastewater, which are 12 mg/L. Also, in the influent a concentration of 115 mg/L of fats was obtained; and with the treatment of membranes, it decreased to almost half, 60 mg/L.

## CONCLUSIONS

Several operation tests had to be carried out at different flows and opening of the backpressure valve in order to better understand the operation of the system, as well as to determine the conditions of operation for the membrane (Flow of 250 mL/min with a valve opening of 2.7). Under these conditions, a shear rate of approximately  $319 \text{ s}^{-1}$  was presented, which contributed to regulate the membrane fouling, improving the "sweep" on the membrane surface caused in the first instance by the tangential flow used. Therefore, it was possible to determine the control and care of a hollow fiber membrane module, with the aim of being able to operate stably, without a rapid clogging of the membrane due to the constant decrease of the reversible fouling that occurs regularly on the membrane surface. In parallel, the most appropriate way to preserve the membrane was determined, using backwash cycles during the filtration process every certain time, as well as a subsequent chemical wash and rinse with waste water. The TMP values reached after the backwashes were lower



due to the decrease in solids on the surface of the membrane (reversible fouling).

## ACKNOWLEDGEMENTS

The authors acknowledge the financial support for this research from the Dirección General de Asuntos del Personal Académico (DGAPA, PAPIIT-IT/102118) of the Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM).

## REFERENCES

1. Le-Clech, P., Chen, V., & A.G. Fane, T. (2006). Fouling in membrane bioreactors used in wastewater treatment. *Journal of Membrane Science*(284), 17–53.
2. Cui, Z., Wang, J., Zhang, H., Song, L., Jia, H., Yang, G., & Gao, F. (2018). Influence of selective permeation of backwashing solution on the cleaning effectiveness in hollow fiber system. *Journal of Membrane Science*(546), 139-150.
3. Günther, J., Hobbs, D., Albasi, C., Lafforgue, C., Cockx, A., & Schmitz, P. (2012). Modeling the effect of packing density on filtration performances in hollow fiber microfiltration module: A spatial study of cake growth. *Journal of Membrane Science*(389), 126-136.
4. Günther, J., Hobbs, D., Albasi, C., Lafforgue, C., Cockx, A., & Schmitz, P. (2005). Modeling of flux decline in crossflow microfiltration using neural networks: the case of phosphate removal. *Journal of Membrane Science*, 53-62.
5. Huisma, I., Elzo, D., Middelink, E., & Trägårdh, A. (1998). Properties of the cake layer formed during crossflow microfiltration. *Colloids and Surfaces*, 265-281.
6. James Smith, P., Vigneswaran, S., Hao Ngo, H., Ben-Aim, R., & Nguyen, H. (2006). A new approach to backwash initiation in membrane systems. *Journal of membrane Science*, 381-389.
7. Judd, S. (2006). *The MBR Book*. Gran Bretaña: Elsevier.
8. Kalboussi, N., Rapaport, A., Bayen, T., Ben Amar, N., Ellouze, F., & Harmand, J. (2017). Optimal control of a membrane filtration system. *International Federation of Automatic Control (IFAC)* (pp. 8704-8709). Elsevier.
9. Kimura, K., Hane, Y., Watanabe, Y., Amy, G., & Ohkuma, N. (2004). Irreversible membrane foulign during ultrafiltration of surface water. *Water Research*(38), 3431–3441.
10. Ripperger, S., & Altmann, J. (2002). Crossflow microfiltration – state of the art. *Separation and Purification Technology*(26), 19-31.
11. Shi, X., Tal, G., P. Hankins, N., & Gitis, V. (2014). Fouling and cleaning of ultrafiltration membranes: A review. *Journal of Water Process Engineering*(1), 121-138.
12. Zsirai, T., Buzatu, P., Aerts, P., & Judd, S. (2012). Efficacy of relaxation, backflushing, chemical cleaning and clogging removal for an immersed hollow fibre membrane bioreactor. *Water Research*(46), 4499-4507.