TESIS DOCTORAL JOSÉ MANUEL POYATOS CAPILLA

BIORREACTORES DE MEMBRANA APLICADOS AL TRATAMIENTO DE AGUAS RESIDUALES URBANAS Y SU INFLUENCIA EN LA CALIDAD DEL AGUA TRATADA

UNIVERSIDAD DE GRANADA

DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA CIVIL INSTITUTO DEL AGUA (GRUPO MITA)

GRANADA, MARZO 2007

Editor: Editorial de la Universidad de Granada Autor: José Manuel Poyatos Capilla D.L.: Gr. 346 - 2007 ISBN: 978-84-338-4249-7

UNIVERSIDAD DE GRANADA

DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA CIVIL INSTITUTO DEL AGUA

BIORREACTORES DE MEMBRANA APLICADOS AL TRATAMIENTO DE AGUAS Residuales urbanas y su influencia En la calidad del agua tratada

JOSÉ MANUEL POYATOS CAPILLA

TESIS DOCTORAL

Para la obtención del GRADO DE DOCTOR (Doctorado Europeo) POR LA UNIVERSIDAD DE GRANADA

> Director: ERNESTO HONTORIA GARCÍA

> > GRANADA, MARZO 2007

UNIVERSIDAD DE GRANADA

DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA CIVIL INSTITUTO DEL AGUA

BIORREACTORES DE MEMBRANA APLICADOS AL TRATAMIENTO DE AGUAS RESIDUALES URBANAS Y SU INFLUENCIA EN LA CALIDAD DEL AGUA TRATADA

Memoria presentada por D. José Manuel Poyatos Capilla para aspirar al grado de Doctor por la Universidad de Granada.

Fdo. D. José Manuel Poyatos Capilla

Director:

Fdo. D. Ernesto Hontoria García

Granada, 2007

TRIBUNAL DE TESIS

PRESIDENTE

SECRETARIO

Fdo.

Fdo.

VOCAL 1

VOCAL 2

VOCAL 3

Fdo.

Fdo.

Fdo.

Este Trabajo ha estado financiado por el ministerio de educación y ciencia a cargo del proyecto I+D+i, REN2002-04293-C02, y por el plan nacional de formación de personal investigador, con referencia de la beca BES-2003-1639, Además con la colaboración de la empresa EMASAGRA.

AGRADECIMIENTOS

Para remarcar que la tesis no es sólo el esfuerzo de una persona sino de todo el mundo que le rodea, me gustaría hacer los siguientes agradecimientos:

En primer lugar agradecer al otro gran responsable de que esta tesis se haya realizado, D. Ernesto Hontoria García mi director de tesis, el cual me ha guiado a lo largo de estos años no sólo en la faceta investigadora sino también en lo personal, al ser un proyecto coordinado, tampoco hubiese sido posible sin la participación del otro director D. Jesús González que conjuntamente tomaron las decisiones oportunas para llevar a termino la investigación. Por otro lado a D. Simon Judd la satisfacción de incorporarme en su grupo de investigación y completar con él parte del trabajo realizado.

También quiero recordar aquí a Marisa que ha sido mi compañera de proyecto y amiga que me ha tenido que aguantar en los buenos y en los malos ratos a lo largo de estos cuatro años; mencionar a Almudena y Antonia que han sido mis compañeras de laboratorio en gran parte de la tesis y por supuesto amigas, a Bernabé nuestro técnico de laboratorio por su apoyo incondicional y a las últimas incorporaciones como son Juan Carlos y Juan. Dedicar aquí unas líneas a los profesores del departamento, a Begoña por ser una excelente persona y gran amiga; a Miguel Ángel, que gracias a mis discusiones científicas con él en los pasillos a hecho que vea la ciencia desde diversos puntos de vista; a Ángel por aconsejarme y aguantarme; a Montse y a Paco por atenderme y ayudarme cuando lo he necesitado, y en general al resto del departamento de ingeniería civil; tampoco quisiera olvidarme del resto de becarios y profesores del instituto del agua por haber resuelto mis dudas cuando fue necesario. Agradecer al personal de la depuradora de aguas residuales, Puente de los Vados, por ayudarme siempre que se lo he pedido, en especial a José Luís Martín, por solucionarme en más de una ocasión mis problemas técnicos.

Por supuesto agradecer a mis amigos Félix, Migue, Alberto, Víctor, el estar conmigo y apoyarme casi desde que me acuerdo; a Juanjo, David y José el ser tres excelentes personas y grandes amigos míos, a Mari Carmen y Rubén por además de amigos compartir conmigo muchísimas comidas en las cuales me han asesorado en el mundo de las membranas y a muchos otros amigos que aunque no los nombre también los llevo dentro de mi corazón.

Agradecer a José Luís, su especial colaboración y asesoramiento en mis dudas lingüísticas y como no a Maria Dolores por recibirme en su casa siempre como si fuera uno más de la familia.

Y como no a mi familia: a mi padre José, a mi madre Rosario, a mi hermana, a mi sobrino, a mi cuñado y en general al resto de mi familia que han hecho a lo largo de los años que sea como soy y lo que soy.

Y por fin quisiera tener un agradeciendo especial a Maria del Mar, por estar conmigo los últimos años, por comprenderme y ayudarme y por hacerme entender lo que es querer estar con alguien para siempre.

A María del Mar A mis Padres

ABSTRACT

<u>MEMBRANE BIOREACTORS APPLIED TO URBAN</u> WASTEWATER TREATMENT AND THEIR INFLUENCE ON <u>TREATED WATER QUALITY</u>

INDEX

1. INTRODUCTIONII
2. MATERIALS AND METHODS IV
2.1. MEMBRANE BIOREACTOR PILOT-PLANT USED IN GRANADA
3. RESULTS AND DISCUSSIONXII
3.1. EXPERIMENTAL RELATIONSHIP BETWEEN THE MSLL AND THE AIR VOLUME NEEDED TO MAINTAIN THE IDEAL OXIC CONDITIONS IN THE MEMBRANE-BIOREACTOR PROCESS
4. CONCLUSIONS
4.1 COMPARATIVE conclusions. XXXII 4.2 ORIGINAL CONTRIBUTIONS XXXIII 4.3 Recommendations XXXIV

1. INTRODUCTION

Although conventional activated sludge processes (CASPs) have established their efficiency in removing contamination from sewage waters, technical developments nevertheless require new technologies better adapted to the elimination of contaminants, thus enabling the effluent to reach an acceptable quality for the direct re-use of the wastewater. The adaptability of membrane bioreactor (MBR) systems enable the possibility of the latter to adjust to an activated sludge previously present, thereby increasing the volume loading rate of the influent and/or the load that current treatment plants accommodate (Côté et al., 2004) In this sense, growing municipalities could resolve the problems of the intake capacity of wastewater-treatment plants becoming too small for the estimated population growth. Additionally, the space required for new plants applying the MBR systems would be much smaller than for an activated-sludge plant; moreover, this wastewater-treatment technology produces a permeate useful for direct re-use.

Ever since research on MBR thechnology began over 30 years ago (Stephenson et al., 2002), ultrafiltration as a replacement for sedimentation in the activated-sludge process was first described by Smith (1969). Since then the advance of the MBR technology has been notable, and today large companies commercialize membrane biorreactors with sheet membranes, such as Kubota, Brightwater Engineering, Colloide Engeneering Systems, Huber Technology, Toray Industries; meanwhile, other companies as Zenon Enviromental, Mitsubishi Rayon Engineering, Memcor, Koch Membrana Systems-PURON[®], Asahi Chemicals Corporation, ITT industries, produce hollow-fibre membranes (Judd, 2006).

Furthermore, the possibility of adapting the existing plants to MBR technology will provide an effluent with high quality for the direct re-use (Yang W. et al, 2006), the CASP approach would require tertiary filtration to produce water that can be directly reused (Côté et al., 2004).

Below a summary concerning the MBR behaviour is provided, together with a report on current research.

Removal of Microorganisms

The re-use of treated wastewater is limited due to the prevailing presence of pathogenic microorganisms. That is, even after physical and biological water-treatment processes, pathogens primarily of faecal origin, survive these processes unharmed. Nevertheless, one of the most efficient pathogen-removal processes is the use of membrane filtration. In this sense, MBRs are capable of reducing the number of pathogens since the ultrafiltration membrane incorporated has the capacity to retain bacteria and some types of viruses.

Several studies have proved the efficiency in the removal of faecal coliforms of the MBR systems using microfiltration membranes (Melin et al., 2006). Moreover, other

studies have demonstrated an efficiency of 98% in virus removal by microfiltration MBR system (Wen et al., 2004), These systems have also been shown to efficiently decrease viruses that can be detected in the biofilm formed in the membrane (Chiemchaisri et al., 1992).

Nutrient removal

Nitrification-denitrification processes have been reported as being highly effective for nitrogen removal in effluents with high levels of nitrogenous compounds, e.g. pig excrement (Mahne, et al., 1996). However, sometimes methane and acetic acid must be supplemented to favour denitrification in the nitrification-denitrification process at the bench scale (Ghyoot et al., 1999). In this context, Mansell and Shoroeder (1996) reported biological denitrification process in MBR systems.

Sludge Production

Excess sludge treatment and disposal currently present a rising challenge for wastewater treatment plants due to economic, environmental, and regulatory factors. It is important to explore and develop strategies and technologies for reducing sludge production, based on biological wastewater treatment. The MBR treatment results in less sludge production (Malfeito et al., 2003; Wei et al., 2003) and, furthermore, with MBR technology it is possible to work with sludge-retention time (SRT) and hydraulic-retention time (HRT) independently (Melin et al., 2006).

According to a previous study, when the MLSS concentration is increased, there is less sludge production but the oxygen transference decreases and consequently more air becomes necessary (Lübbeck et al., 1995).

Membrane fouling

The membrane fouling in the MBR is due to interaction between the biofluid and the membrane. As soon as the membrane makes contact with the biological suspension, a deposition of biosolids is produced, resulting in and a flux drop. The fouling due to the biofilm formed in the membrane surface can be solved by physical cleaning with periodical blackwashes, whereas, when the fouling is due to adsorption matter into the membrane pores or the block of the membrane pores, the fouling is irrecoverable and a chemical cleaning becomes necessary. Furthermore membrane use over the time results in a unrecoverable fouling for loss of membrane permeability (Chang et al., 2002).

In this context Defrance L. et al (2000) concluded that the fouling process is due mainly to the mixed solids suspended in the liquor and to the colloids.

Several studies have demonstrated that the soluble fraction in the MLSS have prime importance in the membrane-fouling process, the colloids contribution to the membrane fouling and the soluble fraction of the MLSS reaching 75% while the rest (25%) is associated to the suspended solids (Bouhabila et al., 2001). Also, is another study

reports that the contribution of the soluble products to the membrane fouling can reach 50% (Wisniewski and Grasmick, 1998).

There is evidence that when the tangential flux is used, major membrane fouling results, so that chemical cleaning frequently needed (Al-Malac et al., 1996). Furthermore, the main effect of the membrane fouling in the membrane biorreactor is reportedly the flux speed in the systems (Tardieu et al., 1998, Defrance and Jaffrin, 1999).

2. MATERIALS AND METHODS

A previous study in Haría (Lanzarote, Spain), before making the pilot plant with a MBR reported on the capacity of organic-matter removal from the MBR systems, after a pilot plan was made in Granada.

2.1. MEMBRANE BIOREACTOR PILOT-PLANT USED IN GRANADA

The membrane (Zenon®), is composed of a polymer of polvinyl-difluoride (PVDF) containing an average pore size of 0.04μ m. The membrane is neutrally charged and hydrophilic, and, to prevent fouling, they are periodically backwashed. The membrane configuration is from the outside to the inside of the hollow-fibre; the filtrate passes to the interior of the fibre, leaving what is retained on the outside. In this way, the effluent can be treated with higher suspended-solid (S.S.) concentrations.

The main components of the system (Figure 1) are: the 224 l bioreactor; a control panel; a pressure pump; an air pump to generate a tangential aeration current to the fibre in the membrane in order to avoid fouling; and a 25 l backwash tank. The filtrate and backwash processes are controlled directly from the control panel. The system also contains an air compressor to supply the air needed to maintain the oxic conditions of the biological aerobic processes.



Figure 1. Diagram of the MBR pilot-scale plant used in the study

The pilot plant was located in the wastewater treatment plant of the city of Granada (Puente de los Vados, Granada, Spain), which receives the wastewater from the dairy industry of Granada. The influent used for the pilot plant came from the primary settling tank of the wastewater-treatment plant; the feed/input was controlled by a pressure pump for each membrane located at the outlet. The system is equipped with a level control so that the membranes are always covered with water, preventing the membranes from drying or ripping. Moreover, we have placed a level indicator to control the pressure pump.

2.1.1. Experimental procedure

The influent in the bioreactor was controlled by a level indicator connected to a feed pump. This system is controlled such that the membranes were always covered by the mixed liquor.

Once the membranes were submerged, the aspiration of the pressure pump forced the liquid in the bioreactor to pass through the ultrafiltration membrane leaving the solids retained of the biological reactor, thereby increasing the MLSS concentration gradually. When the desired concentration was achieved, the corresponding sludge vents were opened accordingly to maintain the specific conditions in the reactor. The membranes were continuously aerated with tangential air currents to avoid any organic or inorganic solids from settling on their surface. A compressor provided the adequate aerobic conditions for the process. Dissolved oxygen (DO) was monitored and controlled using a oxygen electrode (Crisol OXI 320). The pressure pump inverted the flow regularly and sent the treated water into the backwash tank towards membrane. Thus, aggregates and particles were removed from the surface membrane.

The running of the plant consisted of 10-min cycles: a cycle includes 9 min 45 sec of filtration and a 15 sec backwash cycle.

2.1.2. Sampling and analytical determinations

Physical and chemical determinations

The water samples for analytical determinations were taken every 24 h from the primary settling tank, the biological reactor and the effluent. The sample (1 L) from each assayed point was conserved at 4°C until physical and chemical analysis in the lab and analysed within 4 h of sampling.

BOD₅ and COD were determined according the APHA method (1992). The solids in suspension (SS) were determined by gravimetric methods (APHA, 1992). Nitrates were determined by ionic chromatography using a conductivity detector (Methrom®). Separation and dilution of the anions was carried out on a *Metrosep A supp5* column using a solution of carbonate/biocarbonate as eluent, and sulphuric acid as the regenerant. Turbidity was determinated by spectrophotometic method al 860 nm using a spectrophotometers He λ ios γ (ThermoSpectronic) according to Spanish regulation (UNE-EN ISO 7027:1999).

The pH was determined by a pH meter (*Crison pH 25^{\text{®}}*) and conductivity was measured by a conductivity meter (Crison CM $35^{\text{®}}$).

The true colour of the water samples was established by measuring the filtrated samples $(0.45\mu m \text{ pore size membrane})$ at three different wavelengths: 436, 525 and 620 nm, according to Spanish regulation (UNE-EN ISO 7887:1994).

The particle -size distribution (PSD) of permeate was determined using a LiQuilaz-E20 particle counter (Particle MeasuringSystems).

Microbial determination

The water samples were collected from the primary settling tank of the wastewatertreatment plant of the city of Granada,the biological reactor of the MBR system, and of the permeate. The samples were placed in sterile glass bottles (100 ml), transported to the laboratory in isothermic containers at 4 °C and analysed within 4 h of sampling.

Escherichia coli and coliphages of *E. coli* were selected as bacterial and viral indicators of faecal contamination (IFCs). The membrane-filtration procedure, following Spanish regulation (UNE-EN ISO 9308-01), was used for the quantitative analysis of faecal coliforms (*E. coli*). 10 ml of water sample were filtered through a 0.45 μ m membrane filters (Millipore) and placed in Petri dishes containing TBA medium. Petri dishes were incubated at 37 °C for 4 h and then incubated aerobically at 44.5 °C for 20 h. After this

incubation time the colonies were added with one drop of Indol reagent. Colonies with red colour were considered to be *E. coli*. The colony count for each site was calculated from the arithmetic mean of counts from three filter membranes (replicates of the same volumes).

The presence of coliphages in the influent, bioreactor, and permeate was investigated following the double-layer method (Adams, 1959), using *E. coli* ATCC 13706 as the host strain. Water samples (10 ml) were filtered through 0.45 μ m membrane filters (Millipore) to remove bacterial cells. The resulting filtrates were tested for phages. Erlenmeyer flasks containing 25 ml of TSA were steamed to liquefy the agar and adjusted to 44 °C. The filtered-water sample to be tested was supplemented with 1 ml of CaCl₂ plus 1 ml of MgCl₂ solutions, and 25 ml of the water was poured into each of four sterile Erlenmeyer flasks. One ml of the culture which had been incubated overnight was added to each flask, and the water sample and host culture of the indicator strain were sampled and then maintained at 44 °C for 3 min, before being added to flask containing TSA as bottom layer and allowed to solidify. Plates were incubated overnight at 37 °C and lytic plaques were counted.

2.2. MEMBRANE BIOREACTOR PILOT-PLANT USED IN CRANFIELD

The pilot MBR during the experiments of the phase IV is shown in Figure 2. The MBR consists of an aeration bioreactor and a vertically oriented hollow-fibre membrane module. The effective volume of bioreactor was 1.47 m^3 and the total membrane area was 20 m². The membrane module was braid-reinforced 2mm diameter polysulfone/polyethersulfone hollow fibre of sub-0.3 µm pore size. Coarse bubble aeration at the base of the module was applied on an alternating 30 s-on and 30 s-off basis. The influent was brought from the feed tank to the bioreactor by a pump controlled by a level sensor which maintained a constant level in the reactor. The permeate was extracted by a suction pump to collect into the permeate tank. The sludge retention time (SRT) ranged from 26 to 33 days.

The pilot MBR was operated at constant permeate-flux mode. A cyclic permeation mode with 10 min permeation and 30 s backflushing was generally used. The operating parameters such as permeate flow, permeation time, and backflushing interval can be set by a control panel. The changes in the permeate flow, air flow, permeate pressure and turbidity can be monitored instantaneously, and then be automatically recorded by Squirrel 800 data logger. The pilot MBR trials were carried out at the pilot plant on Cranfield campus from early April to early August, 2006 and the MBR was run continuously except during system maintenance.



Figure 2. Schematic structure of MBR in Phase IV

Type of Membrane: Braid-Reinforced Hollow Fiber

- Material of Coating Layer: Polysulfone, Polyethersulfone, PVDF
- Coating Thickness: $0.05 \sim 0.1 \text{ mm}$
- Outer Diameter: 2mm
- Inner Diameter: 0.8mm
- Pore Size: $0.05 \sim 0.3 \ \mu m$

The raw municipal wastewater, originating from Cranfield sewage works, was used as the influent after screening large suspension solids. The main characteristics were listed in Table 1.

Table 1. The characteristics of raw municipal wastewater								
Factors	Average±SD	Range						
pН	7.28±0.51	6.34-8.15						
SS (mg/L)	47.96±27.50	10-130						
COD (mg/L)	179.15±52.35	284-67						
NH ₄ -N (mg/L)	14.27±6.91	4.27-23.49						
Turbidity (NTU)	87.69±44.09	19.94-171.00						

2.2.1. Experimental procedure.

After two months without intense chemical cleaning, the fibres were taken from the original module at different positions to determine whether the fouling membrane had been the same throughout the module, or whether there was different membrane fouling in the original module. The aim was to ascertain how these different degrees of fouling affected the permeability recovery after intense chemical cleaning.

Figure 3 shows the original module division where the fibres were taken; the original module was divided into six sections per face, three in horizontal and another three in a vertical position.



Figure 3. Schematic division of the original membrane module for measuring permeably and integrity: (a) raised view of the frontal part of the original membrane module; (b)) raised view of the back part of the original membrane module; (c) main view of the position in the bioreactor original membrane module.

Modules were first prepared by taking fibres of different positions in the original membrane module; and were assembled in test modules (Figure 4) of ten fibres each 400 mm in length. The fibres were long enough to provide a reasonable total area, given that they must also be few enough in number to allow flow through each one to be visible.



Figure 4. Test module for mesuaring permeability and integrity

2.2.2. Sampling and analytical determinations

The permeability test was made with the new modules of the different part of the original module. The experimental rig (Figure 5) was designed to supply a constant head of feed water to the test module. The inner cylinder overflow was 2000 mm from the central axis of the module. Water was supplied to the header vessels by a peristaltic pump at a rate greater than the maximum throughput of the membrane fibres in the module such that the meniscus was maintained constant, with the excess returning of the header vessel. The discharge from the membrane fibres is to the atmospheric, such that the 2m hydrostatic head nominally represents the transmembrane pressure (TMP) which was constant throughout the trial.



Figure 5. Experimental rig to measure permeability and cleaning efficacy

The presure-decay test (PDT) was performed with the new modules of the different parts of the original module.

The pressure decay test (PDT) was made with the new modules comprised of the different parts of the original module. Figure 6 shows the test, which consists of applying pressure to the fibres, closing the pressure on the fibres; the pressure drop with the time is determined as well as whether the membrane will have more integrity with less pressure drop.



Figure 6. PDT Lab test equipment schematic

Figure 7 shows the experimental procedure with the permeability test, after measuring the initial permeability (Ka) with the fouling membrane; after the first chemical cleaning with 1% NaOH and 0.1%NaOCl solution, the permeability test was conducted again (Kb) and another membrane cleaning was performed continuously with 1% citric acid solution, and chemical cleaning was carried out for 2 h in a bath at 15°C.



Figure 7. Permeability experimental procedure

A similar experimental procedure was followed, measuring the membrane integrity with the PDT test between chemical-cleaning sessions.

2.3. STATISTICAL ANALYSIS

Data gathered in this study were analysed by computer-assisted statistics, using SPSS 14.0 for Windows. The least-significant difference test (LSD-test) was used to measure the differences among the selected strains for the various parameters analysed, both in the support material as well as in the effluent. An analysis of variance (ANOVA) test was used to assess the homogeneity of variance with significance level of 5% (p<0.05).

3. RESULTS AND DISCUSSION

Research was conducted in haria (lanzarote, spain) prior to the construction of the pilot plant in granada. The research, for 3 months, investigated the bid capacity of the MBR in the removal organic matter, and afterwards a pilot plant in granada was constructed to delve into the different factors that are affected in the MBR system. At the end a study of the membrane permeability, recovery after chemical cleaning was undertaken in cranfield (england).

Table 2 Shows the different phases for the research: Phase 0 is the previous study in Haría, phase I, II and III is the in-depth study of the MBR system with sewage, and phase IV is the study at Cranfield University.

Phase	Experiments								
Phase 0	Previous study in Haría (Lanzarote, Spaiin)								
Dhace I	Experiment 1								
rilase 1	Experiment 2								
	Experiment 1								
Phase II	Experiment 2								
	Experiment 3								
Dhaga III	Experiment 1								
Phase III	Experiment 2								
Phase IV	Research period in Cranfield University.								
I HASE I V	Permeability, integrity and SEM/EDX test.								

Table 2. Different phase during the research.

Table 3 shows the variable used in the different experiments of the phases I, II, and III carried out in the pilot plant in Granada. In each experiment an average MLSS concentration was reached and the different parameters described below were analysed. These three phases, including the design and construction of the pilot plant, lasted more than two and a half years. During this period, due to climate variability in Granada, the system was studied under different weather conditions.

		HRT,	Membrane	MLSS ±	± Typ. Dev.,	T ^a ± Ty	p. Dev.,	
	Experiment	h	Surface,m ²]	mg/l	°C		
	1	11.71	0.93	3070	\pm 442	14.8	± 2.3	
	1	11.71	0.93	4315	± 653	22.5	± 2.0	
PHASE I	1	11.71	0.93	5048	± 339	23.9	± 1.1	
	1	11.71	0.93	6204	± 424	23.2	± 1.7	
	2	11.71	0.93	6970	± 702	16.4	± 2.8	
	1	8.05	1.86*	7448	± 956	10.9	± 2.9	
DUASE II	1	8.05	1.86	14292	± 1137	9.2	± 1.6	
F HASE II	2	8.05	1.86	12264	± 1404	18.9	± 2.6	
	3	8.05	1.86	9858	± 725	8.3	± 2.5	
DHASEIII	1	15.27	1.86	7023	± 774	23.4	± 1.5	
PHASE III	2	15 27	1.86	10371	± 973	164	± 17	

Table 3. Variables of phases 1, 2 and 3 of the study.

* until the 17^{th} day the membrane surface used was 0.93 m². Then a new membrane module was added and the total surface was $1.86m^2$.

3.1. EXPERIMENTAL RELATIONSHIP BETWEEN THE MSLL AND THE AIR VOLUME NEEDED TO MAINTAIN THE IDEAL OXIC CONDITIONS IN THE MEMBRANE-BIOREACTOR PROCESS

The air consumed during the study was monitored in all the experiments in order to maintain the oxic conditions of the process greater than 1 mg/l of dissolved oxygen. When the MLSS concentration increased, the air volume also had to be increased. In the context of the whole study, a linear adjustment of the air volume was needed in order to maintain the aerobic conditions in the biological reactor according to the MLSS. This adjustment was made taking into account the experimental data of all the phases, and assuming that the hydraulic retention times and the temperatures in which the different experiments were conducted did not affect the oxygen diffusion in the biological reactor. This was not completely the case, although the MLSS concentration was the factor that most determined the effectiveness of the air diffusion in the wastewater treatment due to the increased viscosity of the medium (Gunder, 2001; Krampe and Krauth, 2003).

Given the aforementioned assumption and a lineal relationship between the MLSS concentration and the air volume used in the process, it is possible to determine the experimental relationship of the air consumption needed to maintain the MLSS concentration higher than 1 mg/l. This information is shown in Figure 8.

Abstract



Figure 8. Curve adjusted with the experimental data of the 3 phases of the air volume needed according to the MLSS in order to maintain the dissolved oxygen in the bioreactor higher than 1mg/l

It should be taken into account that the relationship of air-volume needs found in order to maintain aerobic conditions in the process is not ideal, because the air supplied to biological reactor is comprised mainly of coarse bubbles. This air has less diffusion effectiveness than do fine bubbles. Furthermore, the mixed liquor in the biologic reactor is 82 cm high, and therefore the effectiveness in air transmission is poor. The relationship established is useful for a qualitative analysis of the way that an excessive increase in MLSS concentration would imply the need of more air for the process, signifying higher costs. As mentioned above, numerous studies confirm the need of greater air consumption when the MLSS increases. Therefore, the membrane-bioreactor systems should operate with the lowest possible MLSS concentration in order to avoid raising costs.

3.2 EFFECTS OF HYDRAULIC RETENTION TIMES, TEMPERATURE, AND MLSS CONCENTRATION ON EFFLUENT QUALITY IN THE MEMBRANE BIOREACTOR.

Table 4 shows BOD₅ and COD values for each MLSS interval studied in the different phases of the work. The data for the last 7 days of each MLSS value were taken into account to average the BOD₅ and COD values. The elimination performance of both parameters during these days was also calculated.

	MLSS,			%elimination	%elimination					
HRT, h	mg/l	BOD5e, mg/l	BOD5s, mg/l	BOD ₅	CODe, mg/l	CODs, mg/l	COD			
	3070	370.0 ± 54.8	23.0 ± 12	93.7 ± 3.7	453.0 ± 68.5	54.6 ± 29.6	87.2 ± 8.0			
	4315	290.0 ± 53.4	8.6 ± 5.3	97.1 ± 1.5	467.4 ± 88.5	38.0 ± 26.3	92.1 ± 5.8			
11.71	5048	313.3 ± 53.5	6.5 ± 2.6	97.9 ± 0.8	397.8 ± 47	22.3 ± 8.99	94.3 ± 2.4			
	6204	318.0 ± 58.5	9.4 ± 3.2	97.1 ± 0.8	430.1 ± 110	36.2 ± 34.8	92.4 ± 5.5			
	6970	413.3 ± 48.9	8.7 ± 5.8	97.9 ± 1.4	$341.8 \hspace{0.2cm} \pm \hspace{0.2cm} 177$	38.8 ± 44.5	90.6 ± 7.3			
° 05	7448	336.7 ± 23.1	25.0 ± 22	92.7 ± 6.1	443.9 ± 33.9	52.1 ± 17.8	88.4 ± 3.6			
	14292	393.3 ± 114	7.8 ± 4.9	98.1 ± 1.0	635.4 ± 76.8	42.1 ± 21.3	93.3 ± 3.2			
0.05	12264	395.5 ± 98.8	27.7 ± 15	92.0 ± 6.0	516.8 ± 13.4	82.9 ± 15.4	83.9 ± 3.2			
	9858	426.5 ± 104	20.3 ± 3.3	95.2 ± 0.4	541.1 ± 95.8	41.0 ± 12.7	92.3 ± 2.3			
15 27	7023	251.2 ± 76	5.2 ± 1.8	97.6 ± 1.3	344.1 ± 83.7	29.5 ± 13.8	91.0 ± 4.3			
13.27	10371	413.3 ± 65.9	4.2 ± 2.9	99.0 ± 0.7	482.3 ± 83.8	31.2 ± 10.5	93.0 ± 3.7			

Table 4. BOD₅ and COD average values at the inlet and outlet of the MBR and the corresponding elimination performance during the last week of each MLSS concentration interval studied.

The statistical analysis of the data indicates that the hydraulic retention time is the variable that most affects the elimination performance of BOD_5 , as reflected by the significant statistical differences in retention time.

The influence of the hydraulic retention times on BOD₅ elimination performance can be expressed as follows:

 $\eta_{BOD5_{E \, lim}} = 0.5077 \cdot HRT + 90.622$ $r^2 = 9968$

where $\eta_{BOD5_{Elim}}$ is BOD₅ elimination in %, and HRT is the hydraulic retention time in hours.

The influence of hydraulic retention time on the COD elimination performance can be expressed as:

 $\eta_{COD_{Fline}} = 0.3452 \cdot TRH + 87.02 \dots r^2 = 8614$

where $\eta_{COD_{E \text{ lim.}}}$ is COD elimination performance in %, and HRT is the hydraulic retention time in hours.

A slight improvement in elimination performance of organic matter can be achieved by increasing the MLSS. However, air consumption also steps up as the MLSS concentration increases (Figure 8). For concentrations over 4000 mg/l, higher air consumption is needed, and this amount is even higher in concentrations over 7500 g/l. For this reason, with the aeration system used, it is difficult to maintain the ideal oxic conditions of the process for MLSS concentrations greater than 12 g/l.

Apart from the elimination of organic matter explained above, other parameters affecting the outlet-water quality of the membrane-bioreactor system, which were studied, are *E. Coli*, coliphage, turbidity, and colour elimination. As the study shows, *E.*

Coli and coliphages are virtually eliminated, although no relationship was found between this elimination and HRT influence, temperature, or MLSS concentration.

The elimination of *E. coli* was due mainly to the filtration by the membrane, as demonstrated in the analysis of the problem. Many studies have shown the efficiency of ultrafiltration membrane systems to eliminate faecal coliforms (Till et al., 1998; Gander et al., 2000). Some studies which show up to 100% elimination of bacteria in the permeate (Arrojo et al., 2005), results similar to those of the present work, use ultrafiltration membranes of a 0.04 μ m.pore size. Nevertheless, *E. coli* was sometimes detected in the MBR outlet after the chemical cleaning, or in a leak. Under normal operational conditions, the removal of *E. coli* is almost 100%.

In the course of the present study, 100% virus removal was verified, and the same results as for *E. coli* were found only after the chemical cleaning. According to Ueda T. and Horan (2000), this high level of performance in virus elimination is due to three different mechanisms. The first mechanism is physical because of the pore size of the membrane; the second is chemical due to the adsorption of the virus by the biofilm formed in the membrane; and the third is a biological component as a result of the predation of virus by other microorganisms.

The elimination of turbidity was measured only in the third phase, when turbidity was completely eliminated. With respect to the colour, also measured in the third phase, the elimination was incomplete, as a light residual colour remained.

3.3 INFLUENCE OF SLUDGE-RETENTION TIME AND TEMPETATURE IN THE DIGESTION AND PRODUCTION OF SLUDGE IN MEMBRANE BIOREACTORS

The mean sludge retention time (SRT) can be experimentally calculated:

SRT=V/Qp

where V is the biological-reactor volume, and Qp is the purge flow in the biological reactor.

Moreover, the quantity of influent sludge in the biological reactor can also be calculated with a balance of the total influent matter:

Influent sludge =
$$Qe^* SSe$$

where Qe is influent flow of sewage water in the bioreactor, SSe is the mean solid suspended concentration at the bioreactor inlet.

The sludge produced can also be calculated experimentally as follows (suspended solid output in the effluent is rejected):

Produced sludge =
$$Qp*MLSS$$

where Qp is the purge flow in the bioreactor, and MLSS the mean solid suspended concentration in the bioreactor.

Therefore, the sludge eliminated in the biological process due to the microbial metabolism can be calculated experimentally.

Table 5 contains the mean concentrations of the different parameters mentioned above for each experiment. For calculating the relationship MLSSV/MLSS, the last seven days of each experiment were taken into consideration. These days are the most significant because they are in the stable state of the installation.

Table 5. Sludge-characterization parameters of the process of membrane bioreactors from the first three phases of the study.

								Sludge	Influent	Sludge
	MLSS,	T ^a ,	0/0	SSe,	Qe,	Qp,	CRTexp,	produced,	sludge	eliminated,
	mg/l	°C	MLSSV/MLSS	mg/l	l/h	l/h	day	Kg/day	Kg/day	Kg/day
	3070	14.8	79.2	96.6	19.1	-	-	-	0.0443	-
	4315	22.5	88.6	116.2	19.1	-	-	-	0.0533	-
PHASE I	5048	23.9	85.6	79.7	19.1	-	-	-	0.0366	-
	6204	23.2	88.4	90.9	19.1	-	-	-	0.0417	-
	6970	16.4	85.7	133.0	19.1	0.20	46.7	0.0335	0.0611	0.0276
	7448	10.9	88.1	107.6	27.8	0.35	26.9	0.0620	0.0719	0.0099
PHASE II	9858	8.3	80.9	181.7	27.8	0.51	18.4	0.1199	0.1213	0.0014
I HAGE II	12264	18.9	78.1	163.6	27.8	0.33	28.0	0.0981	0.1093	0.0111
	14292	9.2	87.2	187.1	27.8	0.35	26.7	0.1197	0.1249	0.0052
PHASE III	7023	23.4	70.4	216.1	14.7	0.11	84.8	0.0186	0.0761	0.0575
	10371	16.4	73.7	197.2	14.7	0.20	46.6	0.0499	0.0694	0.0196

For a determination of how temperature affects the SRT, it is necessary to apply the formula of the $SRT_{theoretical}$, where the sludge retention time is calculated to maintain the biomass concentration constant in the biological reactor, without considering the biomass eliminated from the bioreactor. That is, this is the time required to maintain the sludge in the bioreactor with a certain MLSS concentration, taking into account only the sludge accumulated at the inlet.

Therefore, the SRT_{theoretical} can be calculated as follows:

$$SRT_{Theoretical} = \frac{V_{reactor}}{Qp_{Theoretical}} = \frac{V_{reactor}}{\frac{Qe \cdot SSe}{MLSS}} = \frac{V_{reactor} \cdot MLSS}{Qe \cdot SSe}$$

where $SRT_{theoretical}$ is the theoretical sludge-retention time, $V_{reactor}$ is the biological-reactor volume, MLSS is the biological-reactor concentration suitable to work in the stable state, Qe is influent flow of water in the bioreactor, and SSe Is the solid suspended concentration at the bioreactor inlet.

A comparison of the $SRT_{theoretical}$ calculated with the data of the table demonstrates how temperature influences the experimental and theoretical SRT. That is, the SRT is increased by temperature due to microbial metabolism. In this way, the matter becomes completely oxidized and the resulting products are CO_2 and H_2O (Ronzano and Dapena, 2002).

After a linear adjustment of the data showing the difference of the SRT_{theoretical} and the SRT_{experimental} with respect to temperature, the resulting formula is:

 $SRT_{exp \ erimental} - SRT_{theoretical} = 3.985 \cdot T - 38.585$

Where SRT is the sludge-retention time in days and T is temperature in °C.

Once the difference between the experimental and theoretical SRT has been determined, sludge elimination is checked in the different experiments of the three phases considered, in contrast to the experimental retention time.

The following formula shows the performance of eliminated sludge:

$$\eta_{e\,\text{lim}\,\text{inatedsludge}} = \frac{Sludge_{\text{inf}\,\text{luent}} - Sludge_{produced}}{Sludge_{\text{inf}\,\text{luent}}} = \frac{Qe \cdot SSe - Qp \cdot MLSS}{Qe \cdot SSe}$$

Where Qp is the purge flow in the bioreactor, MLSS is the biological-reactor concentration suitable to work in the stable state, Qe is the influent flow of water in the bioreactor, and SSe is the solid suspended concentration at the bioreactor inlet.

There is linearity between the performance of eliminated sludge and the sludgeretention time, as can be seen after adjusting the experimental data:

$$\eta_{e \text{ lim inated sludge}} = 0.0116 \cdot SRT_{exp \ erimental} - 0.2064$$

The experimental retention time of the equation is found by calculating the relation between the theoretical retention time and temperature:

$$SRT_{experimental} = SRT_{theoretical} + 3.985 \cdot T - 38.585$$

The following formula is the result of replacing the values of the equation for performance of the eliminated sludge.

$$\eta_{sludgee \ lim inated} = \frac{Qe \cdot SSe - Qp \cdot MLSS}{Qe \cdot SSe} = 0.0116 \cdot (SRT_{theoretical} + 3.985 \cdot T - 38.585) - 0.2064$$

The result of taking into account the theoretical retention time and replacing its value in the formula for performance of the eliminated sludge is a design equation. This equation is used to calculate the sludge produced by a biological membrane reactor in relation to the temperature:

 $Sludgeproduced = Qp \cdot MLSS = -0.0116 \cdot V_{reactor} \cdot MLSS + Qe \cdot SSe(-0.04623 \cdot T + 1.6540)$

Where the purge flow is:

$$Qp = \frac{Qe \cdot SSe}{MLSS} (1.6540 - 0.04623 \cdot T^{a}) - 0.0116 \cdot V_{reactor}$$

Where $V_{reactor}$ is the reactor volume in litres, Qp is the purge flow in l/day, Qe is the influent flow in l/day, SSe is the suspended solids at the inlet in mg/l, and MLSS is the mixed liquor suspended solids in mg/l.

Thus, there is a significant reduction in the production of sludge because of the progressive increase of the sludge-retention time. Also, according to Ghyoot and Verstraete (1999), this sludge reduction in membrane-bioreactor systems is between 20%-30% lower than in conventional activated-sludge systems. In both systems, the sludge retention time and the flux are similar. The lower sludge reduction is due to an increase in the predators in the MBR, the result of working at a higher MLSS concentration.

Moreover, different experiments conducted in the three phases of the study revealed that increasing the sludge age will augment sludge stabilization. Therefore, the result can reach 70.4% with sludge-retention times of 84.8 days.

With all the above taken into account, the conclusion is that a potential advantage of the membrane bioreactors is the reduction of sludge, and therefore a reduction in the sludge-line costs. This sludge reduction is closely linked to its working SRT. As a result, sludge ages (SRT) exceeding 40 days can significantly reduce production and result in a more stabilised sludge. In this way, sludge elimination can reach 75% for a sludge age of 85 days. Therefore, because it is possible to work with membrane-bioreactor systems having independent HRT and SRT (Melin T. et al, 2006), it is advisable to design the biological reactor with the highest sludge retention time possible and a maximum reduction of the sludge line.

3.4 INFLUENCE OF HYDRAULIC RETENTION TIMES, TEMPERATURE AND MLSS CONCENTRATION OF THE NITRIFYING CAPACITY OF MEMBRANE BIOREACTORS

The objective of this section is to analyse the nitrifying capacity of membrane bioreactors throughout the study, as well as the conditions needed to achieve better nitrification in membrane bioreactors, as a phase prior to denitrification.

	Experiment	MLSS, mg/l		T ^a , °C		NO ₃ ⁻ _s , mg-N/l	
PHASE I	1	$4442.7 \pm$	1126.2	21.2	± 3.9	29.1	± 20.7
TRH= 11.71 h	2	$6970.3 \pm $	701.6	16.4	± 2.8	32.6	± 8.9
DILACE II	1*	11272.5 ±	3604.2	10.0	± 2.4	25.8	± 13.7
TRH= 8.05 h	2	$12263.9 \hspace{0.2cm} \pm \hspace{0.2cm}$	1403.6	18.9	± 2.6	1.7	± 4.1
1 Ki1 0.05 li	3	$9858.3 \pm$	725.4	8.3	± 2.5	1.7	± 0.9
PHASE III	1	7023.3 \pm	773.7	23.4	± 1.5	27.8	± 19.7
TRH = 15.27 h	2	$10370.6 \pm$	973.2	16.4	± 1.7	0.4	± 0.4

Tabla 6. Average nitrate level during the last seven days of each experiment. Concentration and average working temperature of each experiment.

*This experiment was a continuation of experiment 2 from phase I.

As shown in Tabla 6, nitrification took place in the experiments where MLSS did not exceed 7 g/l, but was inhibited at higher concentrations.

It should be emphasized that low denitrification occurred in almost every phase of the research. As indicated above, this was due to the probable existence of unaerated zones in the biological reactor, thus acting as anoxic zones that allowed denitrification. The denitrification process was:

$$NH_4^+ \rightarrow NO_2^- \rightarrow NO_3^- \rightarrow NO_2^- \rightarrow NO \rightarrow N_2O \rightarrow N_2$$

No high nitrate concentrations were found in the effluent during this research, and the above-mentioned denitrification was taking place. Other studies (e.g. Ghyoot et al., 1999) suggest an alternative mechanism to denitrify without nitrate:

$$NH_4^+ \rightarrow NO_2 \rightarrow N_2$$

This explains the partial denitrification in the phases where no nitrate was produced.

In conclusion, under the experimental conditions described, and according to the literature and the results found, the process of membrane bioreactors is appropriate for nitrifying ammonium-rich influents. Thus, this method is useful for eliminating nitrogen from the effluent. This research has revealed that nitrification is inhibited when the solid concentrations in the biological reactor surpass 7 g/l. This does not mean that nitrification is impossible at higher concentrations, but rather that more time would be required for appropriate nitrification. It was also found that for the residence time of 11.71 h, more effective nitrification is achieved than that for shorter HRT. However, results do not improve for greater HRT. For better nitrification of greater quantities of MLSS, we need a more appropriate diffusion system than the one used here, which was a coarse-bubble oxygen system. Also, although the rising temperatures in the intervals studied should boost the efficiency of the nitrification, such an effect was not clearly appreciated because of the inhibition of MLSS.

3.5. FLUX INFLUENCE IN MEMBRANE FOULING

Different flow rates were used throughout the study, and in phase II the membrane surface was enlarged. Therefore, several net flux (Jnet) were used. With this taken into consideration, the increasing rate of the transmembrane pressure was calculated against time (dTMP/dt) in each interval of the experiments with a different flux, carrying out a linear regression of the transmembrane pressure with respect to the time for each interval where the flux differed. Details regarding these regressions are listed in Table 7. The slope represents the fouling rate (dTMP/dt) and the ordinate axis is the expected transmembrane pressure (Po) of each experiment. This provides more information on the fouling rate in relation to the flux used. This was carried out for the evolution of the filter transmembrane pressure, where regressions were made during the final filtering pressure of each experiment, as it was consistently larger than the initial filtering pressure.

			Backwash			Filter		
		Jnet,	dTMP/dt,	Po,		dTMP/dt,	Po,	
	Experiment	$l/(m^2 h)$	Kpa/day	Кра	r^2	Kpa/day	Кра	r^2
	1	20.57	0.742	13.038	0.8452	-0.6054	-2.3786	0.8856
Phase I	1	20.57	0.201	14.182	0.8772	-0.1362	-4.9974	0.7730
	2	20.57	0.242	10.409	0.9308	-0.1699	-4.9887	0.9211
	1	29.90	1.217	32.951	0.9427	-1.2332	-22.0170	0.9194
Phase II	1	14.95	0.062	10.962	0.1742	-0.0337	-4.2773	0.3766
I mase II	2	14.95	0.260	9.814	0.9011	-0.1466	-5.4075	0.8455
	3	14.95	0.360	20.874	0.6780	-0.2842	-15.4750	0.5225
Phase	1	7.88	0.034	4.700	0.4805	-0.0127	-2.2289	0.1343
III	2	7.88	0.116	6.895	0.5287	-0.0692	-3.9657	0.5453

 Table 7. Fouling rate (dTMP/dt) of the membranes and initial transmembrane pressure (Po) for the net flux(Jnet) throughout the study.

When the average rate that the transmembrane pressure increases over time for the different fluxis represented against its corresponding flux, it can be seen that the flux affects the membrane-fouling velocity throughout the study.

Figure 9 shows the average rate of increase in transmembrane pressure, measured during the backwash cycle, plotted against the net fluxs. The figure clearly shows that the membrane-fouling rate increases as the net flux increases. This increase is almost linear until Jnet of 20. 57 $l/(m^{2*}h)$, with an abrupt rise to Jnet=29.9 $l/(m^{2*}h)$. Figure 9 (b) shows the increase in transmembrane pressure using a logarithmic scale, while the linear pattern is followed.



Figure 9. (a) Effect of the net flux in the membrane-fouling rate, measured during the backwash. (b) Representation in a logarithmic scale of the fouling velocity, measured during the backwash, plotted against the net flux.

As in the previous example, the increase of the transmembrane pressure over time in the filtering cycle is plotted against the different flux used.

Figura 10 represents the absolute value of the increased velocity in transmembrane pressure over time, as opposed to the corresponding levels of the flux. The same trend holds as in the previous example, demonstrating that the fouling proportionally affects the pressure increase during the backwash, as well as the rise in pressure during the filtering cycle, because, as the flux augments, the fouling rate proportionally rises until reaching the level Jnet=20.57 $l/(m^2*h)$, and the flux suddenly increases to Jnet=29.9 $l/(m^2*h)$.



Figura 10. (a) Effect of the net flux in the membrane-fouling rate measured during filtering. (b) Representation on a logarithmic scale of the fouling velocity measured during filtering, plotted against the net flux.



Figura 11 represents the initial pressures, measured by the regression line (Table 7) against several flux during the backwash (Figure 11a) or the filtering cycle (Figure 11b).

Figura 11. (a) Initial pressure measured for each experiment, with respect to its net flux applied in the middle of the backwash cycle. (b) Initial pressure measured for each experiment with respect to its net flux applied in the middle of the filtering cycle.

As reflected in Figura 11, regardless of the fouling rate (faster as the flux increases), if the flux increases, so does the initial pressure, during either the filtering or the backwash cycle. This is due to the resistance of the membrane. This increases even more with a flux of 29.9 $l/(m^2h)$. According to the manufacturer, the transmembrane pressure that breaks the membrane, or a fatal fouling, will be higher than 50Kpa in the filtering cycle and 75 Kpa in the backwash cycle, since the initial transmembrane pressure and the membrane-fouling rate increase with the flux. Therefore, the chemical cleaning improve at high fluxes.

When the concept of critical flux (Field et al., 1995), defined as the flux that causes a very fast rise in transmembrane pressure (this being no longer proportional to the pressure increase), is considered in light the experimental results, it might be concluded that situations at flux of 29.9 1/(m²*h) exceed the membrane's critical flux and thus do not operate correctly. It is because the fouling rate necessitates a higher number of chemical cleanings, thereby raising operating costs of reagents and shortening the membrane's life, and consequently lowering cost effectiveness.

On the other hand, it is not profitable to work at very small fluxes, as these would increase the installation cost, given that for the same flow to be treated, more membrane surface is needed. It is also important to underline that the operating cost is raised by the air consumption necessary to create a tangential air current associated with the membrane, as this air consumption is constant and independent of the flow to be treated. The air consumption depends only on the installed membrane surface.

Therefore, given the above, it is advisable to work at fluxes high as possible in order to reduce the membrane-aeration cost, which can reach 38% of the energy costs associated with the process; these costs are 37% of the total expenses (Judd S., 2006). It is also advisable to use flux below the critical flux in order to reduce the costs of chemical products, representing around 15% of the total costs (Judd S., 2006) as well as membrane-replacement costs, also an estimated 15% of the total costs (Judd S., 2006).

Consequently, the optimal flux in a process of membrane bioreactors would be around 20.57 $1/(m^2*h)$ for the Zenon[®] membranes used for this work, given the characteristic of the water studied.

3.6. STUDY OF THE MEMBRANE FOULING BY THE ANALYSIS OF PARTICLE SIZE AND DISTRIBUTION IN THE PERMEATE OF THE MEMBRANE BIOREACTOR

Here, the permeate filtered through the membrane during the study period is examined, providing information on the membrane's behaviour and its filtration capacity over time.

Figure 12 shows the evolution of 2 and $5-\mu m$ particles throughout the different experiments carried out for the analysis. The representation of the analyses made during the successive weeks of the experiments. The graph shows the temporal evolution of the experiments.



Figure 12. Analysis of the permeate 2- and 5-µm particles throughout the study.

It is important to point out that between experiments shown in Figure 1, the membrane was chemically cleaned with a 1000 mg/l of HCLO solution for 5 h. As the figure shows, after every chemical cleaning, i.e. between experiments, the concentration of permeate particles peaked .

Figure 12 shows the concentration of 2 and $5-\mu m$ particles over the different research phases. Note that the new membrane module was installed before phase I of experiment 1.

In experiment 1, phase I, the particle concentration studied during the first operating weeks is greater, but falls in week 5 to rise again as the experiment continues. The evolution of experiment 2 is very similar to that of the first one: the permeate contains a larger amount of particles after the chemical cleaning between experiments. The following week, the concentration drops, but starts rising again as the experiment proceeds. This time, a smaller amount of particles is detectable in the permeate at the end of the experiment. This experiment was slightly shorter in terms of time.

In experiments 1 and 2, phase I, the membrane, although being new, filters a certain amount of fine particles, even though the 0.04 μ m average pore size is smaller than the size analysed in the experiments. The procedure in both experiments was the same: a greater particle concentration at the outset, followed by a lowering of the concentration and a final increase. This could be due to the fact that, in the first stage of the experiment, there was no biofilm in the outer side of the membrane, in contact with the mixed liquor. That is why the increase transmembrane-pressure in the experiments This relationship between the appearance of a biofilm and the transmembrane pressure has been reported in Miura et al., (2006). Another work associating the particle distribution in the permeate with biofilm formation is Leiknes and Odegaard (2007) who associate the biofilm formed on the membrane to increases in the transmembrane pressure, and they contend that behaviour differs in the analysis of the particle size and distribution, depending on the membrane fouling.

As a biofilm appears on the membrane's outer surface, its filtration capacity grows. The later increase in the permeate-particle concentration could be due to the fouling of the membrane's clean side, which, over time, fouls the membrane.

The next research period, shown in Figure 12, is experiment 2, phase III. During experiment 2, phase III, a small leak developed in the connexion of the membranes to the permeate pump. This leak is shown in Figure 12: in week 3 the amount of particles detected in the effluent abruptly increased. Also, Figure 13, depicts the growth of *E. coli* in the middle of the experiment.



Figure 13. *E. coli* in the output, input, and biological reactor, during phases II and III of the experiments.

Figure 12 shows that, as is previous experiments, in phase I, experiment 1, during the first week, there is a greater particle concentration, which starts to augment again over time. Here, the fouling mechanism proposed for the two first experiments of phase I are confirmed, as they are also represented in Figure 13. Moreover, in the first week of phase III, *E. coli* is detected, not appearing in any of the following weeks of this phase. Therefore, the increase in particles appreciated after the first week of this experiment cannot be due to particles coming from the biological reactor, as there are faecal coliforms but not *E. coli*. This could be caused only by fouling of the membrane's clean face.

In phase II, experiment 2, the same procedure is revealed: the particle concentration increases in the first week (Figure 12), coinciding with the appearance of *E. coli* (Figure 13). Later, the amount of particles in the permeate diminishes and then increases, without the appearance of *E. coli*, although the permeate-particle concentration augments. As commented above, this increase can be due only to the fouling of the membrane's outer face, the one not in contact with the mixed liquor.

In the last experiment, the third of phase II, the permeate particles behave the same as in the previous experiments. The particle concentration, greater in the first week, temporarily falls, and later rises.

Thus, a repetitive behaviour can be discerned: after chemical cleanings, the amount of permeate particles increases after the elimination of the biofilm on the membrane's surface in contact with the mixed liquor. Also, after phase I, i.e. at the outset of phase II in experiment 2, the initial particle concentration is higher. This indicates membrane deterioration, which, though not serious, allows a certain amount of *E. coli* to pass through the membrane after chemical cleanings.
After the initial particle concentration, a decline is associated with the formation of a biofilm, which stops E .coli from passing through the membrane. After the existing particle concentration declines in all the experiments, the number of particles grows in successive weeks with no E. coli detected. This reflects fouling on the clean side of the membrane, given that the size of E. coli ranges between the sizes analysed and can come only from the mixed liquor. A lack of increase in the particle number can be associated only with fouling on the clean side of the membrane, the one not in contact with the mixed liquor.

On the other hand, it is necessary to stress the fact that the flux applied to the membrane (Table 7) of the different experiments in Figure 12 was progressively reduced. This reduction did not diminish the number of particles detected in the effluent, a result that may have been expected given that the transmembrane pressure applied was also lower. Nor was greater particle concentration in permeate found to affect the physico-chemical parameters analysed (BOD₅, COD, SS, colour, turbidity), rendering a higher-quality effluent.

Aside from the fouling of the clean side of the membrane, another important consideration in order to achieve a high-quality effluent is the positive effect of the biofilm. A recent study (Kang et al., 2007) has shown that a membrane on which a biofilm has formed is able to retain more molecules when the membrane is new, almost completely eliminating high-molecular-weight molecules (>100kDa). Compounds with low molecular weight were also reduced, this being natural (the same occurs in macrofiltration).

The results of the present work by analysing particle size and distribution in the effluent confirm findings of Kang et al. (2007). In addition, given that it has been demonstrated that particle elimination is higher when the biofilm is formed on the membrane, the key issue to take into account is whether the biofilm stops the passage of *E. coli*. This is important for wastewater reuse, since *E. coli* is an indicator of faecal pollution.

3.7 EFFECT OF FOULING IN PERMEABILITY RECOVERY OF HOLLOW-FIBRE MEMBRANES TO MBR. AND ANALYSIS APPLIED OF **ENVIRONMENTAL** EFFECTS ON MEMBRANES BY SEM AND **ELEMENTAL SURFACE ANALYSIS**

This part of the research was performed with membranes of the pilot plant in Cranfield, England.

Table 8 shows former permeability data and its nomenclature. As explained in the previous section, the abbreviation 'per' refers to permeability experiment.

	Ka, LMH Bar ⁻¹	Kb, LMH Bar ⁻¹	Kc, LMH Bar ⁻¹
A1per1	358.43	740.24	873.62
A2per1	115.15	403.49	505.31
B1per1	105.81	319.89	446.01
B2per1	61.66	203.74	240.19
C1per1	114.52	262.31	367.40
C2per1	73.35	224.41	300.21
A1per2	57.49	110.26	153.05
A2per2	72.54	220.42	285.43
B1per2	52.59	102.46	137.00
B2per2	75.62	209.63	258.69
C1per2	79.88	211.36	286.79
C2per2	75.80	193.31	260.86

Table 8. Permeability summary of membrane modules. Ka is the initial permeability. Kb is the permeability after cleaning with 1% NaOH+0.1% NaOCL. Kb is the permeability after chemical cleaning with 1% of citric acid.

Permeability recovery can be explained as shown below:

$$\%R = \frac{Kf - Ki}{Kf} \cdot 100$$

Where $\[Mathcal{R}\]$ is the percentage of membrane recovery, Kf is the measured final permeability after chemical cleaning, and Ki is the measured initial permeability.

The permeability recovery of different sections of the module analysed is calculated taking into account the permeability data gathered in the experiments of Table 8, after the first chemical cleaning with NaOH and NaOCl and after the second chemical cleaning with citric acid, as shown in Figure 14.



Figure 14. Permeability recovery after chemical cleaning with NaOH and citric acid in phase IV of the study.

Figure 14 shows that the membrane-recovery percentage was uniform both for the first chemical cleaning as well as the second. The percentage was 61.16 ± 8.22 % after the

first cleaning, with a 1% of NaOH and 0.1% of NaOCl, and it was 70.31 ± 6.16 % after the citric acid cleaning. Given that chemical cleanings were consecutive, as shown in Figure 7, the percentages calculated signify that 61.16 % of eliminated fouling in the module was organic because NaOH and NaOCl cleanings are designed to eliminate such compounds. These percentages also show that 9.15 % of fouling eliminated was inorganic, given that citric acid is used for this type of cleaning. Finally, 29.69 % of the fouling could not be eliminated after the two chemical cleanings, this being associated with unrecoverable fouling with the cleanings performed.

For a clearer view of membrane-permeability recovery after chemical cleanings, it is necessary to consider virgin-membrane permeability. As explained above, recovery can be expressed as follows:

$$\% Rv = \frac{Kf - Ki}{Kv - Ki} \cdot 100$$

Where %Rv is membrane-recovery percentage, considering new membrane permeability; Kf is the final permeability measured after chemical cleaning; Ki is the initial permeability measured; and Kv is the virgin-membrane permeability.

Virgin permeability of the membranes studied was 562 $l/(m^2 h bar)$, and, when the permeability values found in the experiments (Table 8) are taken into account, it is possible to calculate the percentage the membrane that recovers after successive chemical cleanings (Table 9).

	∆Kab, I/(m² h bar)	% Rv _a	ΔKac, l/(m ² h bar)	$\Delta Kbc,$ l/(m ² h bar)	%Rv _b
A1per1	381.82	187.52	515.20	133.38	253.02
A2per1	288.34	64.52	390.16	101.82	87.31
B1per1	214.08	46.92	340.20	126.12	74.57
B2per1	142.08	28.39	178.53	36.45	35.68
C1per1	147.79	33.03	252.88	105.09	56.51
C2per1	151.06	30.91	226.86	75.80	46.42
A1per2	52.77	10.46	95.57	42.80	18.94
A2per2	147.89	30.21	212.90	65.01	43.49
B1per2	49.87	9.79	84.42	34.55	16.57
B2per2	134.01	27.55	183.07	49.05	37.64
C1per2	131.47	27.27	206.91	75.44	42.91
C2per2	117.51	24.17	185.06	67.55	38.06

Table 9. Permeability recovery for virgin-membrane permeability in phase IV.

Table 9 shows that permeability recovery of section A1-1 surpasses 100 % both for the first chemical cleaning as well as for the second. This means that the permeability achieved after the chemical cleanings is greater than the virgin-membrane permeability, and this can happen only when the membrane is damaged.

Figure 15 shows the membrane-permeability percentage, taking into account virgin permeability after chemical cleaning performed with NaOH and NaOCI. Values are represented as a function of their initial permeability.



Figure 15. Permeability recovery with respect to virgin-membrane permeability, depending on initial permeability after cleaning with 1% NaOH+0.1% NaOCl in phase IV of the study.

Figure 16 shows membrane recovery, taking into account virgin-membrane permeability after the citric acid cleaning. The data are represented from lower to higher initial permeability, as in the previous case.



Figure 16. Permeability recovery with respect to virgin-membrane permeability, as a function of initial permeability after cleaning with 1% of citric acid in phase IV of the study.

Both Figure 15 and Figure 16 show that membrane-permeability recovery depends on initial permeability: the more fouled the membrane, the more difficult the recovery after successive chemical cleanings.

These data reflect the effectiveness of the real membrane module. As explained above, section A1-1 is damaged, as demonstrated by the integrity analysis. In addition, the

SEM and SEM/EDX analyses indicated that the damage was caused by the formation of small particles of silica material, which scratched the membrane surface. These particles were also detected in section B1-1 of the membrane module, but the integrity and permeability analysis did not reveal as much damage as in section A1-1.

As shown in the distribution diagram of the membrane modules (Figure 3), section A1-1 is the section nearest the effluent intake; also the bioreactor wall did not protect this face of the membrane module, as it did face 2. Table 9 shows that the sections around part A1-1 of the module have higher permeability, signifying that they are cleaner than the sections located further away. It is easy to see that the membranes on side 2 have lower permeability than those on side 1, and that the sections of side 1 (B2-1; C2-1) that are furthest from the damaged section (A1-1) also have a lower permeability.

The average of the initial permeability values shown in Table 9 is $103.57\pm82.95 \text{ l/(m}^2 \text{ h} \text{ bar})$. With this permeability, according to the equation shown in Figure 16, the module would recover 62% after the chemical cleanings. However, due to poor flow distribution in the module caused by the deterioration of the membrane in section A1-1, some sections recover only 16%, with the remaining fouling being unrecoverable.

Therefore, the data highlights the importance that the membranes not suffer damages to any of its parts because this causes a poor flow distribution in the interior and fouls some of the parts more than others within the module. As mentioned above, the capacity of the membrane to recover is proportional to the initial permeability and, as a result, when one of the sections is heavily fouled, its capacity to recover permeability diminishes drastically due to the unrecoverable fouling in the membrane. This in turn shortens the life of the membrane, because of particle damage as well as poor functioning.

The aforementioned information therefore highlights the great need for highly efficient pretreatments in the MBR technology in order to increase the MBR, which is the method that has been used during the first three research phases.

4. CONCLUSIONS

On determining the interrelations between the variables, after completing a systematic study of the parameters as well as compiling a large amount of data and surveying of the literature, the results were divided (given the characteristics of the thermal variations during the study) into three separate sections.

One section examines whether the present study agrees with other research; another deals with conclusions where definitive studies of this system have not been found; and finally, the last section provides preliminary recommendations for the few plants using MBR system that are currently in operation in Spain, as well as for new designs.

4.1 COMPARATIVE CONCLUSIONS

As mentioned above, this section will concentrate on confirming many of the results that have been referenced in a similar manner with the systematic study that was implemented.

- 1) Air consumption in the biological reactor is directly proportional to the increase in the MLSS. With 7000mg/l MLSS value and with a hydraulic retention time of about 8h, the required output is reached in terms of the elimination of organic material. Lowering the concentration of the solids in the mixed liquor requires a proportional lengthening of the retention time (MLSS 4000 mg/l, TRH 12h) and absorption under these conditions equalling the amount organic material removed by the sewage plant, since better elimination is achieved.
- 2) Using a 0.04 μm membrane, nearly all *E. coli* and viruses (coliforms) were removed.
- 3) With 7000 mg/l as the best output value and an SRT of about 80 days, 75% sludge removal was achieved as well as 30% of the volatile elements in the biological sludges used.
- 4) With an MLSS value of 7000 mg/l, the HRT necessary was at least 11h in order to reach the correct nitrification, a significant reduction being possible in the total amount of nitrogen.
- 5) The superficial flux of the membrane is directly proportional to the fouling rate up to what is defined here as the critical point from which the flux begins a logarithmic behaviour of fouling.

4.2 ORIGINAL CONTRIBUTIONS

For an understanding of the influence on the operation and behaviour of the system, some of the equations deduced from the interrelations between the different variables in this study can be considered original contributions to the field. Also, certain membrane tests have not given the same results as in the literature, and therefore the following contributions are considered original.

- 1) Among the variables studied that have an effect on the process, such as temperature, MLSS concentration, and HRT, the latter has the most impact. Therefore, for a quick and precise predimensioning, the following equation should be used: $\eta_{DBO5_{Flime}} = 0.5077 \cdot TRH + 90.622$.
- 2) The influence of temperature is highly indicative in sludge removal, and a temperature increase separates the $SRT_{theoretical}$ from the $SRT_{experimental}$, according to the following equation $SRT_{experimental} = SRT_{theoretical} + 3.985 \bullet T^a$ 38.585.
- 3) With the membranes used, the critical point of the flux is about 21 l/(m²h) and, to avoid a rapid fouling, should not exceed this value, especially when working with water having similar characteristics to those presented in this study.
- 4) Through an analysis of particle size distribution between 2 and 5 μ m, as well as a count of the number of *E. coli* in the permeate, it was shown that over time a biofilm appeared on the fouled surface of the membrane and that the clean side of the membrane acquired fouling, which disappeared with chemical cleanings.
- 5) Recovery of permeability is proportional to the initial permeability of the membrane, but any damage to the membrane in any of its sections causes a poor flow distribution and leaves parts of the membrane module excessively fouled. This fouling is unrecoverable and considerably reduces the useful surface, and also requires a repositioning.

4.3 RECOMMENDATIONS

Special emphasis is placed on the following points, which are various recommendations for this type of plant, which is currently in operation, as well as for new constructions or renovations, and for the manufacturers of this type of membrane.

- 1) An increase in the MLSS above 7000 mg/l does not compensate for the energy consumption, no even to provide a better output or sludge digestion.
- 2) It is necessary to have an HRT of about a half a day (12 h), to ensure adequate results and minimize operating costs. With this HRT, the flow volume in a conventional plant of prolonged oxidation can be tripled, enabling a renovated plant of this type to triple the amount of the population served.
- 3) As a means of avoiding damage to the membranes by inorganic particles, it is recommended that newly constructed plants where the population is no greater than 30,000 consider the construction of digester tanks for primary treatment. If the surface or ground conditions do not allow this or the population is greater than mentioned, the pretreatment of these plants should use a sieve of between 1 and 2 mm and should overdimension the sand trap in order to control the permeability of the membranes and minimize defects.
- 4) Working with the greatest possible flux is recommended, in order to lower membrane aeration costs. The critical flux should never be surpassed as this would cause the membrane to foul very quickly and would raise operating costs from chemical cleanings and the replacement of membranes because of rapid deterioration.
- 5) With an ultrafiltration membrane with a pore size of 0.04 μ m, in order to ensure that no *E. coli* appears after a chemical cleaning, it is best that during the first week of operation a quality control check be performed in case disinfection is needed. After the first week, the control check does not need to be conducted until the next chemical cleaning.
- 6) There is a small fraction of colour in the MBR permeated with membranes of $0.04 \mu m$ in city-sewage treatment.
- 7) The person in charge of this type of plant should have some previous knowledge regarding the special characteristics of MBRs in order to minimize membrane damage, since the membrane is the most expensive part of the equipment.

ÍNDICE

Índice

1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	17
1 1 Introducción	17
1 1 1 Aguas residuales urbanas características y problemática	18
1.1.2. Ciclo del nitrógeno	
1.1.2.1. Alteración humana en el ciclo del nitrógeno y sus consecuencias ambientales	
1.1.3. Eutrofización	
1.1.4. Legislación sobre aguas residuales	
1.1.5. Tratamientos biológicos	
1.1.6. Cinética de crecimiento	
1.1.7. Objetivos y esquema general del tratamiento biológico	41
1.1.8. Fangos activos	43
1.1.9. Problemas de explotación en plantas de fangos activos	45
1.2. SITUACIÓN ACTUAL DE LA TÉCNICA DE LOS BIORREACTORES DE MEMBRANA (BRM)	46
1.2.1. Fundamentos del proceso	47
1.2.2. Biorreactores de membrana. Generalidades	54
1.2.3. Evolución Histórica e implantación en el mundo de los biorreactores de membrana	63
1.2.4. Situación actual de las investigaciones de los biorreactores de membrana	66
2 ORIETIVOS DE LA INVESTICACIÓN	81
2.1. OBJETIVOS PRINCIPALES	81
2.2. OBJETIVOS SECUNDARIOS.	81
3. VARIABLES Y PARÁMETROS.	
	0.5
3.1. VARIABLES $(C(t))$	83
3.1.1. MLSS (Solidos en Suspension en el Licor Mezcla).	83
3.2. PARAMETROS	83
3.2.1. DBO ₅ (Demanda Biologica de Oxigeno)	
3.2.2. DQO (Demanaa Quimica de Oxigeno)	
3.2.3. MLSS (Solidos en Suspension en el Licor Mezcia).	
4. METODOS ANALITICOS	89
4.1. Demanda Biológica de Oxigeno (método manométrico).	
4.2. DEMANDA QUÍMICA DE OXIGENO (MÉTODO DE OXIDACIÓN A REFLUJO CERRADO).	91
4.3. Sólidos en Suspensión	94
4.4. Sólidos Volátiles.	95
4.5 . pH	96
4.6. Conductividad.	96
4.7. OxÍgeno disuelto.	97
4.8. ANÁLISIS DE TAMAÑO Y DISTRIBUCIÓN DE PARTÍCULAS.	97
4.9. Turbidez.	99
4.10. Color	101
4.11. NITRÓGENO TOTAL KJELDAHL	102
4.12. NITRÓGENO AMONIACAL	104
4.13 . NITRATO	105
4.14. DETERMINACIÓN DE ANIONES Y CATIONES.	105
4.15. DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO TOTAL.	108
4.16. Determinación de Escherichia Coli	109
4.17. DETERMINACIÓN DE COLIFAGOS.	111
5. INVESTIGACIÓN DE CHOQUE	115
5.1. SITUACIÓN DE LA ESTACIÓN DEPURADORA.	115
5.2. DESCRIPCIÓN Y FUNCIONAMIENTO DE LA PLANTA	115
5.2.1. Pretratamiento	116
5.2.1.1. Desbaste	116
5.2.1.2. Pozo de bombeo de agua bruta.	117

	5.2.1.3. Desarenado- Desengrasado	117
	5.2.2. Tratamiento biológico	118
	5.2.2.1. Funcionamiento del módulo de membranas.	120
	5.2.3. Terciario y reciclaje del agua tratada	123
	5.3. PLAN DE TRABAJO.	124
	5.4. RESULTADOS DE LA INVESTIGACIÓN DE CHOOUE	
	5.5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES PREVIAS.	
-		
6.	. INVESTIGACION DE FONDO	135
	6.1. MODIFICACIONES DE LAS CONDICIONES DE PARTIDA	
	6.1.1. Objetivos definitivos	135
	6.1.1.1. Objetivo principal	135
	6.1.1.2. Objetivo secundarios	136
	6.2. VARIABLES DEFINITIVAS	136
	6.2.1. Tiempo de retención hidráulico.	137
	6.2.2. Tiempo de retención Celular.	
	62.3 Superficie de filtración de la membrana	137
	6 2 4 MISS (Sólidos en Suspensión en el Licor Mezcla)	137
	6 3 PAPÁMETROS DEFINITIVOS	138
	6.3.1 DBO-(Domanda Biológica da Oxígano)	138
	6.2.2 DOO (Demanda Ovímica de Ovígeno)	130
	6.3.2. DQO (Demanda Química de Oxigeno).	130
	0.3.3. Solidos en suspension	138
	6.2.2.2 Sálidas an suspensión a la antrada	130
	6.3.3.2. Solidos en suspensión a la salida	130
	6 3 3 4 MLSSV (Sólidos en Suspensión Volátiles en el Licor Mezcla)	139
	6.3.4 Análisis de tamaño y distribución de partículas	139
	6 3 5 Turbidez	130
	636 Color	130
	637 Nitratos (NQ ⁻¹)	130
	$6.2.9 \text{Nitritos} (NO^{-1})$	139
	6.3.0. Nurrilos (NO2).	140
	6.3.9. Nurogeno Amontaca ($N\Pi_4$)	140
	0.3.10. Nitrogeno Total	140
	6.3. 11. <i>pH</i> .	140
	6.3.12. Oxigeno Disuelto en el Reactor Biológico	140
	6.3.13. Conductividad	140
	6.3.14. Temperatura.	141
	6.3.15. Presión Transmembrana	141
	6.3.16. Escherichia Coli	141
	6.3.17. Colifagos	141
	6.4. PLAN DE TRABAJO	142
	6.5. SITUACIÓN, DISEÑO Y FUNCIONAMIENTO DE LA PLANTA EXPERIMENTAL DE BIORREACTORES	DE
	MEMBRANA A ESCALA PILOTO.	144
	6.5.1. Situación y elementos de la planta piloto de biorreactores de membrana	144
	6.5.2. Modo de operación de planta piloto de biorreactores de membrana	152
	6.6. PRESENTACIÓN DE RESULTADOS	156
	6.6.1. Fase 1 ^a de la investigación con superficie de la membrana 0.93 m ² y tiempo de retenc	ión de
	11.71 h	156
	6.6.1.1. Calibrado de caudales de las membranas	157
	6.6.1.2. Evolución MLSS y MLSSV en el reactor biológico fase 1ª.	160
	6.6.1.3. Evolución de las temperaturas en la 1ª fase de investigación.	162
	6.6.1.4. Presiones de funcionamiento de la Membrana fase 1ª	163
	6.6.1.5. Evolución de la DBO ₅ y DQO en la fase 1^a	165
	6.6.1.6. Evolución de pH en la fase 1 ^a	167
	6.6.1.7. Evolución de la conductividad en la fase l ^a	169
	6.6.1.8. Evolución de compuestos nitrogenados en la fase l ^a	170
	0.0.1.7. Evolucion de los solidos en suspension del effuente y el influente en la fase 1 ^a	1/2
	0.0.1.10. Analisis del tamano y distribución de particulas en el effuente en la fase 1°.	1/4

6.6.2. Fase 2 ^a de la investigación con superficie de la membrana 1.86 m ² y tiempo de retenc	ión
hidráulico de 8.05 h	176
6.6.2.1. Calibrado de caudales de las membranas	177
6.6.2.2. Evolución MLSS y MLSSV en el reactor biológico fase 2ª.	179
6.6.2.3. Evolución de las temperaturas en la 2ª fase de investigación.	182
6.6.2.4. Presiones de funcionamiento de la Membrana fase 2ª	184
6.6.2.5. Evolución de la DBO ₅ y DQO en la fase 2^a	186
6.6.2.6. Evolución de pH en la fase 2ª	190
6.6.2.7. Evolución de la conductividad en la fase 2 ^a	192
6.6.2.8. Evolución de compuestos nitrogenados en la fase 2ª	194
6.6.2.9. Evolución de los sólidos en suspensión del efluente y el influente en la fase 2 ^a	196
6.6.2.10. Análisis del tamaño y distribución de partículas en el efluente en la fase 2ª	199
6.6.2.11. Determinación de Escherichia coli en la fase 2ª.	201
6.6.2.12. Determinación de colifagos en la fase 2ª	203
6.6.3. Fase 3^{a} de la investigación con superficie de la membrana de 1.86 m ² y tiempo de rete	ención
hidráulico de 15.27 h.	204
6.6.3.1. Calibrado de caudales de las membranas	205
6.6.3.2. Evolución MLSS v MLSSV en el reactor biológico fase 3ª	206
6.6.3.3. Evolución de las temperaturas en la 3ª fase de investigación.	
6.6.3.4. Presiones de funcionamiento de la Membrana fase 3ª	208
6.6.3.5. Evolución de la DBO ₅ y DOO en la fase $3^{\rm a}$	210
$6.6.3.6$ Evolución de pH en la fase 3^{a}	213
6.6.3.7. Evolución de la conductividad en la fase 3ª	
6638 Evolución de compuestos nitrogenados en la fase 3ª	216
6.6.3.9. Evolución de los sólidos en suspensión del efluente y el influente en la fase 3ª	
6 6 3 10. Análisis del tamaño y distribución de partículas en el efluente en la fase 3ª	219
66311 Determinación de color en la fase 3ª	221
6.6.3.12. Determinación de turbidez en la fase 3ª	223
6.6.3.13. Determinación de Escherichia coli en la fase 3ª	224
6.6.3.14. Determinación de colifagos en la fase 3ª	225
664 Fase 4^{a} de la investigación Análisis de permeabilidad e integridad de un módulo de	
membrana da fibra huaca	227
6.6.4.1 Médulo de membrana y fabricación de nuevos módulos	227
6.6.4.2 Medida de permetalidad y de Intercinad de las membranas	
6.4.3 Procedimiento experimental	
6.6.4.4 Resultados experimentales	245
6.7 A MÁLISIE V DISCUSIÓN DE LOS DESULTADOS	268
6.1. ANALISIS I DISCUSION DE LOS RESULTADOS.	
6.7.1. Relacion experimental entre los MLSS y el caudal de alte necesario para maniener la	
condiciones óxicas adecuadas en el proceso de biorreactores de membrana	
6.7.2. Efecto de los tiempos de retención hidráulicos, de la temperatura y de la concentracio	ón de
MLSS en la calidad del efluente en el biorreactor de membrana	274
6.7.3. Influencia de los tiempos de retención de fangos y la temperatura en la digestión y	
producción de fangos en el biorreactor de membrana	
6.7.4. Influencia de los tiempos de retención hidráulicos, de la temperatura y de la concentr	ración
de MISS en la capacidad nitrificante de los biorreactores de membrana	301
6.75 Influencia de la carrenticativa en el ensuriamiento de la membrana	307
0.7.5. Infutencia de la carga mardancia en el ensuciamento de la memoriana.	
6.7.6. Estudio del ensuciamiento de la membrana mediante analisis de la distribucion y tam	ano de
partículas en el permeado del biorreactor de membrana	313
6.7.7. Efecto del ensuciamiento en la recuperación de la permeabilidad y efecto del influent	e en
membranas de fibra hueca aplicadas a los BRM para tratamiento de aguas residuales urban	ıas. 319
	205
CONCLUSIONES	327
7.1. CONCLUSIONES CONTRASTADAS	
7.2. Aportaciones original es	328
7 3 RECOMENDACIONES	270
, , , , , , , , , , , , , , , , , , ,	
LÍNEAS FUTURAS DE INVESTIGACIÓN	335
BIBLIOGRAFÍA	339

Índice de tablas

Tabla 1 Grado de contaminación de las aguas residuales urbanas 19
Tabla 2 Niveles de tratamiento secundario, nara zonas normales y sensibles, según R D 509/86 32
Tabla 3. Niveles de tratamiento secundario más eliminación de nitrógeno y fósforo, para zonas sensibles
según R D 509/86
Tabla 4 Clasificación de membranas 47
Tabla 5. Eficiencia de eliminación y calidad del efluente en biorreactores de membrana (Melin, 2006), 70
Tabla 6. Volumen de muestra en función de la DBO _c estimada para frascos de 1 litro.
Tabla 7. Curva natrón nara la DOO 93
Tabla 8 Disoluciones natrón de formacina
Tabla 9. Concentración de reactivos necesarios en cromatografía 106
Tabla 10 Patrones de aniones utilizados
Tabla 11 Patrones de cationes utilizados 107
Tabla 12 Fechas y variables de las fases de la investigación 142
Tabla 13 Elementos y dimensiones que componen la estación depuradora Oeste de Granada 145
Tabla 14. Resultados del caudal frente a valores del potenciómetro en planta piloto de biorreactores de
membrana con 1 módulo de superficie total de filtración de 0.93 m^2
Tabla 15 Resultados del caudal frente a distintos valores del potenciómetro en planta piloto de
biorreactores de membrana con 2 módulos con superficie total de 1.86 m^2 177
Tabla 16. Procedimientos de limpieza de módulo de membrana real utilizado en la fase IV de la
investigación 231
Tabla 17 Característica del agua residual de entrada utilizada al biorreactor de membrana en la fase IV de
la investigación
Tabla 18 Permeabilidad inicial (Ka $1/(m^2h Bar))$ de los módulos de membrana fabricados 246
Tabla 19 Permeabilidad tras primera limpieza química con NaOH+NaOCl (Kb 1/(m ² h Bar)) de los
módulos de membrana fabricados 246
Tabla 20. Permeabilidad tras segunda limpieza química con ácido citrico (Kc. 1/(m ² h Bar)) de los módulos
de membrana fabricados
Tabla 21. Resumen de permeabilidad de los módulos de membrana. Ka - permeabilidad inicial. Kb -
permeabilidad tras limpieza con 1% NaOH+0.1% NaOCL. Kb permeabilidad tras limpieza química 1%
de ácido cítrico.
Tabla 22. Concentraciones medias de los MLSS, y de las temperaturas en las tres fases de la
investigación
Tabla 23. Valores medios de DBO ₅ y de DOO a la entrada y salida del BRM y sus rendimientos de
eliminación correspondientes en la última semana de casa intervalo de concentración de MLSS estudiado.
Tabla 24. Comparaciones múltiples mediante procedimiento ANOVA utilizando análisis de Scheffé de
los tiempos de retención de las tres fases de la investigación
Tabla 25. Tabla de comparaciones múltiples mediante análisis Sheffé para el rendimiento de eliminación
de DBO ₅ y de DOO en función de los tiempos de retención hidráulicos
Tabla 26. Tabla de comparaciones múltiples mediante análisis Sheffé para el rendimiento de eliminación
de DBO ₅ y de DQO en función de las temperaturas
Tabla 27. Tabla de comparaciones múltiples mediante análisis Sheffé para el rendimiento de eliminación
de DBO ₅ y de DOO en función de las concentraciones de MLSS
Tabla 28. Parámetros de caracterización del fango del proceso de biorreactores de membrana de las tres
primeras fases de la investigación
Tabla 29. Valores medios de nitrato en los últimos 7 días de cada experimento, concentración v
temperatura media de trabajo de cada experimento
Tabla 30. Velocidad de ensuciamiento (dPTM/dt)de las membranas y presión transmembrana inicial (Po
)para distintas cargas hidráulicas neta (Jnet) a lo largo de la investigación
Tabla 31. Recuperación de la permeabilidad con respecto a la permeabilidad virgen de las membranas en
la fase IV

Índice de figuras

Figura 1. Subdivisión de la materia orgánica en las aguas residuales	(modificado de
Figure 2. Cielo del uituácono (Cámoz y Hontorio 2002)	
Figura 2. Cicio del nitrogeno (Gomez y Honioria, 2005).	
Figura 5. Fases del crecimiento celular en discontinuo (modificado Melcall and Eddy, 199	<i>4</i> 5)
Figura 4. Transformaciones biologicas en plantas de tratamiento	
Figura 5. Esqueina de pranta de tratamiento de l'angos activos.	
Figura 0. Tipos de memoranas (nonioria el al., 2003)	
(AWWARF, LE, WRCSA, 1998)	
Figura 8. Esquema de circulación de flujo de membrana tubular	51
Figura 9. Sección transversal de membrana de fibra hueca.	
Figura 10. Esquema de configuración de membrana de placa y bastidor	53
Figura 11. Sistema de membrana en espiral	54
Figura 12. Esquema de Biorreactor de Membrana	55
Figura 13. Esquema de módulo de membrana	55
Figura 14. (a) Filtración directa (b) Filtración tangencial	
Figura 15. Esquema Biorreactor de membrana sumergida	61
Figura 16.Esquema Biorreactor de Membrana con Recirculación Externa	62
Figura 17. Instalaciones BRM a nivel mundial (modificado de Yang et al., 2006)	65
Figura 18. Capacidad acumulada instalada m ³ /día de Kubota y Zenon. (Judd, 2006)	66
Figura 19. Método manométrico determinación DBO5	91
Figura 20. Esquema de medidor de partículas	
Figura 21. Gráfico de intensidad de luz frente al tiempo del método de extinción de anális	is de partículas
Figura 22. Imagen de cromatografo iónico Methrom [®] . (a) módulos de análisis de cationes	; (b)muestreador
automático.	108
Figura 23. Canal de entrada	116
Figura 24. (a) Canal de entrada. (b)Tornillo sin fin	116
Figura 25. (a)Desengrasador.(b) Desarenador	117
Figura 26. Vista del reactor biológico y módulos de membranas	119
Figura 27. Software control RBM	
Figura 28. Vista del Reactor Biológico	
Figura 29. Vista de módulos de ósmosis inversa	
Figura 30. Depósito agua de salida	
Figura 31. Caudal diario tratado en la planta de BRM de Haría	
Figura 32. MLSS y purgas del fango de reactor biológico realizadas en el periodo de inver	stigación en
planta BRM en Haría	
Figura 33. Evolución DBO ₅ y DQO planta BRM de Haría	
Figura 34. Valores de DBO5 y DQO a la salida de tratamiento de la planta de Haría	129
Figura 35. Evolución SSe y SSs planta de BRM de Haría	
Figura 36. Evolución de los sólidos en suspensión a la salida de la planta de BRM de Hart	ía130
Figura 37. Carga Másica, MLSS, DBO5 salida de planta de BRM de Haría	
Figura 38. Vista aérea de la estación depuradora Oeste de Granada	145
Figura 39. Esquema de la planta de tratamientos de aguas residuales donde se aprecia la c	onexión de la
planta piloto de biorreactores de membrana a decantador primario	146
Figura 40. Elementos del Pretratamiento. (a) Elevación del agua bruta mediante tornillos o	de Arquímedes,
(b) tamices en escalera, (c) desarenado-desengrasado	147
Figura 41. Bomba de alimentación planta piloto	148
Figura 42.Vista de membranas Fibra hueca	148
Figura 43. Planta Piloto Biorreactores de membrana	149
Figura 44. Panel de Control Planta piloto	
Figura 45. (a)Manómetro,(b) rotámetro y(c) termómetro	151
Figura 46. Compresor de aire.	151
Figura 47. Diagrama de flujo de la planta piloto.	
Figura 48. Caudal en l/min frente al valor Potenciómetro en % en la planta piloto de bior	reactores de
membrana con módulo de 0.93 m ²	158

Figura 49. Presión transmembrana frente a variaciones de Potencia en la planta piloto de biorreactores
<i>de membrana con módulo de 0.93 m²</i> 159
Figura 50. Presión transmembrana frente al caudal en la planta piloto de biorreactores de membrana
$con módulo de 0.93 m^2. $
Figura 51. Evolución MLSS y MLSSV experimento 1 de la fase 1ª en el BRM160
Figura 52. Evolución MLSS y MLSSV experimento 2 de la fase 1ª en el BRM161
Figura 53. Evolución de la temperatura en el interior del reactor biológico en el BRM en el experimento 1
de la 1ª fase
Figura 54. Evolución de la temperatura en el interior del reactor biológico en el BRM en el experimento 2
de la 1ª fase
Figura 55. Evolución de la presión transmembrana en el inicio del ciclo de filtrado, final del ciclo de
filtrado y en el ciclo de contralavado en el experimento 1 de la fase 1ª164
Figura 56. Evolución de la presión transmembrana en el inicio del ciclo de filtrado, final del ciclo de
filtrado y en el ciclo de contralavado en el experimento 2 de la fase 1ª164
Figura 57. Evolución de DQO y DBO5 del agua bruta a la entrada de la depuradora durante el
experimento 1 de la fase 1 ^a
Figura 58. Evolución de la DBO ₅ y de la DQO en el experimento 1 de la fase1 ^a . (a) DBO ₅ , DQO en la
entrada del BRM. (b) DBO 5, DQO en la salida del BRM
Figura 59. Evolución de DQO y DBO5 del agua bruta a la entrada de la depuradora durante el
experimento 2 de la fase 1 ^a
Figura 60. Evolución de la DBO ₅ y de la DQO en el experimento 2 de la fase1 ^a . (a) DBO ₅ , DQO en la
entrada del BRM. (b) DBO 5, DQO en la salida del BRM
Figura 61. Evolución del pH de entrada, pH de salida y pH en el reactor biológico de membrana, en el
experimento 1 de la fase 1 ^a
Figura 62 Evolución del pH de entrada, pH de salida y pH en el reactor biológico de membrana, en el
experimento 2 de la fase 1 ^a
Figura 63. Evolución de la conductividad de entrada, salida y reactor biológico en el sistema BRM en el
experimento 1 de la 1ªfase
Figura 64 Evolución de la conductividad de entrada, salida y reactor biológico en el sistema BRM en el
experimento 2 de la 1ªfase
Figura 65. Evolución de los compuestos nitrogenados en el experimento 1 fase 1ª. (a) nitratos, amonio y
nitrógeno total a la entrada BRM. (b) nitratos, amonio y nitrógeno total a la salida del BRM171
Figura 66. Evolución de los compuestos nitrogenados en el experimento 2 fase 1ª. (a) nitratos, amonio y
nitrógeno total a la entrada BRM. (b) nitratos, amonio y nitrógeno total a la salida del BRM172
Figura 67. Sólidos en suspensión del agua de entrada a la estación depuradora. (a) Sólidos en suspensión a
la entrada en el experimento 1 de la fase 1 ^a . (b) Sólidos en suspensión a la entrada en el experimento 2 de
la fase 1 ^a 172
Figura 68. Sólidos en suspensión a la entrada y sólidos en suspensión a la salida en el BRM en el
experimento 1 de la 1ª fase
Figura 69. Sólidos en suspensión a la entrada y sólidos en suspensión a la salida en el BRM en el
experimento 2 de la 1ª fase
Figura 70. Análisis de tamaño y distribución de partículas durante el experimento 1 de la fase 1ª 175
Figura 71. Análisis de tamaño y distribución de partículas durante el experimento 2 de la fase 1ª 175
Figura 72. Fotografía del interior del reactor biológico con dos módulos de membrana.(a) vista de los dos
módulos de membrana en el interior del reactor biológico. (b) vista de las conexiones necesarias para
introducir el segundo módulo de membrana
Figura 73. Caudal en l/min frente al valor Potenciómetro en % en la planta piloto de biorreactores de
membrana con módulos de1.86 m ²
Figura 74. Presión transmembrana frente a variaciones de Potencia en la planta piloto de biorreactores de
membrana con módulos de 1.86 m ²
Figura 75. Presión transmembrana frente al caudal en la planta piloto de biorreactores de membrana con
módulos de 1.86 m ²
Figura 76. Evolución MLSS y MLSSV experimento 1 de la fase 2ª en el BRM
Figura 77. Evolución MLSS y MLSSV experimento 2 de la fase 2ª en el BRM
Figura 78. Evolución MLSS y MLSSV experimento 3 de la fase 2ª en el BRM
Figura 79. Evolución de los sólidos en suspensión y de los sólidos en suspensión volátiles del digestor en
el experimento 3 de la fase 2ª

Figura 80. Evolución de la temperatura en el interior del reactor biológico en el BRM en el experimento 1
Figura 81. Evolución de la temperatura en el interior del reactor biológico en el BRM en el experimento 2
de la 2 ^a fase
de la 2ª fase
Figura 83. Evolución de la presión transmembrana en el inicio del ciclo de filtrado, final del ciclo de filtrado y en el ciclo de controlavado en el experimento 1 de la fose 2ª
Figure 84. Evolución de la preción transmombrane en el inicio del cielo de filtrado, final del cielo de
filtrado y en el ciclo de contralavado en el experimento 2 de la fase 2ª
Figura 85. Evolución de la presión transmembrana en el inicio del ciclo de filtrado, final del ciclo de
filtrado y en el ciclo de contralavado en el experimento 3 de la fase 2ª186
Figura 86. Evolución de DQO y DBO5 del agua bruta a la entrada de la depuradora durante el
experimento 1 de la fase 2 ^a
Figura 87. Evolución de la DBO ₅ y de la DQO en el experimento 1 de la fase2 ^a . (a) DBO ₅ , DQO en la
entrada del BRM. (b) DBO 5, DQO en la salida del BRM
Figura 88. Evolución de DQO y DBO5 del agua bruta a la entrada de la depuradora durante el
experimento 2 de la fase 2^a
Figura 89. Evolucion de la DBO ₅ y de la DQO en el experimento 2 de la fase2". (a) DBO 5, DQO en la
Entrada del BKM. (b) DBO 5, DQO en la salida del BKM
Figura 90. Evolución de DQO y DBOS del agua ofuta a la entrada de la depuradora durante el experimento 3 de la fase 2^a 180
Figura 91 Evolución de la DBO, y de la DOO en el experimento 3 de la fase ^{2a} (a) DBO, DOO en la
entrada del BRM (b) DBO - DOO en la salida del BRM
Figura 92 Evolución del pH de entrada pH de salida v pH en el reactor biológico de membrana en el
experimento 1 de la fase 2^a 190
Figura 93. Evolución del pH de entrada, pH de salida y pH en el reactor biológico de membrana, en el
experimento 2 de la fase 2 ^a
Figura 94. Evolución del pH de entrada, pH de salida y pH en el reactor biológico de membrana, en el
experimento 3 de la fase 2 ^a
Figura 95. Evolucion de la conductividad de entrada, salida y reactor biológico en el sistema BRM en el
Experimento 1 de la 2 Tase
experimento 2 de la 2ª fase
Figura 97 Evolución de la conductividad de entrada salida y reactor biológico en el sistema BRM en el
experimento 3 de la 2ªfase 193
Figura 98 Evolución de los compuestos nitrogenados en el experimento 1 fase 2 ^a (a) nitritos nitratos
amonio v nitrógeno total a la entrada BRM. (b) nitritos, nitratos, amonio v nitrógeno total a la salida del
BRM
Figura 99. Evolución de los compuestos nitrogenados en el experimento 2 fase 2 ^a . (a)nitritos, nitratos,
amonio y nitrógeno total a la entrada BRM. (b) nitritos, nitratos, amonio y nitrógeno total a la salida del
BRM
Figura 100. Evolución de los compuestos nitrogenados en el experimento 3 fase 2ª. (a) nitritos, nitratos,
amonio y nitrógeno total a la entrada BRM. (b) nitritos, nitratos, amonio y nitrógeno total a la salida del
BRM
Figura 101. Sólidos en suspensión del agua de entrada a la estación depuradora. (a) Sólidos en suspensión
a la entrada en el experimento 1 de la fase 2 ^a . (b) Sólidos en suspensión a la entrada en el experimento 2
de la fase 2 ^a . (c) Sólidos en suspensión a la entrada en el experimento 3 de la fase 2 ^a 197
Figura 102. Sólidos en suspensión a la entrada y sólidos en suspensión a la salida en el BRM en el
experimento 1 de la 2ª fase
Figura 103. Sólidos en suspensión a la entrada y sólidos en suspensión a la salida en el BRM en el
experimento 2 de la 2^a fase. 198
Figura 104. Solidos en suspensión a la entrada y sólidos en suspensión a la salida en el BRM en el
Experimento 3 de la 2 ^{er} tase
Figura 105. Analisis de tamaño y distribución de particulas durante el experimento 2 de la tase 2 ^a 200
Figura 100. Analisis de taliano y distribución de particulas durante el experimento 5 de la fase 2"200 Figura 107. Escharichia coli detectada en la entrada del DDM, en el reseter y en la calida del DDM
durante al experimento 1 de la 2ª fase

Figura 108. <i>Escherichia coli</i> detectada en la entrada del BRM, en el reactor y en la salida del BRM durante el experimento 2 de la 2ª fase 202
Figura 109. Colifagos en la entrada del BRM, reactor y salida del BRM durante el experimento 1 de la 2ª fase
Figura 110. Colifagos en la entrada del BRM, reactor y salida del BRM durante el experimento 2 de la 2ª fase 204
Figura 111. Evolución MLSS y MLSSV experimento 1 de la fase 3ª en el BRM
Figura 112. Evolución MLSS y MLSSV experimento 2 de la fase 3ª en el BRM
Figura 113. Evolución de la temperatura en el interior del reactor biológico en el BRM en el experimento 1 de la 3ª fase
Figura 114. Evolución de la temperatura en el interior del reactor biológico en el BRM en el experimento 2 de la 3ª fase
Figura 115. Evolución de la presión transmembrana en el inicio del ciclo de filtrado, final del ciclo de filtrado y en el ciclo de contralayado en el experimento 1 de la fase 3 ^a 209
Figura 116. Evolución de la presión transmembrana en el inicio del ciclo de filtrado, final del ciclo de
filtrado y en el ciclo de contralavado en el experimento 2 de la fase 3ª
Figura 117. Evolución de DQO y DBO5 del agua bruta a la entrada de la depuradora durante el
Experimento I de la fase 3 ^e
entrada del BRM. (b) DBO 5, DOO en la salida del BRM
Figura 119. Evolución de DQO y DBO5 del agua bruta a la entrada de la depuradora durante el
experimento 2 de la fase 3 ^a
Figura 120. Evolución de la DBO ₅ y de la DQO en el experimento 2 de la fase 3 ^a . (a) DBO ₅ , DQO en la artrada del BBM
Figura 121 Evolución del nH de entrada nH de salida y nH en el reactor biológico de membrana en el
experimento 1 de la fase 3^a 213
Figura 122. Evolución del pH de entrada, pH de salida v pH en el reactor biológico de membrana, en el
experimento 2 de la fase 3 ^a
Figura 123. Evolución de la conductividad de entrada, salida y reactor biológico en el sistema BRM en el
experimento 1 de la 3ª fase
Figura 124. Evolución de la conductividad de entrada, salida y reactor biológico en el sistema BRM en el
experimento 2 de la 3° fase
amonio y nitrógeno total a la entrada BRM. (b) nitritos, nitratos, amonio y nitrógeno total a la salida del BRM
Figura 126. Evolución de los compuestos nitrogenados en el experimento 2 fase 3 ^a . (a)nitritos, nitratos,
amonio y nitrógeno total a la entrada BRM. (b) nitritos, nitratos, amonio y nitrógeno total a la salida del BRM 217
Figura 127. Sólidos en suspensión del agua de entrada a la estación depuradora. (a) Sólidos en suspensión
a la entrada en el experimento 1 de la fase 3 ^a . (b) Sólidos en suspensión a la entrada en el experimento 2 de la fase 3 ^a
Figura 128. Sólidos en suspensión a la entrada y sólidos en suspensión a la salida en el BRM en el
experimento 1 de la 3ª fase
Figura 129. Sólidos en suspensión a la entrada y sólidos en suspensión a la salida en el BRM en el
Experimento 2 de la 3º fase
Figura 130. Analisis de tamaño y distribución de partículas durante el experimento 1 de la fase 3 ^a
Figura 131. Analisis de tamano y distribución de particulas durante el experimiento 2 de la fase 5
agua de entrada BRM [•] AS - agua de salida del BRM [•] AD - agua destilada
Figura 133. Coeficiente de absorción espectral en el experimento 1 de la fase 3ª, medido a 436nm, 525
nm, 620 nm. (a) coeficiente de absorción espectral medido en el agua de entrada a BRM. (b) coeficiente
de absorción espectral medido en el agua de salida del BRM
Figura 134. Color medido mediante coeficiente de absorción espectral en el experimento 2 de la fase 3ª,
medido a 436nm, 525 nm, 620 nm. (a) coeficiente de absorción espectral medido en el agua de entrada a
BRM. (b) coefficiente de absorción espectral medido en el agua de salida del BRM
Figura 135. Turbidez de entrada y salida del BKM en el experimento 1 de la 3ª fase
rigura 150. Turbidez de entrada y sanda del BKIVI en el experimento 2 de la 3º fase

Figura 137. <i>Escherichia coli</i> detectada en la entrada del BRM, en el reactor y en la salida del BRM durante el experimento 1 de la 3ª fase
Figura 138. <i>Escherichia coli</i> detectada en la entrada del BRM, en el reactor y en la salida del BRM durante el experimento 2 de la 3ª fase
Figura 139. Colifagos en la entrada del BRM, reactor y salida del BRM durante el experimento 1 de la 3ª fase
Figura 140. Colifagos en la entrada del BRM, reactor y salida del BRM durante el experimento 2 de la 3ª fase
Figura 141. Fotografía de la planta piloto y del módulo de membrana utilizados en el estudio de permeabilidad e integridad de las membranas
Figura 142. Diagrama de flujo de la planta piloto en la que se ensució el módulo de membrana utilizado en los ensayos de integridad y permeabilidad
Figura 143. Esquema de la división del módulo de membrana para medida de permeabilidad y de integridad. (a) Alzado de la parte frontal del módulo. (b) Alzado de la parte trasera del módulo. (c) Planta del módulo muestra como estaba situado el módulo en el interior del reactor biológico
Figura 145. (a) Distribución de las fibras en el cabezal de la membrana para la fabricación de módulos. (b) Detalle de del cabezal soporte de las membranas de fibra hueca
Figura 146. (a) Fotografía del módulo de membrana fabricado. (b) Fotografía de detalle del soporte superior del módulo de membrana
Figura 148. Esquema de la planta piloto utilizado para la medida de la permeabilidad
Figura 153. Procedimiento experimental seguido con los ensayos de permeabilidad
Figura 158. Ensayo de integridad (PDT) para el módulo de la sección B1-1 con presión inicial de 0.3 bar. 249
Figura 159. Ensayo de integridad (PDT) para el módulo de la sección C1-1 con presión inicial de 0.3 bar.
Figura 160. Ensayo de integridad (PDT) para el módulo de la sección B2-1 con presión inicial de 0.3 bar.
Figura 161. Ensayo de integridad (PDT) para el módulo de la sección B1-2 con presión inicial de 0.3 bar.
Figura 162. Ensayo de integridad (PDT) para el módulo de la sección B1-2 con presión inicial de 0.3 bar.
Figura 163. Ensayo de integridad (PDT) para el módulo de la sección A1-1, B1-1 con presión inicial de 0.5 bar
 Figura 164. Fotografía de las muestras de membranas cogidas de distintas secciones del módulo de membranas para realizarse el SEM (Microscopía electrónica)
ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1mm; (b) análisis a resolución de 10µm

resolución de 1mm; (b) análisis a resolución de 10µm
Figura 169. Análisis de SEM de la sección B1-1 posterior a las a las limpiezas químicas, tras haberse
realizado previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1mm; (b) análisis a resolución
de 10µm
Figura 170. Análisis de SEM de la sección B1-1 posterior a las a las limpiezas químicas sin realizarse
previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1mm; (b) análisis a resolución de 10µm.
257
Figura 171. Análisis de SEM de la sección C1-1 previo a las limpiezas químicas. (a) Análisis a resolución
de 1mm; (b) análisis a resolución de 10um; (c) análisis a resolución de 100 um
Figura 172. Análisis de SEM de la sección A1-2 previo a las limpiezas químicas. (a) Análisis a resolución
de 500 µm [·] (b) análisis a resolución de 10µm [·] 258
Figura 173 Análisis de SEM de la sección A1-2 posterior a las limpiezas químicas y tras el ensavo de
integridad (a) Análisis a resolución de 500 µm ⁻ (b) análisis a resolución de 10µm ⁻ 259
Figura 174 Análisis de SEM de la sección A1-2 posterior a las limpiezas químicas sin realizarse
previamente el ensavo de integridad (a) Análisis a resolución de 1 mm : (b) análisis a resolución de
10um
Figura 175 Análisis de SEM de la sección B1-2 previo a las limpiezas químicas (a) Análisis a resolución
de 500 µm : (b) análisis a resolución de 10µm
Figure 176 Análisis de SEM de la sección B1.2 posterior a las limpiezas químicas realizándose
regula 170. Altansis de SELVI de la sección B1-2 posterior a las implezas químicas realizandose previamente el ensuyo de integridad (a) Análisis a resolución de 500 um : (b) análisis a resolución de
10um
Figure 177 Anólisis de SEM de la seguión P1 2 posterior e las limpiazos químicos sin realizarse
Figura 177. Analisis de SEIVI de la sección B1-2 posterior a las implezas químicas sin realizaise
previamente el ensayo de integridad. (a) Analisis a resolución de 1 mm ² , (b) analisis a resolución de
$10\mu \text{m}$
Figura 178. Analisis de SEM de la sección $C1-2$ previo a las implezas químicas. (a) Analisis a resolución
de 500 μ m; (b) analisis a resolucion de 10 μ m
Figura 179. Analisis de SEM de la sección C1-2 posterior a las limpiezas químicas y habiendose realizado
previamente el ensayo de integridad. (a) Analisis a resolución de 500 μ m; (b) analisis a resolución de
10μm
Figura 180. Análisis de SEM de la sección C1-2 posterior a las limpiezas químicas sin realizarse
Figura 180. Análisis de SEM de la sección C1-2 posterior a las limpiezas químicas sin realizarse previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1 mm ; (b) análisis a resolución de
Figura 180. Análisis de SEM de la sección C1-2 posterior a las limpiezas químicas sin realizarse previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1 mm ; (b) análisis a resolución de 10µm
Figura 180. Análisis de SEM de la sección C1-2 posterior a las limpiezas químicas sin realizarse previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1 mm ; (b) análisis a resolución de 10μm
Figura 180. Análisis de SEM de la sección C1-2 posterior a las limpiezas químicas sin realizarse previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1 mm ; (b) análisis a resolución de 10μm
Figura 180. Análisis de SEM de la sección C1-2 posterior a las limpiezas químicas sin realizarse previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1 mm ; (b) análisis a resolución de 10μm
Figura 180. Análisis de SEM de la sección C1-2 posterior a las limpiezas químicas sin realizarse previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1 mm ; (b) análisis a resolución de 10µm
Figura 180. Análisis de SEM de la sección C1-2 posterior a las limpiezas químicas sin realizarse previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1 mm ; (b) análisis a resolución de 10µm
Figura 180. Análisis de SEM de la sección C1-2 posterior a las limpiezas químicas sin realizarse previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1 mm ; (b) análisis a resolución de 10µm
Figura 180. Análisis de SEM de la sección C1-2 posterior a las limpiezas químicas sin realizarse previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1 mm ; (b) análisis a resolución de 10µm
Figura 180. Análisis de SEM de la sección C1-2 posterior a las limpiezas químicas sin realizarse previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1 mm ; (b) análisis a resolución de 10µm
Figura 180. Análisis de SEM de la sección C1-2 posterior a las limpiezas químicas sin realizarse previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1 mm ; (b) análisis a resolución de 10µm
Figura 180. Análisis de SEM de la sección C1-2 posterior a las limpiezas químicas sin realizarse previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1 mm ; (b) análisis a resolución de 10µm. .262 Figura 181. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la sección A1-1 previo a las limpiezas químicas. .263 Figura 182. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la sección .264 Figura 183. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la .264 Figura 183. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la .265 Figura 184. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la .265 Figura 184. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la .265 Figura 184. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la .265 Figura 185. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la .266 Figura 185. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la .266 Figura 185. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la .266 Figura 185. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la .266 Figu
Figura 180. Análisis de SEM de la sección C1-2 posterior a las limpiezas químicas sin realizarse previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1 mm ; (b) análisis a resolución de 10µm. .262 Figura 181. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la sección A1-1 previo a las limpiezas químicas. .263 Figura 182. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la sección .264 Figura 183. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la .264 Figura 183. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la .265 Figura 184. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la .265 Figura 184. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la .266 Figura 185. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la .266 Figura 184. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la .266 Figura 185. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la .266 Figura 185. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la .266 Figura 185. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la sección .267
Figura 180. Análisis de SEM de la sección C1-2 posterior a las limpiezas químicas sin realizarse previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1 mm ; (b) análisis a resolución de 10µm. .262 Figura 181. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la sección A1-1 previo a las limpiezas químicas. .263 Figura 182. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la sección .264 Figura 183. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la .264 Figura 183. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la .265 Figura 184. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la .265 Figura 184. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la .266 Figura 185. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la .266 Figura 184. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la .266 Figura 185. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la .266 Figura 185. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la .266 Figura 185. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la sección .267
Figura 180. Análisis de SEM de la sección C1-2 posterior a las limpiezas químicas sin realizarse previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1 mm ; (b) análisis a resolución de 10µm
Figura 180. Análisis de SEM de la sección C1-2 posterior a las limpiezas químicas sin realizarse previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1 mm ; (b) análisis a resolución de 10µm
Figura 180. Análisis de SEM de la sección C1-2 posterior a las limpiezas químicas sin realizarse previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1 mm ; (b) análisis a resolución de 10µm
Figura 180. Análisis de SEM de la sección C1-2 posterior a las limpiezas químicas sin realizarse previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1 mm ; (b) análisis a resolución de 10µm
Figura 180. Análisis de SEM de la sección C1-2 posterior a las limpiezas químicas sin realizarse previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1 mm ; (b) análisis a resolución de 10µm
Figura 180. Análisis de SEM de la sección C1-2 posterior a las limpiezas químicas sin realizarse previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1 mm ; (b) análisis a resolución de 10µm
Figura 180. Análisis de SEM de la sección C1-2 posterior a las limpiezas químicas sin realizarse previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1 mm ; (b) análisis a resolución de 10µm. 262 Figura 181. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la sección A1-1 previo a las limpiezas químicas. 263 Figura 182. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la sección A1-2 antes de las limpiezas químicas. 264 Figura 183. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la sección B1-1 antes de las limpiezas químicas. 265 Figura 184. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la sección B1-1 antes de las limpiezas químicas. 265 Figura 184. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la partícula presente en la sección B1-1 anterior a las limpiezas químicas. 266 Figura 185. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la partícula presente en la sección B1-1 anterior a las limpiezas químicas. 266 Figura 185. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la sección C1-2 antes de las limpiezas químicas. 266 Figura 186. (a) Oxígeno disuelto en el BRM, caudal de aire utilizado en el BRM y MLSS del experimento 1 de la fase I. (b) Oxígeno disuelto en el BRM, caudal de aire utilizado en el BRM y MLSS del experimento 2 de la fase I. 269 Figura 187. (a) Oxígeno disuelto en el BRM, caudal de aire utilizado en el BRM y
Figura 180. Análisis de SEM de la sección C1-2 posterior a las limpiezas químicas sin realizarse previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1 mm ; (b) análisis a resolución de 10µm. 262 Figura 181. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la sección A1-1 previo a las limpiezas químicas. 263 Figura 182. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la sección A1-2 antes de las limpiezas químicas. 264 Figura 183. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la sección B1-1 antes de las limpiezas químicas. 265 Figura 184. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la sección B1-1 antes de las limpiezas químicas. 265 Figura 184. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la partícula presente en la sección B1-1 anterior a las limpiezas químicas. 266 Figura 185. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la partícula presente en la sección B1-1 anterior a las limpiezas químicas. 266 Figura 185. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la sección C1-2 antes de las limpiezas químicas. 266 Figura 186. (a) Oxígeno disuelto en el BRM, caudal de aire utilizado en el BRM y MLSS del experimento 2 de la fase I. 269 Figura 187. (a) Oxígeno disuelto en el BRM, caudal de aire utilizado en el BRM y MLSS del experimento 3 de la fase II. 270 Figura 188. (a
Figura 180. Análisis de SEM de la sección C1-2 posterior a las limpiezas químicas sin realizarse previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1 mm ; (b) análisis a resolución de 10µm
Figura 180. Análisis de SEM de la sección C1-2 posterior a las limpiezas químicas sin realizarse previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1 mm ; (b) análisis a resolución de 10µm
Figura 180. Análisis de SEM de la sección C1-2 posterior a las limpiezas químicas sin realizarse previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1 mm ; (b) análisis a resolución de 10µm
Figura 180. Análisis de SEM de la sección C1-2 posterior a las limpiezas químicas sin realizarse previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1 mm ; (b) análisis a resolución de 10µm
Figura 180. Análisis de SEM de la sección C1-2 posterior a las limpiezas químicas sin realizarse previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1 mm ; (b) análisis a resolución de 10µm

Figura 191. Rendimiento de eliminación de DQO. (a) Rendimiento de eliminación de DQO a TRH=8.05 h; (b) Rendimiento de eliminación de DQO a TRH=11.71 h; (c) Rendimiento de eliminación de DQO a TRH=15 h	78
Figura 192. Relación de tiempos de retención hidráulica y el rendimiento de eliminación de la DBO5, de las tres fases de la investigación 28	; 32.
Figura 193. Relación de tiempos de retención hidráulica y el rendimiento de eliminación de la DQO, de las tres fases de la investigación	×3
Figura 194. DBO ₅ media de salida del BRM en función del TRH y de la temperatura de las tres fases de la investigación	, j ₹5
Figura 195. DBO ₅ media de salida del BRM en función del TRH y de la concentración de MLSS de las	
tres fases de la investigación	56
Figura 196. Volumen de purga realizado en el experimento 1 de la fase 1	<i>)</i> 0
Figura 197. Influencia de la temperatura en la eliminación de fango	13
Figura 198. Relación experimental existente entre el TRC teórico y el TRC experimental en función de la temperatura	a)4
Figura 199. Rendimiento de eliminación de fango del sistema en función de el TRC real29)5
Figura 200. Comparativa del caudal de purga real y producción de fango real con los calculados a partir de la ecuación de caudal de purga obtenida	97
Figura 201. Comparativa del caudal de purga real y producción de fango real con los calculados a partir	
de la ecuación de caudal de purga obtenida)8
Figura 202. Relación de MLSSV/MLSS en función del TRC a lo largo de las tres primeras fases de la investigación de fondo)0
Figura 203. Concentración media de nitrito los últimos 7 días de cada experimento en función de la	10
concentración de MISS y de los tiempos de retención hidróulicos	15
Figure 204 (a) Efecto de la carga hidróulica neta a la velocidad de ensuciamiento de la membrana medic	10
en el contralavado. (b) representación en escala logarítmica de la velocidad de ensuciamiento medida en el contralavado. (b) representación en escala logarítmica de la velocidad de ensuciamiento medida en el contralavado. (b) representación en escala logarítmica de la velocidad de ensuciamiento medida en el contralavado. (b) representación en escala logarítmica de la velocidad de ensuciamiento medida en el contralavado. (b) representación en escala logarítmica de la velocidad de ensuciamiento medida en el contralavado. (b) representación en escala logarítmica de la velocidad de ensuciamiento medida en el contralavado. (b) representación en escala logarítmica de la velocidad de ensuciamiento medida en el contralavado. (b) representación en escala logarítmica de la velocidad de ensuciamiento medida en el contralavado. (b) representación en escala logarítmica de la velocidad de ensuciamiento medida en el contralavado. (b) representación en escala logarítmica de la velocidad de ensuciamiento medida en el contralavado. (b) representación en escala logarítmica de la velocidad de ensuciamiento medida en el contralavado. (b) representación en escala logarítmica de la velocidad de ensuciamiento medida en el contralavado. (b) representación en escala logarítmica de la velocidad de ensuciamiento medida en el contralavado. (b) representación en escala logarítmica de la velocidad de ensuciamiento medida en el contralavado. (b) representación en escala logarítmica de la velocidad de ensuciamiento medida en el contralavado. (b) representación en escala logarítmica de la velocidad de ensuciamiento medida en el contralavado. (b) representación en escala logarítmica de la velocidad de ensuciamiento de ensuciamiento de la velocidad de ensuciamiento de la velocidad de ensuciamiento de la velocidad de ensuciamiento de la	1a
= 1	19
en el filtrado. (b) representación en escala logarítmica de la velocidad de ensuciamiento de la memorana medica en el	
$\Sigma = 20(100) \Sigma = 1000$.0
medido en el ciclo de contralavado. (b) Presión inicial calculada para cada experimento en función del fujo neto aplicado en el medido en el ciclo de contralavado. (b) Presión inicial calculada para cada experimento en función del	
flujo neto aplicado en el medido en el ciclo de filtrado	. 1
Figura 207. Análisis de las partículas de 2 y 5 µm en el permeado a lo largo de las distintas fases de la investigación	4
Figura 208. <i>E.coli</i> a la salida, entrada y reactor biológico a en los experimento realizados en las fases II y III	/ 6
Figura 209.Recuperación de permeabilidad tras limpieza química con NaOH y Ácido cítrico en la fase IV de la investigación.	V 9
Figura 210 Recuperación de la permeabilidad con respecto a la permeabilidad virgen de la membrana e	n
función de la permeabilidad inicial tras la limpieza con 1% NaOH+0.1% NaOCl en la fase IV de la	51 51
Eigure 211 Deguneragión de la normachilidad con regenerate a la normachilidad virgan de la martherese a	.1 n
función de la permeabilidad inicial tras la limpieza con 1% de ácido cítrico en la fase IV de la	11
Investigación	2

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

Para empezar la presentación del siguiente documento, se hará un planteamiento del problema que estará dividido en dos grandes apartados.

El primero consistirá en una introducción a la problemática existente con las aguas residuales viendo los problemas medioambientales que causan y la legislación aplicable a esta problemática para posteriormente ver las bases de los tratamientos de depuración que actualmente se están llevando a cabo, siendo el tratamiento de fangos activos el más utilizado a nivel mundial, por lo que se verá el funcionamiento a grandes rasgos de este tratamiento y los posibles problemas que puede tener su explotación.

El segundo apartado se introducirá en la situación actual de la técnica de los biorreactores de membrana. Este apartado consistirá en ver previamente los fundamentos del proceso de la tecnología de membranas, centrándose en la caracterización de las membranas y modos de operación de éstas, para posteriormente introducirnos en cómo funcionan los biorreactores de membrana (BRM), los tipos que existen y los distintos parámetros típicos utilizados en estos sistemas. Después se hará una introducción a la evolución histórica y cómo se ha ido implantando esta tecnología a nivel mundial, seguido de una amplia revisión bibliográfica, que dará una idea de cómo está la técnica actualmente introduciendo el cómo y por qué se realizó la presente investigación.

1.1. INTRODUCCIÓN

Como se ha comentado anteriormente esta introducción inicial nos da una idea de la problemática existente de las aguas residuales urbanas, se verá que los tratamientos biológicos son los más apropiados para la eliminación de la contaminación en este tipo aguas, se profundizará en este tipo de tratamientos para ver el fundamento del proceso, centrándose inicialmente en el proceso de fangos activos para concluir con los problemas que se pueden originar en la explotación de estas plantas de tratamiento de aguas residuales.

1.1.1. Aguas residuales urbanas, características y problemática

Se puede definir como agua residual aquella que procede del empleo de un agua natural o de la red en un uso determinado. La eliminación del agua residual se conoce como vertido.

El desarrollo de la teoría del germen a cargo de Koch y Pasteur en la segunda mitad del siglo XIX marcó el inicio de una nueva era en el campo del saneamiento. Antes de estos estudios no se había profundizado demasiado en la relación existente entre contaminación y contaminantes (Metcalf and Eddy, 1995). Snow en 1849 demostró la transmisión del cólera a través de aguas contaminadas por aguas residuales; a partir de éste momento se tomó conciencia de que las aguas residuales eran transmisoras de enfermedades y por lo tanto un problema que resolver (Gómez y Hontoria, 2003).

Las aguas residuales, además de patógenos, contienen otras muchas sustancias contaminantes; definir de una forma exacta lo que es un agua residual es complejo, ya que está en función de las características que se den en cada población o industria, y también depende del sistema de recogida que se emplee, pudiendo ser:

- > Aguas residuales domésticas, procedentes de zonas residenciales o similares.
- Infiltraciones y aportaciones incontroladas, son aguas que entran de forma directa o indirecta en la red de alcantarillado y no se conoce demasiado su composición.
- Aguas pluviales, que son aguas resultantes de las escorrentías superficiales, con contaminantes en metales pesados.
- > Aguas de complejos industriales u hospitalarias.

Las zonas residenciales y los centros comerciales constituyen las principales fuentes de generación de aguas residuales urbanas, por lo tanto, la cantidad de agua residual depende directamente de la cantidad de población, por ello es muy típico hacer una determinación del caudal del agua residual en función de la población equivalente. El caudal de agua residual es variante a lo largo del día, y también a lo largo del año (Metcalf and Eddy, 1995).

La composición de las aguas residuales puede ser muy variable, pues depende de muchos factores; en la Tabla 1 se pueden apreciar unos valores típicos de parámetros físico-químicos de aguas residuales urbanas en función del grado de contaminación.

Parámetros	Grado de contaminación		
	Fuerte	Media	Débil
Sólidos totales	1000	500	200
Sólidos totales fijos	300	150	80
Sólidos totales volátiles	700	350	120
Sólidos en suspensión	500	300	100
Sólidos en suspensión fijos	100	50	30
Sólidos en suspensión volátiles	400	250	70
Sólidos disueltos	500	200	100
Sólidos disueltos fijos	200	100	50
Sólidos disueltos volátiles	300	100	50
Sólidos sedimentables	250	180	40
Sólidos sedimentables fijos	150	108	24
Sólidos sedimentables volátiles	100	72	16
D.B.O.,	400	220	110
D.Q.O.	1.000	500	250
С.О.Т.	290	160	80
Nterel	86	50	25
N _{orrénico}	35	20	10
NH ⁺	50	30	15
NO	0,4	0,2	0,1
NO;	0,1	0,05	0,0
P. De scarbinos shoults stas.	15	8	4
Perminico	5	3	1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1
P _{inoreénico}	10	5	3
pH	6-9	6-9	6-9
Grasas	150	100	50

Tabla 1. Grado de contaminación de las aguas residuales urbanas
(Gómez y Hontoria, 2003).

Entre los distintos elementos contaminantes que contiene el agua residual urbana, cabría destacar la materia orgánica, procedente principalmente de las aguas domésticas; estos compuestos son de naturaleza reductora, por lo que consumirán oxigeno, y pueden estar presentes de forma coloidal o disuelta. Además existe la presencia de elementos de naturaleza inorgánica, que pueden ser de muy distinta composición, desde nutrientes

como el nitrógeno y el fósforo, hasta sustancias tóxicas y peligrosas (Gómez y Hontoria, 2003).

La materia orgánica de las aguas residuales puede subdividirse en varias categorías (Figura 1), basándose la primera división de importancia en la biodegradabilidad. La materia orgánica no biodegradable es biológicamente inerte y pasa a través de un sistema de tratamiento biológico sin modificarse, pudiéndose diferenciar en dos grupos dependiendo de su estado físico: soluble y particulada. La materia inerte soluble (SI) abandonará el sistema de tratamiento biológico con el mismo nivel de concentración con el que entró. La materia inerte suspendida (XI), normalmente quedará atrapada en los fangos del proceso biológico.

La materia orgánica biodegradable puede dividirse a su vez en dos grupos también: rápidamente biodegradable y lentamente biodegradable; tanto la rápidamente biodegradable como la lentamente biodegradable pueden presentarse en estado soluble o particulado.



Figura 1. Subdivisión de la materia orgánica en las aguas residuales (modificado de Henze et al., 1987)

A efectos prácticos se considera toda la materia rápidamente biodegradable como si fuera soluble (Ss), y toda la materia lentamente biodegradable como si fuera particulada (Xs).

Por lo tanto, teniendo en cuenta todo lo anterior, el agua residual debido a su composición, puede originar problemas medioambientales muy severos, la presencia de materia orgánica junto con nutrientes puede provocar alteraciones en la microbiota de un sistema, llegándose a producir eutrofización del medio, con presencia de sustancias tóxicas que pueden causar daños muy graves, incluso a los seres humanos, si se utiliza esta agua.

1.1.2. Ciclo del nitrógeno

Como se comprueba en el apartado anterior, los compuestos nitrogenados están muy presentes en las aguas residuales urbanas e intervienen en el tratamiento biológico que se puede realizar a esta agua.

Todos los organismos requieren nitrógeno para vivir y crecer. A pesar de que la mayoría del aire que se respira es N_2 , que aunque en su mayoría esté en la atmósfera, no está al alcance para el uso de los organismos. La razón reside en el fuerte enlace triple entre los átomos N en las moléculas de N_2 .

El Nitrógeno es un elemento que existe en forma inorgánica y orgánica. De forma inorgánica como N_2 , NH_4^+ , NO_2^- y NO_3^- , se encuentra, por tanto, en muchos estados de oxidación, que van desde -3 en el NH_4^+ a +5, en el NO_3^- . El porcentaje en que se encuentra cada uno de ellos varía por una serie de transformaciones biológicas, físicas o químicas, encontrándose en equilibrio en la naturaleza. Estas transformaciones son: fijación, asimilación, amonificación, nitrificación y desnitrificación, entre otras. Es difícil valorar las cantidades de nitrógeno presentes en los distintos compartimentos de la biosfera, con excepción de la atmósfera donde se encuentra presente en un 79% (Prescott et al., 1999), y en los compuestos nitrogenados de origen industrial que son de 4 a 5 veces más abundantes que aquéllos que provienen de la fijación biológica del nitrógeno atmosférico (Figura 2).



Figura 2. Ciclo del nitrógeno (Gómez y Hontoria, 2003).

Los iones de nitrógeno inorgánico, amonio, nitrito y nitrato, se encuentran como sales muy solubles en agua; en la exosfera se encuentran diluidos en soluciones acuosas, formando pequeños depósitos de reciclado activo. En climas templados, la materia orgánica presente en los suelos, el humus, constituye una abundante reserva de nitrógeno relativamente estable, que pasa a estar disponible para los organismos vivos tras su mineralización.

El mecanismo de amonificación representa cuantitativamente el mayor flujo en el ciclo del nitrógeno. El amoníaco, en su estado ionizado (NH_4^+) es fácilmente asimilable por los vegetales y por la mayoría de los microorganismos, y se incorpora de nuevo a los compuestos orgánicos. No obstante, en presencia de oxígeno, un amplio grupo de procariotas, las bacterias nitrificantes quimiolitotróficas, obtienen energía oxidando el NH_4^+ a través de varios intermediarios.

La fijación del nitrógeno es un proceso en el cual el N_2 se convierte en amonio. Éste es esencial porque es la única manera en la que los organismos pueden obtener nitrógeno directamente de la atmósfera.

$$N_2 \rightarrow NH_4^+$$

La nitrificación ocurre en dos fases:

$NH_4^+ \rightarrow NO_2^- \rightarrow NO_3^-$

El proceso de nitrificación consiste en los sucesivos pasos de oxidación del amonio que se convierte en nitrito y posteriormente en nitrato. Las bacterias que llevan a cabo esta reacción obtienen energía de sí misma. La nitrificación requiere la presencia de oxígeno; por consiguiente, puede suceder solamente en ambientes ricos de oxígeno, como las aguas que circulan o que fluyen. El proceso de nitrificación tiene algunas importantes consecuencias: los iones de amonio tienen carga positiva y por consiguiente se pegan a partículas y materias orgánicas del suelo que tienen carga negativa. La carga positiva previene de que el nitrógeno del amonio sea barrido del suelo por las lluvias. Por otro lado, el ión de nitrato con carga negativa no se mantiene en las partículas del suelo ya que puede percolar llevando a una disminución de la fertilidad del suelo y a un enriquecimiento de nitratos a las aguas corrientes subterráneas y por consiguiente a las superficiales.

El nitrato ha sido considerado como la forma más conveniente de nitrógeno inorgánico para los vegetales, en gran parte debido a que es el compuesto nitrogenado predominante en los ambientes óxicos como los terrenos agrícolas además de lo anteriormente expuesto. No obstante, las plantas podrían, casi con certeza, aprovechar el NH_4^+ como su fuente principal de nitrógeno en el caso de que cesara la nitrificación.

En condiciones anóxicas se aprecia una consecuencia indirecta posterior a la nitrificación, cifrada en que el nitrato puede actuar como receptor de electrones sustituyendo al oxígeno en gran número de bacterias del suelo, por un proceso respiratorio que se denomina reducción desasimilativa de los nitratos. Algunas de las formas más reducidas de nitrógeno producidas así, son gaseosas, y la pérdida consiguiente de nitrógeno gaseoso del sistema se conoce como desnitrificación.

A través de la desnitrificación, las formas oxidadas de nitrógeno como el nitrato y el nitrito (NO_2^{-}) se convierten en nitrógeno (N_2) y, en menor medida, en gas óxido nitroso. La desnitrificación es un proceso anaeróbico llevado a cabo por las bacterias que desnitrifican y que convierten el nitrato en nitrógeno con la siguiente secuencia:

$NO_3^- \rightarrow NO_2^- \rightarrow NO \rightarrow N_2O \rightarrow N_2$

Este procedimiento podría constituir un escape importante en el ciclo, si no fuera por la asimilación aproximadamente equivalente y opuesta del nitrógeno por parte de algunos procariotas que lo integran a su biomasa mediante un proceso conocido como fijación del nitrógeno. Puesto que a un proceso de nitrificación le sucede otro de desnitrificación, se infiere que la fijación del nitrógeno es vital para el mantenimiento continuo de un ciclo equilibrado de este elemento, y en terrenos cultivables donde se añade fertilizante nitrogenado en escasa o nula cantidad, la incorporación del nitrógeno por la fijación biológica limita la productividad.

1.1.2.1. Alteración humana en el ciclo del nitrógeno y sus consecuencias ambientales.

A principios del siglo XX, el científico alemán Fritz Haber descubrió cómo acortar el ciclo del nitrógeno fijando químicamente el nitrógeno a altas temperaturas y presiones, creando así fertilizantes que podían ser añadidos directamente al suelo. Esta tecnología se extendió rápidamente durante el último siglo. Junto al incremento de nuevas variedades de cultivo, el uso de fertilizantes de nitrógeno sintético ha traído un enorme crecimiento en la productividad agrícola. Esta productividad agrícola ha ayudado a alimentar a una población mundial en rápido crecimiento, pero el aumento de la fijación del nitrógeno también ha traído algunas consecuencias negativas.

No todos los fertilizantes de nitrógeno aplicados a la agricultura son aprovechados; algunos son arrastrados por las aguas tanto de lluvias como subterráneas por lo que quedan zonas con altas concentraciones en compuestos nitrogenados. El nitrógeno en forma de NO_3^- y NH_4^+ que se encuentra en el agua y en los suelos también puede estar presente en la atmósfera como óxido nítrico (NO) y como el gas de efecto invernadero óxido nitroso (N₂O). Eventualmente, este nitrógeno atmosférico puede llegar a ambientes terrestres al que son sensibles, causando cambios a largo plazo. Por ejemplo, los óxidos de nitrógeno contienen una porción significativa en la acidez de la lluvia, que es la causante de parte de la deforestación en Europa y en el Noreste de Estados Unidos.. En este momento, hay evidencia de que los niveles elevados de entrada de Nitrógeno en la atmósfera provenían del desarrollo industrial y agrícola y que han provocado en cierta medida la invasión de plantas no nativas.

Actualmente, hay muchas investigaciones dedicadas a entender los efectos del enriquecimiento del nitrógeno en el aire, en el agua subterránea y superficial. Los científicos también están explorando prácticas agrícolas alternativas, que sostendrán una alta productividad, a la vez que disminuirán los impactos negativos causados por el uso de fertilizantes. Estos estudios no sólo ayudan a cuantificar cómo los humanos han alterado el mundo natural, sino también a aumentar nuestro conocimiento sobre los procesos que forman el ciclo del nitrógeno.

Una persona puede llegar a aportar al agua una cantidad de nitrógeno entre 4 y 5 KgN/año (Fried, 1985); en las aguas residuales urbanas, las concentraciones de nitritos y de nitratos aparecen prácticamente despreciables, en cambio sí suele haber concentraciones considerables de nitrógeno amoniacal. Además existe el nitrógeno en forma orgánica que puede ser inerte en un 12 % (Ronzano y Dapena, 2002).

Las dos principales fuentes de contaminación de compuestos nitrogenados son los vertidos de proteínas y urea. Las concentraciones de nitrógeno que aportan las aguas residuales, depuradas o no, afectan a las receptoras, pudiendo provocar su eutrofización (Beg Et al., 1995).

1.1.3. Eutrofización

Como se indicó en el apartado 1.1.1., uno de los principales problemas del vertido de las aguas residuales al medio es la eutrofización, el enriquecimiento de una masa de agua por nutrientes puede provocar la eutrofización. Podría parecer a primera vista que es bueno que las aguas estén bien repletas de nutrientes, porque así podrían vivir más fácilmente los seres vivos, el problema está en que si hay exceso de nutrientes crecen en abundancia las plantas y otros organismos. Más tarde, cuando mueren, se pudren y llenan el agua de malos olores y le dan un aspecto nauseabundo, disminuyendo drásticamente su calidad.

El proceso de putrefacción consume una gran cantidad del oxígeno disuelto y las aguas dejan de ser aptas para la mayor parte de los seres vivos. El resultado final es un ecosistema casi destruido.

Cuando un lago o embalse es pobre en nutrientes (oligotrófico) tiene las aguas claras, la luz penetra bien, el crecimiento de las algas es pequeño y mantiene a pocos animales. Las plantas y animales que se encuentran son los característicos de aguas bien oxigenadas, como las truchas. Al ir cargándose de nutrientes el lago se convierte en eutrófico. Crecen las algas en gran cantidad con lo que el agua se enturbia. Las algas y otros organismos, cuando mueren, son descompuestos por la actividad de las bacterias con lo que se gasta el oxígeno, se pueden producir sustancias tóxicas para los mamíferos (Codd et al., 1995) y algunas veces para los peces (Holdway et al., 1978). En algunos casos se producirán putrefacciones anaeróbicas acompañadas de malos olores.

La marea roja (los *blooms* fitoplanctónicos) es el fenómeno marino asociado al enorme crecimiento en un corto periodo de tiempo de las algas microscópicas (*Alexandrium catenella*) llenas de toxinas, lo que acontece de forma concurrente con altas temperaturas del mar y la presencia de grandes cantidades de nutrientes procedentes de aguas residuales urbanas. Las especies marinas en cuya cadena alimenticia entran estas algas venenosas presentan una seria amenaza para la salud pública. También se sabe que las mareas rojas pueden causar la eutrofización de aguas costeras y como consecuencia la muerte en masa de peces y mariscos.

Los nutrientes que más influyen en el proceso de eutrofización son los fosfatos y los nitratos. En algunos ecosistemas el factor limitante es el fosfato, como sucede en la mayoría de los lagos de agua dulce, pero en muchos mares el factor limitante es el nitrógeno para la mayoría de las especies de plantas.

En los últimos 20 o 30 años las concentraciones de nitrógeno y fósforo en muchos mares y lagos casi se han duplicado. La mayor parte les llega por los ríos. En el caso del nitrógeno, una elevada proporción (alrededor del 30%) llega a través de la contaminación atmosférica. El nitrógeno es más móvil que el fósforo y puede ser lavado a través del suelo o pasar al aire por evaporación del amoniaco o por desnitrificación.

En condiciones naturales entra a un sistema acuático menos de 1Kg de fosfato por hectárea y año. Con los vertidos humanos esta cantidad sube mucho. Durante muchos años los jabones y detergentes fueron los principales causantes de este problema. En las décadas de los 60 y 70, el 65% del peso de los detergentes eran compuestos de fósforo, el tripolifosfato sódico, que se usaba para "sujetar" (quelar) a los iones Ca, Mg, Fe y Mn; de esta forma se conseguía que estos iones no impidieran el trabajo de las moléculas surfactantes que son las que hacen el lavado; estos detergentes tenían alrededor de un 16% en peso de fósforo. El resultado era que los vertidos domésticos y de lavanderías contenían una gran proporción de ión fosfato. A partir de 1973, Canadá primero y luego otros países prohibieron el uso de detergentes que tuvieran más de un 2,2% de fósforo, obligando así a usar otros quelantes con menor contenido de este elemento. Algunas legislaciones han llegado a prohibir los detergentes con más de 0,5% de fósforo (Echarri, 1998).

Atendiendo a las fuentes, la eutrofización se puede clasificar en:

Eutrofización natural.- La eutrofización es un proceso que se va produciendo lentamente de forma natural en todos los lagos del mundo, porque todos van recibiendo nutrientes. Es frecuente verlo en los fiordos noruegos, dada la alta concentración de árboles en las laderas.

Eutrofización de origen humano.- Los vertidos humanos aceleran el proceso, hasta convertirlo, muchas veces, en un grave problema de contaminación. Las principales fuentes de eutrofización son: los vertidos urbanos, que llevan detergentes y desechos orgánicos; los vertidos ganaderos y agrícolas, que aportan fertilizantes, desechos orgánicos y otros residuos ricos en fosfatos y nitratos.

Para conocer el nivel de eutrofización de un agua determinada se suele medir el contenido de clorofila de algas en la columna de agua y este valor se combina con otros parámetros como el contenido de fósforo y de nitrógeno y el valor de penetración de la luz.

Lo más eficaz para luchar contra este tipo de contaminación es disminuir la cantidad de fosfatos y nitratos en los vertidos, usando detergentes con baja proporción de fosfatos, empleando menor cantidad de detergentes, no abonando en exceso los campos, usando los desechos agrícolas y ganaderos como fertilizantes, en vez de verterlos, etc. En concreto, es necesario:

- Tratar las aguas residuales en estaciones depuradoras de aguas residuales que incluyan tratamientos biológicos y químicos que eliminan el fósforo y el nitrógeno.
- > Almacenar adecuadamente el estiércol que se usa en agricultura.
- > Usar los fertilizantes más eficientemente.
- Reducir las emisiones de NOx y amoniaco.
- > Cambiar las prácticas de cultivo por otras menos contaminantes.

1.1.4. Legislación sobre aguas residuales

Actualmente para controlar los problemas medioambientales que pueden originar las aguas residuales, descritos en los apartados anteriores, existe una
amplia legislación al respecto. A continuación se presenta una lista de la diversa legislación relacionada con aguas residuales.

- R.D. Legislativo 1/2001, por el que se aprueba el texto refundido de la Ley de Aguas que deroga la Ley 29/1985 y la Ley 46/1999. Modificado por la Ley 62/2003.
- R.D. 849/86, de Reglamento del Dominio Público Hidráulico. Este Real Decreto parcialmente modificado por los Reales Decretos 1315/1992, 419/1993, 1771/1994, 995/2000, y 606/2003 (afectado por la Orden MAM/1873/2004).
- R.D. 927/88, de Reglamento de la Administración Pública del Agua y la Planificación Hidrológica.
- Ordenanza municipal de vertidos a la red de alcantarillado. En el caso concreto de Granada: B.O.P. 30.05.00.
- Vertido en zonas costeras:
 - Ley de Costas 22/1988. El fin de esta ley es garantizar la protección de la calidad de las aguas y evitar el vertido de sustancias peligrosas al mar.
 - R.D. 258/1989, Orden 31/10/1989 y 28/10/1992. Incorporan las Directivas 76/464/CEE y 86/280/CEE, relativas a contaminación causada por determinadas sustancias peligrosas vertidas al mar y valores límites de emisión de dichas sustancias.
 - En la Comunidad Autónoma de Andalucía hay que considerar el Decreto 334/1994 que regula el procedimiento para la tramitación de autorizaciones de vertido al dominio público marítimo-terrestre y el Decreto 14/96, Reglamento de Calidad de las Aguas Litorales, para profundizar y ampliar lo establecido en la legislación vigente en materia de vertidos desde tierra al mar.

En relación con el tratamiento de las aguas residuales urbanas, surgen las Directivas 91/271/CEE y 98/15/CE, que modifica Anexo I de la anterior, y sus transposiciones al ordenamiento jurídico español mediante el R.D. Ley 11/95; R.D. 509/96, que desarrolla el R.D. anterior; R.D. 2116/98, se modifica el cuadro 2 del Anexo I del R.D. 509/96. y B.O.E. 30.11.98., corrección de erratas del R.D. 2116/98,

Como consecuencia de la transposición de las Directivas anteriores se redacta el plan Nacional de Saneamiento y Depuración de Aguas Residuales 1995-2005(BOE 12.05.95) y se declaran las "zonas sensibles" en las cuencas hidrográficas intercomunitarias, mediante B.O.E. 30.06.98; en Andalucía, el Decreto 54/1999 declara las zonas sensibles, normales y menos sensibles en las aguas del litoral y de las cuencas hidrográficas intracomunitarias de la Comunidad Autónoma de Andalucía. (BOJA 23.03.99).

Con respecto a las aguas residuales industriales hay que diferenciar:

- Aguas procedentes de actividades domésticas o residuos de actividad humana, si se recogen por separado de las procedentes de fábrica: se tratan como *aguas domésticas normales*.
- > Dentro de las *aguas procedentes de industria* se distingue entre:
 - Aguas residuales industriales asimilables a urbanas: se pueden verter a la red de saneamiento. La normativa de ámbito local debe establecer las características que debe cumplir el agua industrial para poder ser caracterizada como asimilable a urbana y poder así ser vertida a la red de saneamiento; en caso contrario, se prohíbe el vertido.
 - Aguas residuales industriales no asimilables a urbanas: no se pueden verter a la red de saneamiento. Sobre estas aguas habrá que realizar un tratamiento adecuado para hacerlas asimilables a urbanas y poder verter a la red de saneamiento o bien tratarlas de forma independiente hasta cumplir las condiciones de su vertido, indicadas en el Reglamento del Dominio Público Hidráulico (R.D.849/1986 y sus modificaciones: R.D.995/2000, R.D. 606/2003 y Orden MAM/1873/2004) o en la legislación que regula el vertido al mar, en su caso.

Según el Reglamento anterior, los vertidos al dominio público hidráulico estarán gravados con una tasa destinada al estudio, control, protección y mejora del medio receptor de cada cuenca hidrográfica, que se denomina "canon de control de vertidos",

de acuerdo con lo previsto en el artículo 113.1 del Texto Refundido de la Ley de Aguas. Este canon será independiente de los cánones o tasas que puedan establecer las Comunidades Autónomas o las Corporaciones Locales para financiar obras de saneamiento y depuración.

Desarrollando lo anterior, la Ley de Aguas, y la Ley de Costas establecen diferentes medidas para conseguir una mejor calidad de las aguas continentales y marítimas respectivamente, entre las que cabe destacar el sometimiento a autorización previa de las actividades susceptibles de provocar la contaminación del dominio público hidráulico o del dominio público marítimo-terrestre y, en especial, los vertidos.

Ahora bien, una adecuada protección de la calidad de las aguas exigiría completar las medidas establecidas en las leyes citadas, con otras que sometan los vertidos de las aguas residuales urbanas, previamente a su evacuación, a una serie de tratamientos en instalaciones adecuadas, para limitar los efectos contaminantes de dichas aguas residuales, con el fin último de garantizar la protección del medio ambiente.

Con este objetivo, la Unión Europea aprobó la Directiva 91/271/CEE, del Consejo, de 21 de mayo, sobre el tratamiento de las aguas residuales urbanas, en la cual se establece que los Estados miembros adoptarán las medidas necesarias para garantizar que dichas aguas son tratadas correctamente antes de su vertido y se impone la obligación de someter dichas aguas residuales a tratamientos más o menos rigurosos.

Esta Directiva, como se ha comentado anteriormente se traslado al ordenamiento jurídico mediante el R.D. ley 11/95 y el R.D. 509/96 que desarrolla el anterior.Los criterios para fijar la obligación de tratar las aguas residuales urbanas son el número de "habitantes-equivalentes", concepto definido en función de la carga contaminante tanto de personas, como de animales e industrias y las "aglomeraciones urbanas", que son las zonas que presentan una concentración suficiente para la recogida y conducción de las aguas residuales; asimismo, también se toma en consideración la mayor o menor sensibilidad de la zona en la que van a realizarse los vertidos.

Con carácter general, la legislación establece dos obligaciones claramente diferenciadas: en primer lugar, las "aglomeraciones urbanas" deberán disponer, según los casos, de sistemas colectores para la recogida y conducción de las aguas residuales; en segundo lugar, se prevén distintos tratamientos a los que deberán someterse dichas aguas antes de su vertido a las aguas continentales o marítimas.

En la determinación de los tratamientos a que deberán ser sometidas las aguas residuales urbanas antes de su vertido, se tiene en cuenta si dichos vertidos se efectúan en "zonas sensibles" o "zonas menos sensibles", lo cual determinará un tratamiento más o menos riguroso. En la Tabla 2 y en la Tabla 3 se indican los parámetros cuyo control es obligatorio y los valores máximos permitidos si el vertido se realiza en zonas normales o zonas sensibles según el R.D. 509/96

Parámetro	Concentración	% eliminación
DBO5	25 mg 02/l	70-90
DQO	125 mg 02/l	75
SS	35 mg/l	90
	> 10.000 h-eq	
	60 mg/l	70
	< 10.000 h-eq	

Tabla 2. Niveles de tratamiento secundario para zonas normales y sensibles, según R.D. 509/86

Parámetro	Concentración	% eliminación	
Fósforo total	2 mg P/l	80	
(P-PO4+Porgánico)	(de 10.000 a		
	100.000 hah-eq)		
	1 mg P/l		
	(más de		
	100.000 hab-eq)		
Nitrógeno total	15 mg N/l	70-80	
(NTK+N-NO3-)	(de 10.000 a		
	100.000 hah-eq)		
	10 mg N/l		
	(más de		
	100.000 hab-eq)		

Tabla 3. Niveles de tratamiento secundario más eliminación de nitrógeno y fósforo para zonas sensibles,
según R.D. 509/86

1.1.5. Tratamientos biológicos.

Debido a las exigencias normativas descritas anteriormente, es necesario realizar una serie de tratamientos a las aguas residuales para poder ser vertidas al medio. En el caso de las aguas residuales urbanas los tratamientos biológicos son los más utilizados en la actualidad.

Los tratamientos biológicos tuvieron en un principio como objetivo la eliminación de la materia orgánica de las aguas residuales y posteriormente se les ha ido dando otros usos como son la eliminación de nitrógeno amoniacal mediante un proceso de nitrificación, la eliminación de nitrógeno mediante procesos de desnitrificación-nitrificación o la eliminación de fósforo introduciendo en el proceso una parte anaerobia.

Los tratamientos biológicos se pueden clasificar de muchas maneras: la clasificación en procesos biológicos de cultivo en suspensión y procesos biológicos de soporte fijo es la

más ampliamente utilizada. En todos estos procesos biológicos es necesario retener en el sistema la biomasa.

Los sistemas más utilizados de cultivo en suspensión suelen ser fangos activos, lagunas aireadas, y lagunaje; entre los sistemas biológicos de soporte fijo se pueden destacar los lechos bacterianos, los filtros sumergidos y los biodiscos.

Uno de los aspectos más importantes en todos los sistemas de depuración mediante tratamiento biológico es la generación de biomasa que está íntimamente unida al metabolismo microbiano, y que es el conjunto de actividades químicas de las células vivas.

El metabolismo microbiano se divide en dos fases:

- Catabolismo: Son una serie de reacciones bioquímicas que transforman la materia viva en desechos o residuos.
- Anabolismo: Es el conjunto de fases del metabolismo que dan como resultado la síntesis de los componentes orgánicos del protoplasma, necesarios para el crecimiento y la reproducción.

Se puede explicar el metabolismo microbiano para aguas residuales dividiendo las reacciones bioquímicas en cuatro etapas (Ronzano y Dapena, 2002).

Etapa I: La DBO rápidamente biodegradable, debida a compuestos solubles y constituidos por moléculas simples, pasa directamente a través de la membrana celular y se metaboliza a alta velocidad.

Etapa II: La DBO debida a las materias en suspensión y a los coloides, que representa la mayor parte de la DBO lentamente biodegradable, es adsorbida sobre las células con un efecto de almacenamiento sobre la membrana citoplasmática. Esta DBO debe ser transformada previamente en moléculas más simples para poder ser asimilada por la célula. Esta síntesis en moléculas más simples se realiza en la pared celular y es llevada a cabo por encimas con una velocidad de síntesis relativamente lenta en comparación

con la de DBO rápidamente biodegradable; esta transformación en moléculas simples es el factor limitante en esta reacción de transformación bioquímica.

Etapa III: Producción de masa activa: Una fracción de la DBO metabolizada se transforma en materia del nuevo protoplasma celular y la fracción que queda se utiliza para la producción de la energía necesaria para la síntesis o es perdida en forma de calor. En aguas residuales la masa activa producida en relación con la DBO consumida es constante.

Etapa IV: Oxidación de masa activa. De forma simultánea a la oxidación y producción de energía, hay una pérdida neta de masa activa llamada pérdida de masa endógena. El 80% de la materia asimilada queda completamente oxidada, quedan como productos CO_2 y H_2O y el 20% restante es no degradable y queda como residuo.

La oxidación de la materia orgánica se lleva a cabo por el siguiente orden:

- > Oxidación del sustrato fácilmente biodegradable.
- > Oxidación del sustrato lentamente biodegradable.
- Respiración endógena.

1.1.6. Cinética de crecimiento

Una manera de explicar la generación de biomasa y la velocidad con que ésta se genera es mediante la cinética de crecimiento microbiana.

Un proceso de crecimiento celular implica el consumo de substratos que suministren la energía y la materia prima necesaria para la síntesis del material celular y demás productos del metabolismo.

El crecimiento celular obedece a las leyes de la conservación de la materia; los átomos de carbono, nitrógeno, oxígeno, y demás elementos se reordenan en los procesos

metabólicos de las células de manera que la cantidad total incorporada coincide con la que aparece en el entorno.

Esto hace factible el planteamiento de balances de materia y de energía en los procesos de crecimiento celular, expresados de forma general como:

Fuente de C + Fuente de N +
$$O_2$$
 + minerales + nutrientes específicos
Masa celular + Productos + CO_2 + H_2O

Se hace la consideración de célula promedio, que consiste en aceptar que todas las células de una población son iguales y que se comportan de la misma forma (esta aproximación es la más comúnmente utilizada). Considerando un reactor discontinuo de mezcla perfecta, el crecimiento de las células tiene lugar dentro del reactor, y se detiene cuando hay algún tipo de limitación.

Se puede expresar la tasa de crecimiento de las células bacterianas (r_x) con la siguiente expresión:

$$r_x = \frac{dX}{dt} = \mu \cdot X$$

 μ = Velocidad especifica de crecimiento

X= Concentración de Microorganismos

A pesar de que el crecimiento celular es un fenómeno muy complejo, se puede obtener una descripción global razonablemente buena utilizando ecuaciones relativamente simples, entre ellas la más comúnmente utilizada es la ecuación de Monod, que describe el crecimiento celular en función de la disponibilidad de un sustrato limitante,(Monod, 1949). La reacción bioquímica se expresa de la siguiente manera:

Substrato (S) + Células (X) — Más Celulas (X) + Producto (P)

Siendo la velocidad especifica de crecimiento $\mu = rx/X$

Según Monod la tasa de crecimiento específica se puede expresar con la siguiente ecuación:

$$\mu = \mu_{\rm m.} \ {\rm S}/({\rm K}_{\rm s} + {\rm S})$$

Por lo tanto, la expresión de la tasa de crecimiento celular queda del siguiente modo:

$$r_x = \frac{dX}{dt} = \frac{\mu_m \cdot X \cdot S}{K_s + S}$$

Donde:

- $r_x = tasa o velocidad de crecimiento celular$
- X = Concentración Células (MLSS o MLSSV)
- S = Sustrato (DQO o DBO)
- P = Concentración Producto
- $\mu_m = Velocidad específica máxima de crecimiento$
- $K_s = Constante de Monod$

Las ecuaciones anteriores muestran un crecimiento de los microorganismos (X) en función del reactivo limitante (S), en un proceso discontinuo este sustrato irá disminuyendo con lo cual la velocidad de crecimiento de los microorganismos disminuirá.

Introduciendo el concepto de coeficiente de producción, que se define como la relación existente entre la masa de células producidas y la masa de sustrato consumido:

$$Y_{X_{/S}} = -\frac{dX}{dS}$$

El signo negativo de la anterior expresión es debido a que existe una desaparición de

sustrato. De donde considerando $r_x = \frac{dx}{dt}$ y $r_{su} = \frac{ds}{dt}$ se tiene que:

$$r_x = -Y \cdot r_{su}$$

Donde:

- $r_x = Tasa \text{ o velocidad de crecimiento celular.}$
- r_{su}= Tasa o velocidad de utilización de sustrato.
- Y = Coeficiente de producción.

De donde sustituyendo en la expresión anterior la velocidad de crecimiento celular por su expresión podemos obtener la velocidad de consumo de sustrato:

$$r_{su} = -\frac{k \cdot X \cdot S}{K_s + S}$$

Donde:

- r_{su} = Tasa o velocidad de utilización de sustrato
- $k = \frac{\mu_m}{Y}$, tasa máxima de utilización de sustrato por unidad de masa de microorganismos.
- K_s = Constante de Monod
- X = concentración de microorganismos
- S = Sustrato

Teniendo en cuenta que se está considerando un medio discontinuo, habrá un momento donde empezará a desaparecer el sustrato y la tasa media de crecimiento de microorganismos empezará a disminuir hasta hacerse constante y cuando empiecen a morirse los microorganismos presentes empezará a ser negativa.

Esto se puede contemplar en las ecuaciones anteriores considerando la tasa o velocidad de muerte de los microorganismos.

$$r_d = -k_d \cdot X$$

- $r_d = tasa o velocidad de muerte de los microorganismos$
- k_d = Constante de muerte de las microorganimos
- X= concentración de microorganismos

Por lo tanto, la velocidad neta de crecimiento de microorganismo introduciendo la velocidad de descomposición de los microorganismos queda de la siguiente manera:

$$r_x' = \frac{\mu_m \cdot X \cdot S}{K_x + S} - k_d X$$

- r'_x=Tasa o velocidad neta de crecimiento de microorganismos
- $K_s = Constante de Monod$
- X = concentración de microorganismos
- S = sustrato
- k_d = Constante de muerte de las microorganimos
- X= concentración de microorganismos

Por lo tanto, como se observa en la expresión anterior en un sistema en discontinuo, las células no pueden reproducirse indefinidamente, y al final de una primera fase de crecimiento exponencial, la velocidad va disminuyendo a medida que aparecen limitaciones, dándose una fase estacionaria donde la concentración de microorganismos se mantiene constante y finalmente se llega a una fase de muerte celular donde desciende; esta fase, en realidad, se ve incrementada por la depredación entre los distintos microorganismos (Figura 3).



Figura 3. Fases del crecimiento celular en discontinuo (modificado Metcalf and Eddy, 1995) U

El mismo razonamiento aplicado para explicar el crecimiento de microorganimos y la disminución de sustrato puede ser utilizado para explicar cómo se comporta la nitrificación; como se ha visto anteriormente la nitrificación ocurre en dos etapas, la nitritación (nitrificación en fase I) y la nitratación (nitrificación en fase II); la nitrificación es realizada por dos grupos de bacterias distintas. La estequiometría de esas reacciones puede ser descrita con las siguientes ecuaciones estequiométricas. (Chandran and Smets, 2000).

 $55 NH_4^+ + 76 O_2 + 109 HCO_3^- \longrightarrow C_5H_7NO_2 + 54NO_2^- + 57 H_2O 104H_2CO_3$

$$400 NO_2^- + 195 O_2 + 4 H_2CO_3 + HCO_3^- \longrightarrow C_5H_7NO_2 + 3H_2O + 400 NO_3^-$$

Una representación esquemática del proceso de nitrificación es la siguiente:

 NH_4^+ μ_1 $NO_2^ \mu_2$ NO_3^-

Estequiométricamente teniendo en cuenta que las unidades están expresadas en gramos de nitrógeno las conversiones serían las siguientes:

1 gr NH₄-N
$$\longrightarrow$$
 54/55 gr NO₂⁻
1 gr NO₂⁻N \longrightarrow 1 gr NO₃⁻

La velocidad de generación del Sustrato, teniendo en cuenta la expresión de Monod (sin tener en cuenta la biomasa reaccionante), vendrá expresada de la siguiente manera, donde el amonio pasará a nitrito:

$$\mu_1 = \mu m_1 \cdot \frac{NH_4^{+}}{K_1 + NH_4^{+}}$$

Posteriormente el nitrito se transforma en nitrato, expresándose como:

$$\mu_2 = \mu m_2 \cdot \frac{NO_2}{K_2 + NO_2}$$

Teniendo en cuenta las ecuaciones de velocidad de generación de sustrato anteriores, se puede expresar la tasa de crecimiento de las bacterias nitrificantes con las siguientes expresiones:

Crecimiento de microorganismos nitrificantes en fase I:

$$\frac{dX_1}{dt} = \mu_1 \cdot X_1$$

> Crecimiento de microorganismos nitrificantes en fase II:

$$\frac{dX_2}{dt} = \mu_2 \cdot X_2$$

Introduciendo el concepto de coeficiente de producción, que se define como la relación existente entre la masa de células producidas y la masa de sustrato consumido:

$$Y_{X_{/S}} = -\frac{dX}{dS},$$

las velocidades de utilización de sustrato quedarían de la siguiente manera:

> Velocidad de utilización de amonio para generar nitrito.

$$r_{NH4} = \frac{dNH_4}{dt} = -\frac{\mu_1}{Y_{X1/NH4}} X1$$

Velocidad de utilización de nitrito para generar nitrato; en esta ecuación se tienen en cuenta el nitrito que se genera de la ecuación anterior y el nitrito que desaparece por su transformación a nitrato.

$$r_{NO2} = \frac{dNO_2^{-}}{dt} = \frac{\mu_1}{Y_{X_{NH4}}} \cdot X_1 - \frac{\mu_2}{Y_{X_{2/NO2}}} \cdot X_2$$

De las dos expresiones anteriores se deduce que existirá una disminución del amonio, con el consecuente incremento de nitrito, el cual servirá de sustrato para la producción de nitrato.

1.1.7. Objetivos y esquema general del tratamiento biológico.

Como se ha comentado anteriormente, el objetivo principal del tratamiento biológico es la reducción de la materia orgánica presente en el agua residual, y en determinados casos, la eliminación de nutrientes como son el nitrógeno y el fósforo.

Teniendo en cuenta el metabolismo microbiano y el crecimiento cinético, un esquema del proceso biológico que ocurre en una planta de tratamiento de agua residual sería el que se muestra en la Figura 4. Los microorganismos presentes en el tratamiento biológico utilizan moléculas pequeñas y simples tales como ácido acético, etanol,

metanol, glucosa, amonio, etc. Ésta sería la materia fácilmente biodegradable. Gracias a este consumo de sustrato por parte de los microorganismos se produce el crecimiento biológico.

La materia lentamente biodegradable serían moléculas de gran tamaño que mediante encimas extracelulares producidas por los microorganismos son hidrolizadas en materia fácilmente biodegradable. Debido al crecimiento biológico existe una determinada biomasa encargada de llevar a cabo el proceso de depuración.



(Adaptado Ferrer y Seco, 2003)

Finalmente, la etapa de desaparición de biomasa es debida a tres razones: cuando la aportación de energía externa es menor que la necesaria para el mantenimiento energético de las células, éstas obtienen la energía mediante la degradación de reservas energéticas existentes en el interior de las células, lo que produce una disminución de biomasa (metabolismo endógeno) y cuando todas las reservas endógenas se han agotado las células mueren; otra causa de desaparición de biomasa es la predación, organismos superiores en la cadena trófica como pueden ser rotíferos, protozoos, hongos, algas, etc., que utilizan las bacterias como alimento; la última causa es la muerte y lisis: cuando las células mueren se produce la rotura de la pared celular y el citoplasma y otros constituyentes pasan al medio donde tras sufrir un proceso de hidrólisis, se convierten

en sustrato para otros organismos. Los compuestos más complejos permanecen como residuo orgánico inerte debido a que prácticamente no se solubilizan.

1.1.8. Fangos activos

El sistema de tratamiento de aguas residuales urbanas más extendido en el mundo es el de fangos activos, que es un método de eliminación de materia orgánica eficaz. Desde la aparición de la patente desarrollada por Ardern y Lockett (1914) sobre el sistema de fangos activos, muchos de los tratamientos aplicados en la depuración de aguas residuales urbanas emplean dicha tecnología.

A lo largo de los años, el sistema de fangos activos ha sufrido numerosas modificaciones, sin revoluciones técnicas y con un lento desarrollo, mediante las cuales se ha pretendido mejorar la eficacia en cuanto a la eliminación de materia orgánica, reducir el espacio necesario para la instalación, eliminar nutrientes como fósforo y nitrógeno, o reducir los costes económicos derivados del proceso.

El fundamento teórico del sistema de fangos activos se basa en la eliminación de la materia orgánica amplificando el proceso biológico natural de la biodegradación y la bioacumulación, mediante los cuales la materia orgánica es mineralizada o bien asimilada por los diferentes grupos microbianos responsables del proceso depurador, para eliminarla posteriormente del agua mediante sedimentación (Figura 5). Desde el principio fue patente el carácter biológico del proceso y la relación entre la carga orgánica aplicada y la velocidad de crecimiento de los microorganismos (Hernández, 2001).



Figura 5. Esquema de planta de tratamiento de fangos activos.

El método clásico de diseño es con criterios basados en los kg de DBO₅ aplicados por m^3 de reactor y día (carga volumétrica) o bien kg de microorganismos presentes en el reactor (carga másica); también se considera el tiempo de retención en el reactor como parámetro de diseño.

Se han desarrollado ecuaciones basadas en los conceptos de balance de masas y cinética de crecimiento microbiano para el diseño de plantas de fangos activos como son los sucesivos modelos publicados por la IWA (Henze et al., 1987; Henze et al., 1995). A lo largo de los últimos años se han diseñado plantas haciendo uso de las mencionadas ecuaciones cinéticas, pero siempre utilizando los criterios y parámetros que tienen su base en la experiencia como son la carga másica y el tiempo de retención celular.

Con estas características el sistema de fangos activos precisa una decantación que limita en ocasiones la eficacia de la tecnología debido a problemas como la generación de espumas o a la flotabilidad de fangos (Bitton, 1994), a la vez que se necesitan mayores espacios para la implantación de la tecnología. Por otro lado, se debe destacar la gran generación de biomasa que acontece en los sistemas convencionales de fangos activos que obliga a un purgado y tratamiento de los fangos generados, lo que puede suponer cerca del 50% del total del coste del tratamiento (Defrance and Jaffrin, 1999).

1.1.9. Problemas de explotación en plantas de fangos activos.

El sistema de fangos activos suele presentar algunos problemas de explotación propios del mismo proceso de depuración. los principales problemas vienen asociados a la sedimentación de los fangos, debido a una mala formación de los flóculos sedimentables. Los principales problemas son:

- Crecimiento disperso. Por alguna razón no se produce la biofloculación de los microorganismos dando un efluente turbio.
- Bulking. Estudios estadísticos muestran que el 40% de las plantas de depuración padecen bulking (Ronzano y Dapena, 2002); en las plantas de tratamiento agroalimentario es mayor el porcentaje y casi todas las plantas han sufrido un proceso de bulking en alguna ocasión. Se puede distinguir entre dos tipos de bulking (Ferrer y Seco, 2003): el bulking disperso en este caso se produce un fallo en la microestructura del flóculo por un exceso de polímeros extracelulares; las células se encuentran dispersas en una masa de material extracelular, dando lugar a problemas de compactación y de sedimentación; por otro lado, el bulking filamentoso se debe a un exceso de microorganismos filamentosos, esto hace que interfieran en la compactación de los flóculos haciendo que la sedimentación sea muy deficiente; este tipo de bulking está ampliamente reconocido y se sabe que puede ser causado por al menos 14 tipos de microorganismos filamentosos (Madoni et al., 1999).
- Flotación de fangos. Es otro fenómeno de flotabilidad de fangos debido a procesos anóxicos en el decantador secundario. Cuando existe una alta concentración de nitratos en el efluente del reactor biológico aparecen fenómenos de desnitrificación en el decantador, y se forma N₂ gas que burbujea y por lo tanto evita que se realice una sedimentación adecuada del fango.
- Formación de flóculo punta de alfiler. Este fenómeno, al contrario que el de bulking filamentoso, ocurre cuando prácticamente no existen bacterias filamentosas, formándose flóculos pequeños y débiles, los cuales no sedimentan bien y originan un sobrenadante turbio.

Formación de espumas (foaming). El problema de formación de espumas se asocia principalmente a dos tipos de bacterias filamentosas, la *Nocardia spp* y *Microthrix parvicella*; ambos microorganismos tienen superficies celulares muy hidrofóbicas, además segregan sustancias líquidas como la *Nocardomycolat*, que favorecen la aglomeración de microorganismos con el aire, de manera que estas aglomeraciones sobrenadan a la superficie del reactor biológico formando espumas densas y marrones (Madoni et al., 1999).

Debido a lo anterior, los sistemas de fangos activos dan muchos problemas a la hora de operar con ellos; además, muchos de esos problemas suelen aparecer aleatoriamente sin que se pueda garantizar una calidad de tratamiento uniforme a lo largo del tiempo. Muchas veces corregir estos problemas de explotación se vuelve una tarea muy complicada y en la que se necesita tiempo o incluso la necesidad de parar la instalación para realizar una nueva puesta en marcha, con el consiguiente riesgo medioambiental y el incumplimiento de la legislación.

La problemática de la explotación en el sistema de fangos activos es mayoritariamente por la decantación; por una u otra causa no se produce una correcta decantación, lo que hace que no se pueda realizar una separación sólido-líquida requerida en el proceso de depuración biológica. Estos problemas de separación sólido líquido quedarían resueltos con la sustitución del decantador por un elemento en el cual no hiciera falta un flóculo sedimentable. Una propuesta, en el que se basa el presente trabajo de investigación, es hacer la separación mediante una membrana en la que no se presentaría ninguno de los problemas planteados en este apartado.

1.2. SITUACIÓN ACTUAL DE LA TÉCNICA DE LOS BIORREACTORES DE MEMBRANA (BRM).

Como se comentó al principio de la introducción, en este segundo apartado se verán los fundamentos del proceso en tecnología de membranas. Posteriormente se profundizará en los fundamentos del proceso de los biorreactores de membrana, se describirá el desarrollo histórico de investigaciones realizadas y de la implantación en el mundo de

este tipo de procesos para tratamiento de aguas residuales. Finalmente se describirá la situación actual de las investigaciones entorno a los biorreactores de membrana, y se analizará detalladamente numerosas investigaciones llevadas a cabo en el campo de los BRM, tras lo cual quedarán en evidencia las lagunas existentes que todavía quedan por resolver, a algunas de las cuales se intentará dar respuesta en el presente trabajo de investigación.

1.2.1. Fundamentos del proceso.

Una membrana se puede definir como una película delgada que separa 2 fases y actúa como barrera selectiva al transporte de materia (AWWARF, LE, WRCSA, 1998). En la Tabla 4 se aprecian las distintas clasificaciones de las membranas según el tamaño de poro.

	Ósmosis inversa	Nanofiltración	Ultrafiltración	Microfiltración
Membranas	Asimétrica	Asimétrica	Asimétrica	Simétrica
				Asimétrica
Grueso	150 μm	150 μm	150-250 μm	10-150 μm
Capa superficial	1 µm	1 μm	1 μm	1 µm
Tmaño de poro	0.002 μm	0.002 μm	0.05 –0.2 μm	0.2-5 μm
Rechazos	HMWC	HMWC,	Macromoléculas	Partículas barro, bacterias
	LMWC	Mono, di y oligo-sacáridos,	Proteínas, polisacáridos y	
	Cloruro	aniones polivalentes	virus	
	Sodio, Glucosa			
	Aminoácidos			
	Proteínas			
Materiales de membrana	CA capa delgada	CA capa delgada	Cerámica, PSO, CA,	Cerámica, Pp, PSO, PVDF
			PVDF, capa delgada	
Módulo de membrana	Tubular, enrollada en espiral	Tubular, enrollada en	Tubular, enrollada en	Tubular, fibra hueca y planas
	y planas	espiral y planas	espiral, de fibra hueca y	
			planas	
Presión	15-150 bars	5-35 bars	1-10 bars	2 bars

Tabla 4. Clasificación de membranas.



En la Figura 6 se puede ver de forma esquemática cómo pueden quedar retenidas distintas sustancias dependiendo del tamaño de poro de la membrana.

Figura 6. Tipos de membranas (Hontoria et al., 2003)

Los tipos de membrana que se utiliza en los biorreactores de membrana son de Ultrafiltración y de Microfiltración (Stephenson et al., 2002.), que deben cumplir en cuanto a su composición, una serie de requisitos como son los siguientes:

- > Deben ser inertes y no biodegradables.
- Deben ser fáciles de limpiar y de regenerar y deben ser resistentes a los agentes químicos y a las presiones y temperaturas elevadas.
- > Deben tener una distribución de los poros uniforme y elevada porosidad.
- Las membranas deben ser neutras o presentar carga negativa para evitar la adsorción de los microorganismos.
- Deben ser duraderas y fáciles de sustituir.

Influye mucho en la composición y en el módulo de membranas el tipo de agua residual que se va a tratar. Principalmente existen dos tipos de materiales que se suelen utilizar, poliméricos y cerámicos.

Las membranas cerámicas suelen tener mayor estabilidad química, mecánica y térmica que las membranas poliméricas, pero como inconveniente tienen que son muy frágiles, por lo que la mayoría de las empresas que comercializan membranas destinadas a tratamientos de aguas utilizan membranas poliméricas.



Figura 7. Estructuras moleculares de los principales polímeros usados en tratamientos de aguas. (AWWARF, LE, WRCSA, 1998)

Las membranas polimétricas más usadas normalmente en tratamientos de aguas son las derivadas de compuestos de celulosa, poliamidas, poliacrilnitrilo, polisulfonas, polietersulfonas, politetrafluoretileno, polifluoruro de vinilideno, polietileno, policarbonato y polipropileno (AWWARF, LE, WRCSA, 1998). En la Figura 7 se pueden ver las estructuras moleculares de las distintas membranas usadas en tratamiento de aguas.

Como se ha señalado anteriormente, hay una extensa gama de materiales que se pueden utilizar para fabricar membranas, aunque las más comúnmente utilizadas en los biorreactores de membranas son las de polifluoruro de vinilideno (PVDF), polietilsulfonas (PES), polietileno (PE) y polipropileno (PP). Estas membranas son normalmente hidrofílicas, para evitar un ensuciamiento rápido de la membrana, aunque algunos de los materiales con los que se fabrican son hidrofóbicos, como puede ser el PVDF y el PP, a los cuales se les aplica un tratamiento químico especial en su fabricación para que la superficie de la membrana sea hidrofílica, y por lo tanto en la membrana se comporten como tal. (Judd, 2006).

Por otro lado, existe una clasificación de las membranas atendiendo a la configuración del módulo, es decir, a cómo se dispone la membrana en una unidad de trabajo para poder ser utilizada. Las principales configuraciones existentes en el mercado son los sistemas de membranas tubulares, los sistemas de membranas de fibra hueca, sistemas de membrana de placa y bastidor y sistemas de membrana en espiral (AWWARF, LE, WRCSA, 1998). Las características principales de estas membranas son las siguientes:

Sistemas de membranas tubulares.

En este sistema la membrana está en el interior de un tubo. Los diámetros de tubo pueden ir de 0.25 a 1 pulgada, y son fácilmente limpiados; El ensuciamiento de este tipo de membrana más lento que otros, pues utilizar diámetros de tubo mayores cuando la filtración es de dentro hacia fuera (Figura 8).



Figura 8. Esquema de circulación de flujo de membrana tubular.

La ventaja principal de los sistemas tubulares es que sus orificios permiten manejar partículas más grandes y procesar influentes con grandes concentraciones de partículas. Su mayor desventaja es su costo asociado con el reemplazo de los tubos de membrana. Los tubos porosos de soporte generalmente se fabrican de fibra de vidrio, y el tubo completo y su membrana deben reemplazarse una vez que se ha dañado con contaminación irreversible. Son menos costosas que las membranas de fibra hueca, espiral o placa y bastidor.

Sistema de membrana de fibra hueca.

Los elementos de filtración consisten en fibras que pueden ser presurizadas en el interior o en el exterior y la alimentación se puede producir de dos maneras:

La primera forma en la que se puede dar la alimentación es entrando en la terminal de la fibra, el permeado se filtra a través de la fibra y es colectado y fluye hacia fuera del contenedor. El material retenido pasa a través del final de la fibra. Estas membranas son las más susceptibles de ser contaminadas colmatándose rápidamente la fibra por los sólidos. Debido al diámetro interior muy pequeño de las fibras de la membrana que están entre 0.5 y 1 mm, las partículas grandes y concentraciones de altos sólidos no pueden procesarse eficientemente en estas membranas. Si son fabricadas de poliestersulfona las unidades de membrana pueden esterilizarse con agua calentada por arriba de 100°C a presión.

Otra forma de alimentación es pasando el filtrado al interior de la fibra quedando el retenido en el exterior, de esta forma se puede tratar efluente con mayor concentración en sólidos en suspensión.

En ambos casos, para compensar el ensuciamiento de las membranas pueden retrolavarse periódicamente, sin embargo el fluido de retrolavado debe estar filtrado para remover las partículas que tapen o dañen la pared de la fibra porosa. La Figura 9 muestra una sección transversal de este tipo de membranas



Figura 9. Sección transversal de membrana de fibra hueca.

> Sistema de membrana de placa y bastidor.

Éste utiliza hojas de membrana planas y ofrece flexibilidad. Las unidades típicas consisten en una serie de platos con membranas de Ultrafiltración o Microfiltración pegadas a ambos lados del plato (Figura 10).

Los platos en forma de disco están colocados de modo que formen una especie de filtro cilíndrico. El número de platos en un módulo está limitado al volumen de flujo que pueda manejar la entrada y salida del sistema y la velocidad mínima de entrecruzamiento requerida a través de cada superficie de membrana.



Figura 10. Esquema de configuración de membrana de placa y bastidor.

En estos sistemas el ensuciamiento de la superficie de la membrana se disminuye introduciendo energía mecánica en el sistema para prevenir que las partículas se adhieran a los poros, por ejemplo, induciendo vibraciones en el sistema; otro método es combinar membranas de cerámica con rotación.

Muchas de las aplicaciones de este tipo de membranas está en el rango de microfiltración.

Sistema de membrana en espiral.

Estos elementos consisten en dos hojas de membranas separadas por un polímero de textil de refuerzo; esta tela soporta la membrana, para las altas presiones de operación y provee del canal de flujo por donde el agua clarificada sale (Figura 11).

El material de la membrana está pegado en espiral en un cartucho cilíndrico. La envoltura de la membrana se sella con adhesivo en tres lados para prevenir contra la contaminación del agua limpia. El cuarto lado es pegado a un tubo de permeado que tiene perforaciones en cada extremo para que el agua producida pueda salir por un tubo central. El tamaño del cartucho puede variar entre 2 pulgadas de diámetro con 6 pulgadas de longitud hasta 8 pulgadas de diámetro y 40 pulgadas de longitud.



Figura 11. Sistema de membrana en espiral.

Estos factores de diseño permiten operar con una gran variedad de materiales de proceso, que soporta caídas de presión de 3 bares y temperaturas de operación de aproximadamente 70°C. Entre los fabricantes de estas membranas esta Nitto Denko Corp. y Desalination System, Inc

Hay dos desventajas que destacar en estas membranas, la primera es que tanto la membrana como su contenedor deben reemplazarse una vez que se ha contaminado, y tiene dificultad en manejar materiales viscosos o aquellos que tengan gran cantidad de concentraciones de sólidos, debido a la poca luz de paso existente al estar enrollada la membrana.

1.2.2. Biorreactores de membrana. Generalidades

En la Figura 12 se puede ver un diagrama del proceso de biorreactores de membrana, donde se aprecia perfectamente la principal diferencia con el sistema de fangos activos, que consiste en la sustitución del decantador secundario por un sistema de filtrado constituido por módulos de membranas.



Figura 12. Esquema de Biorreactor de Membrana

Este proceso, al utilizar una membrana para realizar la separación sólido-líquido, hace que exista una serie de conceptos operacionales relacionados con el funcionamiento de los biorreactores de membrana. Estos conceptos son el de carga hidráulica, carga hidráulica crítica, permeabilidad, recuperación de la membrana y presión transmembrana.

La Figura 13 representa un esquema del funcionamiento de una membrana donde se tendrá un caudal de entrada (Qe) con una concentración total inicial del producto que se quiere separar (Ce), al producirse la separación entre las dos fases, se quedarán dos corrientes. La corriente de rechazo (Qr), que tendrá mayor concentración en el producto que se quiere separar (Cr) y la corriente de permeado (Qp), con una concentración menor en el producto que se pretenda separar (Cr).



Figura 13. Esquema de módulo de membrana

Aplicando un balance de materia al sistema de la figura 6, se puede observar cómo actúa una membrana de forma general:

Balance de materia total:

$$Qe = Qp + Qr$$

Balance de materia a los sólidos del sistema:

$$Qe \cdot Ce = Qp \cdot Cp + Qr \cdot Cr$$

Para tratamiento de aguas, considerando que lo que se pretende separar son los sólidos en suspensión, para membranas con tamaño de poro relativamente bajo como pueden ser las de ultrafiltración, nanofiltración u ósmosis inversa (tabla 4), se puede considerar que todas las partículas quedan, retenidas con la membrana, siendo Cp=0, quedando el balance anterior de la siguiente forma:

$$Qe \cdot Ce = Qr \cdot Cr$$

En el caso de los biorreactores de membrana, la membrana (BRM) actuará como medio por el cual se hace una separación sólido líquido aplicando un gradiente de presión para vencer la resistencia que opone la membrana al medio, de modo que el 99% de las partículas quedan retenidas con la membrana (Hasar et al., 2001; Mansell et al., 2004).

A continuación se describen algunos de los parámetros comúnmente utilizados en procesos con tecnología de membranas.

Carga hidráulica

La carga hidráulica (C_H o J) se define como el caudal de filtrado considerando la superficie de la membrana con el que filtra este caudal.

$$J = C_H = \frac{Qp}{S_{MEMBRANA}}$$

Normalmente se expresa en unidades del sistema internacional $(\frac{m^3}{m^2 \cdot S})$, o en unidades

de LMH
$$(\frac{l}{m^2 \cdot h})$$
.

Se puede introducir el concepto de carga hidráulica neta en el caso de que en el funcionamiento del filtrado se realicen contralavados periódicos:

$$Jnet = \frac{J \cdot tp - Jb \cdot \tau p}{tp + \tau p},$$

y teniendo en cuenta los ciclos de limpiezas químicas.

$$Jnet = \frac{tc}{tc + \tau p} \cdot \frac{J \cdot tp - Jb \cdot \tau p}{tc + \tau c}$$

- J.- Carga hidráulica de filtrado.
- tp.- tiempo entre limpiezas físicas (contralavado).
- τp.- duración de la limpieza física
- tc.- periodo entre limpiezas químicas
- τc.- duración de la limpieza química
- Jb.- Carga hidráulica de contralavado

Carga hidráulica crítica

El concepto de carga hidráulica crítica fue introducido por Field et al. (1995).Es la carga hidráulica en la cual en la membrana se produce un incremento de presión transmembrana muy rápido, dejando de ser proporcional la carga hidráulica a la presión transmembrana por lo que siempre habrá que trabajar por debajo de la carga hidráulica crítica que viene determinada por la membrana que se utilice.

Rechazo.

Se define rechazo como la relación entre la carga retenida y la de entrada, teniendo en cuenta los balances de materia realizados a partir de la Figura 13; considerando la aproximación Qe \approx Qp, se puede expresar el termino de rechazo de la siguiente forma:

$$R = 1 - \frac{Cp}{Ce}$$

Presión transmembrana.

La presión transmembrana (ΔP_{TM}) es la presión existente entre las dos caras de la membrana, y por lo tanto es el gradiente que hará filtrar el agua a través de ésta.

El cálculo de la presión transmembrana se realiza dependiendo de qué tipo de membrana se utilice en función de cómo se haga el filtrado, que puede ser de dos formas, filtrado directo (Figura 14 (a)) o filtrado tangencial (Figura 14 (b)).



Figura 14. (a) Filtración directa (b) Filtración tangencial

En la filtración directa lo que se realiza es un filtrado frontal a la membrana (Figura 14(a)), con lo cual el rechazo queda retenido en el lado donde se produce la alimentación provocando un aumento de concentración en el retenido con el tiempo. En estos casos la presión transmembrana (ΔP_{TM}) se calcula como la diferencia de presión entre el lado de la alimentación (Pa) y el lado del permeado (Pp).

$$\Delta P_{\rm TM} = Pa - Pp$$

En la filtración tangencial lo que se realiza es una alimentación en dirección tangente a la superficie de la membrana (Figura 14(b)), con una determinada presión de

alimentación (Pa), que originará una presión en la superficie de la membrana y ésta será la presión transmembrana en este caso, que cambiará a lo largo del conducto de alimentación, quedando una presión en el rechazo (Pr) residual. Por lo tanto se puede calcular la presión transmembrana considerando la presión que queda en el permeado (Pp) de la siguiente forma

$$\Delta P_{tm} = \frac{Pa - \Pr}{Pp}$$

Considerando que la presión de permeado normalmente será presión atmosférica, la expresión anterior quedaría de la siguiente forma:

$$\Delta P_{tm} = \frac{Pa - \Pr}{Patm}$$

Permeabilidad.

El concepto de permeabilidad (K) es la cantidad de caudal que puede filtrar la membrana por superficie y por presión.

$$K = \frac{J}{\Delta P_{TM}} = \frac{Q}{S_{membrana} \Delta P_{TM}}$$

Las unidades que se suelen utilizar en el cálculo de la permeabilidad son LMH bar⁻¹(l m⁻² $h^{-1}bar^{-1}$).

Recuperación de la membrana

El concepto de recuperación de la membrana hace referencia a las limpiezas químicas, es decir, es la permeabilidad que es capaz de recuperar la membrana tras la limpieza química. En este término de permeabilidad se considera la permeabilidad virgen de la membrana (Kv), que es la permeabilidad que tiene la membrana cuando no ha sido utilizada nunca.

Recuperación de la membrana sin considerar la permeabilidad virgen:

$$R(\%) = \frac{Kf - Ki}{Kf}$$

- Kf.- permeabilidad final tras limpieza química
- Ki.-permeabilidad inicial, previa a la limpieza química

Recuperación de la membrana considerando permeabilidad virgen:

$$R(\%) = \frac{Kf - Ki}{Kv - Ki}$$

- Kv.- permeabilidad virgen de la membrana
- Kf.- permeabilidad final tras limpieza química
- Ki.-permeabilidad inicial, previa a la limpieza química

Una vez vistos los anteriores parámetros utilizados en procesos de membranas, se verá el tipo de biorreactores de membrana en función de la disposición de la membrana, donde existen dos procesos diferenciados. Si se encuentra la membrana en el interior del reactor biológico son biorreactores de membrana sumergidos, si el módulo de membranas se encuentra en el exterior del reactor biológico son biorreactores de membrana enternos (Stephenson et al., 2002; Melin et al., 2006).

En los biorreactores de membrana sumergida (Figura 15), la membrana se encuentra situada en el mismo reactor biológico, está en contacto directo con el licor mezcla de éste, la fuerza impulsora a través de la membrana es alcanzada presurizando el biorreactor o creando presión negativa en el lado filtrado de la membrana (Côte et al., 1997; Buisson et al., 1998; Rosenberger et al., 2002). La limpieza de la membrana se puede realizar a través de frecuentes contralavados con agua tratada más aire y, ocasionalmente, mediante contralavados con o sin soluciones químicas. Generalmente se coloca un difusor de aire justo debajo del módulo de la membrana para suministrar el aire necesario para homogeneizar el contenido del tanque, para el proceso biológico y para la propia limpieza de la membrana. A continuación se presenta un esquema explicativo de este tipo de configuración:



Figura 15. Esquema Biorreactor de membrana sumergida

Las ventajas e inconvenientes en este tipo de sistemas según Gander et al. (2000a) son los siguientes:

- Mayor coste de aireación, debido a que las membranas sumergidas en el licor mezcla necesitan una corriente de aire tangencial a ésta; dicha corriente crea un régimen turbulento alrededor de la membrana que hará que el ensuciamiento no sea tan rápido; para crear esta corriente de aire se necesita de burbuja gruesa, por lo que el rendimiento de este tipo de aireación es mucho menor que la aireación por burbuja fina.
- Menor coste de bombeo que los biorreactores con la membrana externa, debido a que la membrana se encuentra dentro del licor mezcla y se ahorra el bombeo.
- Menor líquido permeado, pues se necesita en este tipo de sistemas una mayor superficie de membrana que en los sistemas de membrana externa.
- Requiere menor frecuencia de limpieza debido a la creación del flujo turbulento de aire y a los retrolavados periódicos que se realizan.
- Tiene un menor coste de operación; aunque los costes de aireación son mayores, el ahorro en el bombeo del licor mezcla hace que se estimen unos costes de operación menores que los costes de la configuración de membrana externa.

Capital inicial invertido mayor; al necesitar mayor superficie de membrana para filtrar el mismo caudal, se incrementan los costes de instalación.

La configuración de RBM externo o con recirculación (Figura 16) implica que el licor de mezcla es bombeado desde el biorreactor hasta la unidad de membrana que se dispone externamente al reactor biológico. La fuerza impulsora es la presión creada por la alta velocidad del flujo a través de la superficie de la membrana (Cicek et al., 1998; Chang et al., 2002). Posteriormente se hará una recirculación al reactor biológico del fango ya concentrado. En la Figura 16 se puede apreciar un esquema de este tipo de configuración.



Figura 16.Esquema Biorreactor de Membrana con Recirculación Externa

Las ventajas e inconvenientes en este tipo de sistemas son los siguientes (Gander et al., 2000a):

Menor coste de aireación que los sistemas de membrana sumergida debido a que todo el aire suministrado se lleva a cabo con burbuja fina, de ahí que el rendimiento en la transmisión de oxigeno sea mayor en este sistema.

- Mayores costes de bombeo, debido a que la membrana se encuentra en un depósito externo.
- Mayor capacidad de filtrado, se necesita menor superficie de membrana para un mismo caudal que en el sistema de membrana sumergida.
- Mayores frecuencias de lavado, debido a un ensuciamiento más rápido de la membrana.
- Mayores costes de operación; aunque los costes de aireación sean menores, no compensan los costes de bombeo asociados a este sistema.
- Capital inicial invertido menor, entre otras cosas por necesitarse menor superficie de membrana.

1.2.3. Evolución Histórica e implantación en el mundo de los biorreactores de membrana.

Las investigaciones con biorreactores de membrana comenzaron hace unos 30 o 40 años, cuando se empezó a considerar la combinación de membranas con un proceso biológico, como un sistema óptimo para el tratamiento de las aguas residuales (Stephenson et al., 2002).

Smith et al., (1969) tuvieron por primera vez la idea de sustituir el decantador por un proceso de ultrafiltración en plantas de fangos activos. En las primeras investigaciones se utilizó como planta piloto un biorreactor aerobio de 10 litros, con una membrana de ultrafiltración para tratar un agua residual sintética, la concentración de sólidos en suspensión en el licor mezcla era alta comparada con un sistema convencional aerobio (entre 23.000 y 30.000 mg/l), el flujo a través de la membrana era de 7.5 l/(m²h) y la eliminación de la demanda química de oxígeno fue en torno al 98% (Hardt et al., 1970). En la década de los 60 la compañía Dorr-Oliver desarrolló un sistema para el tratamiento de aguas residuales utilizando membranas llamado MST (Bemberis et al., 1971). En este sistema el agua de alimentación entraba en un biorreactor desde donde se enviaba de forma continua a un módulo de ultrafiltración.

En la década de los 70 la tecnología entró por primera vez en el mercado japonés gracias a un acuerdo que se produjo entre las compañías Dorr-Oliver y Sanki Engineering. Aproximadamente en la misma época Thetford Systems, actualmente de de Zenon Environment, lanzó su versión de un sistema externo ("proceso Cycle-Let") para el tratamiento aeróbico de las aguas residuales. En las décadas de los 80 y 90 Zenon Environment continuó desarrollando sistemas para el tratamiento de efluentes industriales.

En 1982, Dorr – Oliver introdujeron el sistema de reactor anaeróbico de membrana (MARS) para el tratamiento del efluente de una industria alimentaria. El proceso contaba con una unidad de ultrafiltración externa al biorreactor. Casi al mismo tiempo, en la década de los 80, se desarrollaron en el Reino Unido dos sistemas RBM (reactor biológico de membrana) con microfiltración y ultrafiltración (Choate et al., 1983). En Sudáfrica se desarrolla un sistema consistente en un digestor anaeróbico combinado con un proceso de ultrafiltración.

En 1989 el gobierno japonés junto con una serie de importantes compañías acordó invertir en el desarrollo de un sistema que fuese compacto y que produjese un efluente de elevada calidad de forma que permitiese la reutilización del agua. La compañía Kubota desarrolló un sistema RBM en el que una membrana de plato estaba inmersa en el biorreactor (Churchouse and Wildgoose, 1999).

En el año 1993, treinta y nueve de estos biorreactores de membrana con configuración externa se habían difundido y tenían diversas aplicaciones tanto para el tratamiento de aguas sanitarias, como industriales. (Aya, 1994). Actualmente, los sistemas de biorreactores de membrana son usados extensamente en Japón y varias compañías ofrecen este proceso para el tratamiento y reutilización del agua y para distintas aplicaciones industriales, principalmente en industrias alimentarias y de bebidas en las que son comunes valores elevados de DQO.

En resumen, se puede decir que las primeras plantas RBM aparecieron en América del Norte a finales de la década de los 70 y a principios de la década de los 80 en Japón y en
Sudáfrica, donde los procesos anaeróbicos coparon el mercado del tratamiento de efluentes industriales. La introducción en Europa de RBM aeróbicos no se produjo hasta mediados de los 90.

Actualmente existen más de 2200 plantas de MBR operando en diversas partes del mundo (Figura 17) y muchas otras en fase de proyecto o de construcción (Yang et al., 2006). Los países en los que más se ha extendido esta tecnología son Japón (que cuenta aproximadamente con el 66% de los procesos existentes en el mundo) y Norte América y Europa. Más del 98% de los sistemas complementan el proceso de separación de membrana precedido por un proceso biológico aerobio.

Además han aparecido en los últimos años numerosas compañías que han comercializado distintas patentes en tecnología de membranas, por lo que el mercado se ha diversificado tanto en precio como en tecnología. En la Figura 17 podemos ver algunas de estas compañías pero existen muchas más.



Figura 17. Instalaciones BRM a nivel mundial (modificado de Yang et al., 2006)

Algunas de las compañías que comercializan membranas sumergidas con membranas planas son Kubota, Brightwater Engineering, Colloide Engeneering Systems, Huber Technology, Toray Industries. Compañías que trabajan con membranas sumergidas de fibra hueca son Zenon Enviromental, Mitsubishi Rayon Engineering, Memcor, Koch Membrana Systems-PURON[®], Asahi Chemicals Corporation, ITT industries. Por otro lado están las compañías que trabajan con membranas con recirculación externa (Figura 16) como son Berghof Membrana technology, Noria X-Flow, Wehrle Enviromental, Millenniumpore (Judd, 2006)

A pesar de existir numerosas compañías en el mundo, como se ha indicado anteriormente, tanto con tecnologías de membrana con recirculación externa, como con tecnología de membrana sumergida, es esta última tecnología la que se está imponiendo, como se puede observar en la Figura 17 donde se observa que las compañias Kubota y Zenon son las que más plantas de biorreactores de membrana tienen, y aunque sea Kubota la que mayor cantidad de plantas de biorreactores de membrana ha instalado tanto para aguas residuales urbanas como para industriales, es Zenon la que más m³ de agua residual trata (Figura 18).



Figura 18. Capacidad acumulada instalada m³/día de Kubota y Zenon. (Judd, 2006)

1.2.4. Situación actual de las investigaciones de los biorreactores de membrana.

Como se ha comentado en el apartado anterior, se lleva investigando en este sistema más de 30 años (Stephenson et al., 2002); ya se han construido varias plantas de

biorreactores de membrana, por lo que las investigaciones actuales van encaminadas a perfeccionar esta técnica, para que su rendimiento sea óptimo tanto en el coste de instalación y explotación como en la obtención de un agua de gran calidad, sin olvidar el tratamiento de fangos y optimización del ensuciamiento de las membranas.

Mientras que en Europa y Asia casi todas las investigaciones que se han hecho hasta la actualidad son se dirigen al tratamiento de aguas residuales urbanas, en Norte América es todo lo contrario y el estudio de los biorreactores de membrana se centra en aguas residuales industriales; esto puede ser debido fundamentalmente a las restricciones de terreno que existen en Europa y Asia (Yang et al., 2006)

Los sistemas de biorreactores de membrana (BRM) son muy versátiles ya que se pueden adaptar a las plantas de fangos activos ya existentes, aumentando así el caudal y/o la carga a tratar que pueden asumir las plantas actuales (Côté et al., 2004); de esta forma se podrían resolver problemas en municipios que están creciendo mucho y las depuradoras existentes se han quedado pequeñas o en un futuro inmediato se quedarán pequeñas. Además, para depuradoras de nueva construcción, utilizando el sistema de membranas, el espacio requerido para la construcción de la planta sería mucho menor que si se implantara una depuradora de fangos activos.

Además de la posibilidad de adaptar plantas ya existentes, con los biorreactores de membrana se puede obtener un efluente de suficiente calidad para poderse reutilizar directamente (Yang et al., 2006), lo que es una de las grandes ventajas del proceso comparado con los procesos convencionales de tratamiento de aguas residuales. Por ejemplo, los procesos de fangos activos necesitarían un tratamiento terciario para conseguir un agua con características de reutilización, los costes del proceso más los costes del tratamiento terciario son mayores que los costes asociados a los biorreactores de membrana (Côté et al., 2004); por lo tanto, cuando se quiere implantar una planta de tratamiento de aguas cuyo efluente debe tener características de reutilización se aconseja instalar un biorreactor de membrana frente a otros tratamientos convencionales que necesitarían tratamiento terciario

Por otro lado, la tecnología BRM hace que sea apta para el tratamiento tanto de aguas residuales municipales como para el tratamiento de efluentes industriales (Stephenson et al., 2002; Van der Roest et al., 2002). Dada la elevada calidad del efluente y lo extraordinariamente compactas que son estas plantas están particularmente bien adaptadas para la aplicación en áreas de elevada sensibilidad ambiental, así como para el tratamiento de complejos efluentes industriales que requieren un sistema que permita operar a edades del fango elevadas, aplicaciones específicas donde el proceso convencional de fangos activados no puede producir un efluente de calidad adecuado a costes razonables, lo mismo en las áreas donde existen limitaciones espaciales, y por último para las ampliaciones de plantas convencionales (Tazi-pain et al., 2002). Estas son algunas de las afirmaciones que se quieren verificar con esta investigación, sobre todo la afirmación de la posibilidad de reformar o ampliar instalaciones ya existentes, con el sistema de biorreactores de membrana, ya que muchas de las grandes depuradoras de nuestro país en poco tiempo necesitarán abarcar grandes reformas debido al deterioro de las instalaciones por el paso del tiempo, además también hay que considerar los incrementos demográficos sufridos en algunos municipios en los que las depuradoras existentes se han quedado infradimensionadas.

Como se ha dicho anteriormente, la mayor ventaja potencial de esta tecnología está en el campo de la reutilización. En la actualidad, el uso del agua depurada con diferentes fines supone en España un 0,75 %, 270 hm/m³, de la demanda nacional. El plan hidrológico nacional incluye proyectos de reutilización de aguas residuales que actualmente son vertidas al mar; gracias a esos planes, se prevé conseguir un porcentaje de uso en torno al 3 % de la demanda nacional en el año 2.012, lo que supone cuadriplicar el uso actual.

Por lo que uno de los objetivos de las investigaciones que se llevan a cabo es el de optimizar el tratamiento para obtener un caudal con la mayor calidad posible al menor costo, en este sentido Ren et al. (2005) hace una optimización de la eliminación de la demanda química de oxigeno (DQO), considerando varios tiempos de retención hidráulicos y para distintas concentraciones de sólidos en suspensión en el licor mezcla, llegando a la conclusión de que a partir de 6000 mg/l de MLSS no hay mejoras

significativas en el rendimiento de eliminación de DQO, además como cabe esperar a mayor tiempo de retención hidráulico (TRH) se consiguieron rendimientos de eliminación de DQO hasta del 97.2% con tiempos de retención hidráulicos (TRH) de 3 horas.

En muchas ocasiones la reutilización de las aguas residuales tratadas viene impuesta por la presencia de estos microorganismos patógenos, que en aguas residuales urbanas son principalmente de tipo fecal. Con la tecnología BRM se logran retener bacterias, virus y algunos componentes orgánicos e inorgánicos que frecuentemente son encontrados en los efluentes de los tratamientos biológicos convencionales sin tratamiento terciario (Melin et al., 2006).

En sistemas convencionales de tratamiento biológico, parte de estos patógenos son eliminados de las aguas residuales bien por fenómenos físicos o biológicos, pero normalmente no se llega a una eliminación total de estos microorganismos. Unos de los procesos más eficaces para su eliminación son las tecnologías de membrana. Atendiendo a esto, los BRM son capaces de reducir el número de patógenos gracias a la membrana de ultrafiltración, que es capaz de retener bacterias y algunos tipos de virus. Existen estudios que han demostrado la eficiencia de eliminación de coliformes fecales usando sistemas de membrana de ultrafiltración (Till et al., 1998; Gander et al., 2000b). Otros estudios han demostrado un rendimiento de eliminación superior al 98 % en Escherichia coli en BRM con membranas de microfiltración (Wen et al., 2004); incluso hay estudios que demuestran una eliminación del 100% de las bacterias en el permeado, obteniéndose así un efluente en el proceso susceptible de se reutilizado (Arrojo et al., 2005). El uso de membranas para la eliminación de bacterias coliformes fecales del efluente supone una alternativa eficaz a los métodos usados convencionalmente como la cloración, la ozonización y la radiación ultravioleta, debido a que todos estos métodos pueden generar productos altamente peligrosos para los seres humanos y para los organismos acuáticos, como los THM (trihalometanos) que afectan a la calidad del efluente (Chow and. Roberts., 1979; Cooper et al., 1986).

Los biorreactores de membrana son también sistemas que se han mostrado eficientes en la eliminación de virus (Chiemchaisri et al., 1992). Experimentos llevados a cabo por Cicek et al. (1998) indican una eliminación de virus del 94.5 %; además, hay casos estudiados donde utilizando membranas de ultrafiltración, hay una completa eliminación de virus (Melin et al., 2006). El proceso por el que se produce la eliminación de bacteriófagos en un BRM se debe a tres mecanismos, uno físico debido al tamaño de poro de la membrana, otro de tipo químico debido a la adsorción de los virus por la biopelícula formada en la membrana y por último un componente biológico como resultado de la depredación de los virus por otros microorganismos (Ueda y Horan, 2000).

Hay estudios publicados donde se afirma, al igual que en el caso de los virus, que utilizando membranas de ultrafiltración se puede llegar a la eliminación total de estos coliformes (Melin et al., 2006). En la Tabla 5 se pueden ver con claridad los grandes rendimientos de eliminación tanto de parámetros físico químicos como microbiológicos que tienen los biorreactores de membrana.

2006)						
Eficiencia de Calidad						
Parametro	Eliminación (%)	delefluente				
SS, mg/l	>99	<2				
Turbidez, NTU	98,8-100	<1				
DQO, mg/l	89-98	1030				
DBO, mg/l	>97	<5				
COD, mg/l	-	510				
NH3-N, mg/l	80-90	<5,6				
Ntot, mg/l	36-80	<27				
Ptot*, mg/l	62-97	0,32,8				
Total coliforms	5-8 log	<100				
CFU/100 ml						
Faecal Coliforms	-	<20				
CFU/100 ml						
Bacteriophages	>3-8 log	-				
PFU/100ml						

Tabla 5. Eficiencia de eliminación y calidad del efluente en biorreactores de membrana (Melin,

Otra de las ventajas que se puede lograr con un BRM, es que al tratarse de un proceso biológico se puede conseguir una eliminación de nutrientes (Mansell and Schroeder, 1999). Por ejemplo, para efluentes con alta carga en compuestos nitrogenados, como puede ser los purines de los cerdos, haciendo una nitrificación y posteriormente una desnitrificación, el sistema tiene una gran eficiencia en cuanto a eliminación de nitrógeno (Mahne et al., 1996). A escala de laboratorio se han hecho montajes de desnitrificación-nitrificación, utilizando metano y ácido acético para favorecer la desnitrificación (Ghyoot et al., 1999). Hay estudios que demuestran que al trabajar a concentraciones de fango mayores existe más biomasa nitrificante por lo que la nitrificación en BRM se realizará mejor que en procesos de fangos activos (Muller et al., 1995), por lo que la desnitrificación se mejora para concentraciones de fangos mayores (Suwa et al., 1992).

Hasta ahora todas las investigaciones reseñadas hacen referencia a la gran calidad del agua tratada, pero otro aspecto muy importante en el tratamiento de aguas residuales es la producción de fangos del proceso, debido al impacto medioambiental que pueden originar los lodos procedentes de depuradoras y por la legislación a la que están sometidas; por ello hay un gran interés en desarrollar técnicas que produzcan la mínima cantidad de fangos posibles. Los tratamientos convencionales suelen tener una alta producción de fangos. En las plantas de fangos activos la concentración de salida de los fangos viene determinada por la capacidad de sedimentación de los decantadores, produciendo un fango de salida en concentraciones diluidas con necesidad de introducir sistemas de espesado, estabilización de fangos y deshidratado, en la mayoría de los casos, con el consecuente incremento en el coste del tratamiento.

Uno de los procesos con los que se puede producir una menor cantidad de fangos es mediante biorreactores de membrana. Existen investigaciones donde se observa cómo afecta la edad del fango a estos sistemas, en ellas se comprueba que a mayores edades del fango la producción de fangos es menor (Malfeito et al., 2004). Además, en los BRM existe la opción de trabajar a tiempos de retención celular (TRC) y a tiempos de retención hidráulicos (TRH) independientes (Melin et al., 2006); esto hace que pueda se trabajar con tiempos de retención celular relativamente altos, pudiéndose así reducir los fangos del proceso hasta en un 50% comparado con procesos convencionales de fangos activos (Côté et al., 1997).

Muller et al. (1995) trabajaron con aguas residuales urbanas comparando un sistema convencional de fangos activos de baja carga con unos tiempos de retención hidráulicos hasta de 50 horas, con un RBM con completa retención de fangos, llegando a concentraciones de 50 g/l en el reactor biológico consiguiéndose mineralizaciones por encima del 50%, pero no llegaron a conclusiones definitivas de que la producción de fangos en el RBM sea mejor que en la planta convencional de fangos activos.

También hay que tener en cuenta los estudios realizados a altas concentraciones de carga orgánica, que indican que al aumentar la concentración de sólidos en suspensión en el reactor hay menor producción de fangos pero la cantidad de oxígeno necesaria también aumenta, o en consecuencia si el suministro de oxígeno se mantiene constante, la concentración de oxígeno presente en el licor mezcla disminuye con el incremento de los MLSS (Lübbecke et al., 1995).

A la vista de las investigaciones existentes sobre la producción de fangos en los BRM, se hace evidente el notable interés que presenta ese aspecto, por lo que se ha tenido en cuenta en el presente trabajo de investigación.

Otro aspecto importante que hay que tener en cuenta en el proceso de los BRM es el relativamente rápido ensuciamiento de la membrana, que es una de las limitaciones por las que el sistema no se está comercializando más rápidamente. Se han realizado numerosas investigaciones para optimizar y reducir el ensuciamiento que tiene lugar en las membranas durante el proceso. Es un aspecto fundamental la optimización del ensuciamiento de la membrana para reducir los costes de proceso debido a las continuas limpiezas químicas que se tienen que hacer y de amortización por sustitución de membrana por que llega un momento en el que la membrana no se puede recuperar por limpieza química. Las causas del ensuciamiento de las membranas no están muy claras, hay numerosos estudios que se contradicen.

Hablando de forma general, el ensuciamiento de la membrana en los BRM es debido a la interacción entre el biofluido y la membrana; tan pronto como la membrana entra en contacto con la suspensión biológica se origina la deposición de biosólidos originando una caída de la carga hidráulica. El ensuciamiento debido a la biopelícula formada en la superficie de la membrana es un ensuciamiento que puede ser recuperado mediante procesos físicos, como por ejemplo contralavados periódicos. Por otro lado, el ensuciamiento debido a la adsorción de materia disuelta en el interior de los poros de la membrana y el bloqueo de estos poros debido a esta adsorción es considerado un ensuciamiento irreversible, que sólo puede ser recuperado mediante limpiezas químicas; además, con el uso de la membrana existe un tipo de ensuciamiento irrecuperable que hará que la membrana pierda permeabilidad tras sucesivos usos y limpiezas químicas (Chang et al., 2002).

Defrance et al. (2000), llegan a la conclusión de que el ensuciamiento de la membrana es debido principalmente a los sólidos en suspensión en el licor mezcla y a los coloides presentes en éste, con una repercusión de la materia soluble mínima; otra de las conclusiones de este estudio fue que al trabajar a presión constante el caudal a través de la membrana no decrecía significativamente en concentraciones de MLSS entre 2- 6 g/l, por lo tanto el ensuciamiento de la membrana no se veía relativamente afectado en esas concentraciones de operación.

Existen otros estudios en que se afirma que la fracción soluble de los MLSS tiene gran importancia en el proceso de ensuciamiento de la membrana, de modo que la contribución al ensuciamiento de los coloides y de la fracción soluble de los MLSS puede llegar hasta el 75 %, mientras que el 25 % restante es provocado por los sólidos en suspensión (Bouhabila et al., 2001); incluso existe otro estudio en que se afirma que la contribución al ensuciamiento de la membrana de los distintos productos solubles puede llegar hasta el 50% (Wisniewski and Grasmick, 1998).

Debido a que los ensuciamientos que tienen lugar en las membranas son imposibles de evitar, lo que se pretende conseguir es una optimización de las limpiezas de las membranas; estas limpiezas se pueden hacer de distintas maneras, desde limpiezas físicas con ultrasonidos, con continuos contralavados, con o sin productos químicos, y limpiezas químicas para eliminar las incrustaciones y la formación de torta en la superficie de la membrana. De entre los procesos de limpieza, el menos efectivo es el de ultrasonidos ya que se ha observado que cuando se utiliza este método se rompen los flóculos y partículas del licor mezcla y obstruyen los poros de la membrana disminuyendo la permeabilidad inicial de la misma cada vez que se usa el ultrasonido; en cambio, cuando se utilizan limpiezas químicas, tanto alcalinas como ácidas combinadas con contralavados e incluso ultrasonidos, se puede llegar a una recuperación del caudal que filtra la membrana casi completa (Lim and Bai., 2003).

El problema de utilizar constantes limpiezas químicas para eliminar el ensuciamiento es el deterioro que puede sufrir la membrana y consecuentemente la disminución de la vida útil de la misma. Por lo tanto, aunque son necesarias estas limpiezas químicas lo que se intenta es optimizar el número de veces que se necesitan hacer.

En los sistemas BRM de fibra hueca normalmente se utilizan contralavados periódicos, por ejemplo, utilizando una bomba conectada al depósito de permeado que invierte el ciclo de filtrado y hace que se elimine la biopelícula formada en la superficie de la membrana (Bouhabila et al., 2001); la eficiencia de este proceso depende de la naturaleza del ensuciamiento. Si ocurre un bloqueo de los poros de la membrana o la biopelícula está fuertemente adherida, estos contralavados pueden ser ineficientes o si sustancias de naturaleza inorgánica precipitan en la superficie de la membrana o en los poros no podrán ser eliminadas por los contralavados (Yoon et al., 1999). Se puede optimizar la frecuencia con la que se realizan estos contralavados para tener una máxima producción de permeado, evitando un ensuciamiento de la membrana. Con contra lavados de 15 segundos cada 10 minutos de operación se logra reducir la velocidad de ensuciamiento de la membrana, encontrándose óptimos de contra lavado (Bouhabila et al., 2001).

También se pueden hacer los contralavados utilizando el aire en lugar del permeado (Choo and Stensel, 2000). Mediante esta técnica se puede prevenir la compactación de la biopelícula formada en la superficie de la membrana y reducir el bloqueo de los poros de la membrana por incrustación de partículas. Con este tipo de limpiezas se consigue un 90 % de mejora en la carga hidráulica comparándolo con un sistema sin contralavados (Parameshwaran et al., 1999).

Otra medida que se puede realizar para evitar un rápido ensuciamiento de la membrana es hacer circular una corriente de aire tangencial por la superficie de la membrana para evitar que los flóculos y las partículas ensucien rápidamente esta superficie.

En cuanto al modo de operación del proceso con la membrana, existen dos formas de realizar el filtrado en el proceso: se puede trabajar a presión transmembrana (PTM) constante, o se puede trabajar a caudal constante. Si se trabaja a presión constante el caudal que se puede filtrar a través de una misma superficie de membrana irá disminuyendo conforme la membrana sufra el ensuciamiento que se ha comentado anteriormente. La otra forma de trabajar es a caudal constante con lo que al ir ensuciándose la membrana irá aumentando la presión transmembrana. Es recomendable trabajar a caudal constante o lo que es lo mismo a carga hidráulica constante. Esto es debido a que si se trabajará a PTM constante se podría llegar a un momento de sobre ensuciamiento de la membrana, que puede dejar de ser recuperable por las limpiezas químicas; en cambio, trabajando a caudal constante se pueden programar las limpiezas químicas en función del ensuciamiento de la membrana que es directamente proporcional al aumento de PTM, evitando así un ensuciamiento irrecuperable, alargando la vida útil de la membrana (Defrance and Jaffrin ., 1999).

Además, como se comentó en el apartado 1.2.2, existen dos modos de generar el gradiente de presión y filtrar el efluente a través de la membrana, mediante filtración directa o mediante filtración tangencial. En el caso de la filtración directa se puede producir un ensuciamiento rápido debido a la inclusión de partículas en el poro de la membrana; en cambio, este fenómeno se reduciría en la filtración tangencial, donde las partículas depositadas son arrastradas debido a la velocidad del flujo tangencial a la membrana originando menos ensuciamiento en la misma; sin embargo esto último en la práctica no ocurre. Hay evidencias de que cuando se filtra con flujo tangencial se origina un gran ensuciamiento de la membrana también, haciendo necesarias frecuentes

limpiezas químicas (la frecuencia dependería de la concentración de sólidos en la corriente de alimentación) (Al-Malack and Anderson, 1997); además, muchos estudios han demostrado que una de las mayores variables del ensuciamiento de la membrana es la velocidad de flujo en este tipo de sistemas (Tardieu et al., 1998; Defrance and Jaffrin, M.Y. 1999). Teniendo todas las consideraciones anteriores en cuenta, en el mercado se están imponiendo membranas de filtración directa (Kubota; Zenon), en las que se evita un rápido ensuciamiento haciéndoles circular una corriente de aire tangencial a la membrana para evitar una rápida formación de biopelícula y evitar, en la medida de lo posible, el bloqueo de la membrana; esto se puede combinar con procesos físicos de contralavados comentados anteriormente para espaciar las limpiezas químicas que serán más agresivas con las membranas.

Teniendo en cuenta todo lo anterior, actualmente se están haciendo modelos matemáticos a partir de ecuaciones fenomenológicas basadas en el crecimiento microbiano. Una manera de explicar la generación de biomasa y la velocidad con que ésta se genera es mediante la cinética de crecimiento microbiana como la descrita en el apartado1.1.6.; las ecuaciones fenomenológicas de las que parten muchos de los estudios son las propuestas en los modelos ASM (modelos de fangos activos) de la IWA (Henze et al., 1987; Henze et al., 1995; Urbain et al., 1998); con estos modelos cinéticos se quiere conseguir una exacta descripción de los procesos biológicos de fangos activos. Estos modelos se están aplicando a los biorreactores de membrana, teniendo en cuenta el ensuciamiento que sufren las membranas (Witgens et al., 2003), para predecir el comportamiento tanto del sistema como de la membrana y así poder optimizar el proceso. Incluso existen estudios donde se relacionan directamente los parámetros cinéticos con los costes del proceso para conseguir unos parámetros de operación y diseño óptimos minimizando los costes (Yoon et al., 2004).

En definitiva, en vista de la anterior revisión bibliográfica, se puede concluir que las investigaciones en biorreactores de membrana están encaminadas a optimizar los procesos de operación para obtener fundamentalmente un efluente de calidad de reutilización con un funcionamiento óptimo del proceso. Es necesario tener en cuenta los distintos factores que nos pueden influir, como pueden ser, la producción de fangos

y control y análisis del ensuciamiento de las membranas, para así obtener un efluente de la mayor calidad posible con la mínima producción de fangos y conservando la membrana en unas condiciones de operación tales que necesiten el mínimo de limpiezas químicas con el mayor aprovechamiento por superficie de membrana, prolongando así su vida útil.

OBJETIVOS DE LA INVESTIGACIÓN

2. OBJETIVOS DE LA INVESTIGACIÓN.

2.1. OBJETIVOS PRINCIPALES

- Optimización de parámetros de los biorreactores de membrana para el tratamiento de aguas residuales urbanas
- > Aplicación en rehabilitación de estaciones depuradoras existentes.

2.2. OBJETIVOS SECUNDARIOS.

- Campo de actuación en modificaciones de sistemas de fangos activos.
- Reutilización del agua residual

VARIABLES Y PARÁMETROS

3. VARIABLES Y PARÁMETROS.

3.1. VARIABLES

Se entiende como variable aquella magnitud, por tanto cuantificable, de influencia directa en el proceso estudiado y cuya causa de variación cuantitativa es ajena al sistema y sólo depende de hechos externos y sin influirse por el propio encadenamiento del sistema físico posterior.

3.1.1. MLSS (Sólidos en Suspensión en el Licor Mezcla).

Sólidos en suspensión en el licor mezcla del reactor biológico, los incrementaremos o diminuiremos dependiendo de la aceptación de la membrana a la carga contaminante y a la depuración que se quiera llevar a cabo.

Se procederá a ir elevando los MLSS y ver cómo se comporta la planta tanto técnica como biológicamente.

3.2. PARÁMETROS

Magnitudes que expresan el resultado del tratamiento y que deben considerarse para un buen conocimiento del proceso.

3.2.1. DBO₅ (Demanda Biológica de Oxigeno).

Parámetro que permite ver de forma indirecta la cantidad de materia orgánica que hay presente en el agua. Este parámetro empírico se basa en la capacidad que los microorganismos presentes en una muestra tienen de consumir los compuestos orgánicos en un ambiente aeróbico, por lo tanto nos informa de la biodegradabilidad de la muestra en estudio.

3.2.2. DQO (Demanda Química de Oxígeno).

Parámetro necesario para saber la cantidad de materia orgánica tanto biodegradable como no, que existe en el agua residual, por lo tanto la relación existente entre DQO y DBO₅, proporcionará información sobre el carácter biodegradable del agua analizada.

3.2.3. MLSS (Sólidos en Suspensión en el Licor Mezcla).

Este parámetro dará información de la cantidad de sólidos en suspensión que hay en el reactor biológico, que esta íntimamente unido a la concentración de microorganismos que existen en el reactor biológico.

MÉTODOS ANALÍTICOS

4. MÉTODOS ANALÍTICOS

4.1. DEMANDA BIOLÓGICA DE OXIGENO (MÉTODO MANOMÉTRICO).

La demanda biológica de oxígeno es una estimación indirecta de la cantidad de materia orgánica presente en las muestras de aguas residuales. Se puede definir como la cantidad de oxígeno necesaria para oxidar por vía biológica los compuestos orgánicos biodegradables de una muestra de agua.

Se realizó esta medida mediante el método manométrico, que se basa en la medida de consumo de oxígeno en la degradación biológica de la materia biodegradable a 20°C, en oscuridad, durante un período de 5 días. En este método se realiza una medida indirecta del oxígeno consumido, basándose en la caída de presión por el consumo de éste en un frasco cerrado herméticamente. El oxígeno es proporcionado a la muestra a partir del aire. El equipo para la determinación de la marca Oxitop consta de un frasco de vidrio de color topacio para evitar la acción de la luz, en el cual se introduce un volumen concreto de la muestra de agua que determinar, junto con un imán para la correcta homogenización de la misma.

El calculo de la muestra que añadir en cada experimento, de forma que se asegure que haya suficiente oxígeno en el interior de la botella para biodegradar la materia orgánica presente en la muestra, se realiza a partir de la determinación de la DQO, la cual guarda relación con la DBO₅ a través del factor de biodegradabilidad (relación DBO₅/DQO). En la Tabla 6 aparecen los volúmenes de muestra que es preciso añadir en función de la DBO₅ estimada. Se seleccionó un volumen de 164 ml para las muestras de entrada y 432 ml para las muestras de salida. Una vez seleccionado el volumen adecuado de muestra, se añade esa cantidad a las botellas junto con un imán, colocando un receptáculo en el cuello de la botella con 2 lentejas de hidróxido sódico. A continuación, se cierran los tapones de las botellas sin ajustar, se colocan sobre su agitador magnético en el frigotermostato a 20°C y se dejan durante 5 minutos como fase de atemperado de la muestra para saturarla de oxígeno. Transcurridos los 5 minutos se cierran los tapones

ajustándolos perfectamente y se coloca la escala del manómetro a cero. Se dejan durante 5 días, al cabo de los cuales se toma la lectura del manómetro y se calcula la DBO₅ aplicando la ecuación siguiente:

$$DBO_5(mgO_2/l) = DBOmedida(5dias) \cdot Fdilución$$

Siendo F el valor que aparece en la Tabla 6, dependiendo del volumen de muestra añadido.

DBO5 estimada	Volumen de muestra a añadir (ml)	Factor (F)
0-35	432	1
35 - 70	365	2
70 - 175	250	5
175 - 350	164	10
350 - 700	97	20
700 - 1750	43.5	50
1750 - 3500	22.7	100

Tabla 6. Volumen de muestra en función de la DBO5 estimada para frascos de 1 litro.

La muestra se mantiene constantemente en agitación colocando la botella sobre un agitador magnético. Este movimiento facilita la transferencia de aire de la capa superior de la botella a la muestra. Debido a los procesos metabólicos desencadenados en la muestra de agua, la concentración de oxígeno en el aire desciende y con ello la presión interna de la botella, al estar cerrada herméticamente.

El CO₂ producido equilibra la caída de presión en el interior de la botella, por lo cual debe eliminarse este elemento del medio. Para ello se añade el hidróxido sódico. El dióxido de carbono contacta con la sustancia básica gracias a la agitación y es precipitado como bicarbonato.

$$NaOH + CO_2 \rightarrow NaHCO_3$$
.

La caída de presión del interior de la botella es registrada en un manómetro que da el valor directamente en mg O_2/l .



Figura 19. Método manométrico determinación DBO₅.

En la Figura 19 se aprecian los manómetros Oxitop usados a lo largo de la investigación; el bote con la muestra se coloca sobre un agitador magnético dentro de un frigotermostato a 20 °C, el tapón del sistema será el que detecte la diferencia de presión, dando directamente valores de DBO en función de la muestra añadida.

4.2. DEMANDA QUÍMICA DE OXIGENO (MÉTODO DE OXIDACIÓN A REFLUJO CERRADO).

La DQO se considera como una forma de estimar la materia orgánica presente en una muestra de agua, a través de la determinación por vía química de la cantidad de oxígeno necesario para oxidarla. Mediante este método se oxida tanto la materia orgánica biodegradable como la que no lo es, logrando la oxidación de entre un 95 a un 100% de la mayoría de los compuestos orgánicos.

El método analítico utilizado es el de oxidación a reflujo cerrado colorimétrico, el cual se basa en una oxidación fuerte de la materia orgánica utilizando para ello un oxidante fuerte como el dicromato potásico ($Cr_2O_7 K_2$), en medio ácido fuerte (exceso de H_2SO_4). Las muestras se llevan a 150°C en presencia de una cantidad conocida de dicromato potásico y de un catalizador de plata en medio fuertemente ácido durante un período de 2 horas. Una parte del dicromato es reducido por las materias oxidables

presentes produciéndose Cr^{3+} , originando un color determinado espectrofotométricamente a una absorbancia de 600 nm (APHA, 1992).

La reacción química siguiente refleja el proceso de oxidación para la glucosa:

La preparación de los reactivos se hace de la siguiente manera:

Solución digestora de dicromato potásico $(Cr_2O_7 K_2)$, 0.0521 M: Se mantienen en agitación 500 ml de agua destilada en un matraz aforado de 1 l y sobre él se añadieron 12,25 g de K₂Cr₂O₇ secado a 103°C durante 2 horas, 40 g de HgSO₄ y 167 ml de H₂SO₄ al 98%. Tras disolución, enrasar hasta 1 l con agua destilada.

Solución ácida: En un matraz aforado de 1 l se añaden sobre 500 ml de H_2SO_4 al 98% en agitación 6,6 g de Ag_2SO_4 hasta disolución, enrasar hasta 1 l con H_2SO_4 y se deja reposar el reactivo al menos 24 horas; no se debe observar turbidez).

Solución madre de Ftalato ácido de potasio (HOOCC₆H₄COOK) (1000 mg O_2/l): En un matraz aforado de 1 l se añaden sobre 500 ml de agua destilada en agitación 850.34 mg de Ftalato ácido de potasio secado a 120 °C durante 2 horas. Tras su disolución se enrasa hasta 1 l con agua destilada.

Procedimiento para la oxidación:

Los tubos de digestión y los tapones se limpian con mezcla sulfocrómica, se aclaran con abundante agua destilada y se secan a 103 °C para eliminar cualquier resto de agua.

Se agita la muestra con objeto de homogeneizarla y a continuación se añaden a los tubos las siguientes cantidades:

2 ml de solución digestota.

3 ml de muestra.

4 ml de solución ácida.

También se prepara un blanco añadiendo en lugar de muestra agua destilada. Después se cierran los tubos y se agitarán invirtiendo el tubo varias veces para mezclar completamente. Una vez homogeneizada la solución se mantiene en un bloque térmico durante 2 horas a 150 °C.

Valoración espectrofotométrica

El espectrofotómetro usado fue el He λ ios γ spectrophotometer (ThermoSpectronic). Esta técnica requiere la realización de una curva de calibración que compare los valores de absorbancia obtenidos a partir del cromo formado, con los valores de DQO.

Para ello se empleó Ftalato ácido de potasio que es oxidado por el dicromato y que guarda una relación directa en valor de mg O_2/l (1 mg FHP equivale a 1.176 mg O_2/l). Se prepararon diferentes patrones a partir de la solución madre de Ftalato ácido de potasio de 1000 mg O_2/l realizando diluciones en matraces aforados de 100 ml como se indica en la Tabla 7.

Tabla 7. Curva patrón para la DQO

Muestra	1	2	3	4	5	6
Concentración (mg O ₂ /l)	50	100	200	500	800	1000
ml patrón	5	10	20	50	80	100
ml agua destilada	95	90	80	50	20	0

Para cada patrón se sigue el mismo método de oxidación a reflujo cerrado comentado anteriormente.

Tras la digestión se mide en el espectrofotómetro la absorbancia a 600 nm, usando para ajustar el cero el blanco preparado. Con los datos obtenidos se realiza la curva de calibración con los valores de absorbancia en el eje de ordenadas y las concentraciones conocidas en el eje de abscisas. Se desprecian aquellas curvas de regresión cuyo coeficiente de correlación resulta ser inferior a $r^2 = 0.99$.

Obteniéndose una ecuación de la siguiente forma:

$$Abs = A + B * [DQO]$$

De la misma forma se mide la absorbancia de las muestras una vez que han sido oxidadas. El valor de DQO de las muestras se obtiene sustituyendo en la recta de calibrado obtenida tras la regresión lineal.

4.3. SÓLIDOS EN SUSPENSIÓN

Los sólidos en suspensión son aquellas partículas presentes en el agua con un tamaño superior a 0.45 µm. Su determinación se basa en un proceso de separación sólidolíquido mediante evaporación. Se filtra una muestra bien mezclada por un filtro estándar de fibra de vidrio y el residuo retenido en el mismo se seca a un peso constante a 103-105°C. El aumento de peso del filtro representa los sólidos en suspensión (APHA, 1992).

Procedimiento:

En primer lugar se hace una preparación de los filtros. Esta fase es necesaria para evitar pérdidas en el peso de la tara del filtro empleado, al arrastrarse las fibras de éste en la fase de filtración. Para ello se colocaba el filtro en el soporte del sistema de filtración con su máxima apertura de poro hacia arriba, cerrando el sistema con el vaso. Se añaden 20 ml de agua destilada y se aplica vacío hasta succión total; esta operación se realiza 3 veces. Tras esto se coloca el filtro en la estufa a 103°C durante 1 hora. Después se enfría el filtro en el desecador y se pesa. A continuación se vuelve a introducir el filtro en la estufa durante 15 minutos, volviendo a enfriar y pesar. Esta operación se repite hasta obtener un peso fijo (Pi).

Para el análisis de las muestras se colocó el filtro tarado, de la forma descrita en el párrafo anterior, en el sistema de filtración con su máxima apertura de poro hacia arriba y se añade la cantidad de muestra adecuada. Para las muestras de entrada se filtran 40 ml, para las de salida 100 ml y para las del licor mezcla del reactor biológico (MLSS) 2 ml. Estas últimas se hacen por triplicado para evitar el error experimental debido al

pequeño volumen de muestra filtrado. También se colocó un blanco, filtrando agua destilada en lugar de muestra para minimizar el error experimental debido a la perdida de peso del filtro. Una vez filtrado, se introduce el filtro en la estufa a 103°C durante 1 hora. Transcurrido este tiempo se enfría el filtro en el desecador y se pesa, a continuación se vuelve a introducir el filtro en la estufa durante 15 minutos, volviendo a enfriar y pesar. Esta operación se repite hasta obtener un peso fijo (Pf). Los sólidos en suspensión se calculan empleando la siguiente expresión:

$$SS(mg/l) = \frac{(P_f - P_i)}{Vol}$$

Donde:

- Pi: Peso tara del filtro (mg)
- Pf: Peso final tras la desecación (mg)
- Vol: Volumen de muestra (litros)

4.4. SÓLIDOS VOLÁTILES.

La determinación se basa en la pérdida de peso de una muestra de sólidos por su incineración. Esto hará que los compuestos orgánicos se volatilicen tras su combustión, pasando a CO₂ y H₂O, mientras que la materia inorgánica permanece como materia fija. Una vez conocidos los sólidos en suspensión del licor mezcla del reactor biológico (MLSS), su determinación se hace como se ha descrito en el apartado anterior, se introduce el filtro seco en una mufla a 550 °C durante 20 minutos. Se enfría el filtro en el desecador y se pesa en la balanza de precisión (APHA, 1992). Para conocer los valores de sólidos volátiles del licor mezcla (MLSSV) se aplica la siguiente ecuación:

$$MLSSV(mg/l) = \frac{(P_{ai} - P_{ti})}{Vol}$$

Donde:

- P_{ti}: Peso tras incinerar
- P_{ai}: Peso antes de incinerar
- Vol: Volumen de muestra (litros)

4.5. PH

La determinación de este parámetro es importante para ver la calidad de las aguas residuales. El intervalo de concentración para la mayoría de las actividades biológicas es limitado, de ahí que haga falta tener controlado el pH para garantizar los procesos biológicos.

El principio básico de la determinación electrométrica del pH es la determinación de la actividad de los iones hidrógeno (H⁺) por medición potenciométrica utilizando un electrodo patrón de hidrógeno y otro de referencia. El pH de los sistemas acuosos se puede medir convenientemente con un medidor de pH. En concreto, se ha usado el de la casa comercial Crisol modelo GLP91. El equipo se tiene que calibrar diariamente de acuerdo con las instrucciones del fabricante usando soluciones tampón de pH 4.0 y 7.0. Para la medida del pH se introduce medidor en la muestra en agitación y se espera hasta que se estabilice la medida.

4.6. CONDUCTIVIDAD.

La conductividad es una expresión numérica de la capacidad de una solución para conducir la corriente eléctrica, la cual depende de la concentración total de iones y de la naturaleza de éstos, movilidad, valencia y concentraciones relativas, así como de la temperatura de medición. El método de medida se realiza mediante un proceso electromérico, en el cual se determina la resistencia mediante una célula.

Para su determinación se utilizó un conductivímetro de la casa comercial Crisol con compensador automático de temperatura incorporado cuya corrección arroja un valor de conductividad que tendría la disolución a una temperatura de 25°C. Se calibra diariamente el equipo de acuerdo con las instrucciones del fabricante y una vez calibrado se introduce la muestra y se anota el resultado cuando la lectura sea estable.

4.7. OXÍGENO DISUELTO.

El oxígeno disuelto existente en el reactor biológico se ha medido empleando un oxímetro de la casa comercial Crisol modelo OXI 320. Se tiene que calibrar previamente a cada determinación de la muestra según especificaciones del fabricante; una vez calibrado se sumerge el electrodo en el reactor biológico y se anota el valor cuando la lectura sea estable, obteniéndose el resultado automáticamente en mg O_2/l .

4.8. ANÁLISIS DE TAMAÑO Y DISTRIBUCIÓN DE PARTÍCULAS.

Las partículas suspendidas en las aguas constituyen un grave problema para la posible reutilización del agua, ya que los sólidos son los puntos de adherencia de sustancias tóxicas y escudo protector de microorganismos, e incluso pequeños parásitos enquistados; además son también causa de rechazo del producto por parte de los consumidores por su aspecto desagradable.

La eliminación de las partículas suspendidas en las aguas es por tanto uno de los objetivos necesarios para poder reutilizar el agua residual tratada.

La cantidad de partículas y el análisis de su distribución de tamaños ayudarán a determinar la calidad del agua de salida de los procesos de tecnología de membranas.

El análisis de la distribución y tamaño de las partículas que pasan a través de la membrana se ha realizado con un medidor LiQuilaz-E20 particle counter (Particle MeasuringSystems). El equipo consta de dos partes diferenciadas y unidas entre si; la primera parte es el dosificador que tiene una jeringa de 10 ml, con la cual podremos dosificar la cantidad de muestra deseada siempre que no sobrepase su volumen, y la segunda es el sensor, a través del cual pasará la muestra y quedarán las partículas de la misma contabilizadas y clasificadas por tamaños; el rango de aplicación del sensor es de 2 a 125 µm, con una resolución de 1µm.



El esquema del medidor se puede ver en la Figura 20.

Figura 20. Esquema de medidor de partículas

Método de medición

Se basa en un fenómeno óptico de extinción en el cual un rayo de luz láser se focaliza, usando unas lentes cilíndricas, en uno de los lados de la célula capilar, la partícula circula individualmente a velocidad conocida a través de la misma y al interponerse en el camino del rayo reduce momentáneamente la cantidad de luz que alcanza la célula fotovoltaica colocada al otro extremo (Figura 20).

El voltaje que proporciona el fotodiodo, al ser obturado el rayo láser por una partícula, es directamente proporcional al voltaje que genera en ausencia de partículas a la sección transversal de la partícula e inversamente proporcional a la sección transversal del sensor en la dirección del rayo incidente (Figura 21). La señal del fotodiodo se amplifica y convierte en una señal digital que a su vez se transforma en el tamaño de partícula mediante un microprocesador.



Figura 21. Gráfico de intensidad de luz frente al tiempo del método de extinción de análisis de partículas

Condiciones del experimento:

Las condiciones de la medición de las muestras con las que se realizaron los experimentos fueron las siguientes:

- \blacktriangleright Volumen de muestra = 5
- \blacktriangleright Volumen de flujo = 8
- \triangleright Series del experimento = 5
- > Descartar la primera serie del experimento
- \blacktriangleright Volumen de la jeringa = 10
- \succ Velocidad de llenado = 20
- \blacktriangleright Velocidad de vaciado = 50
- \blacktriangleright Volumen de tara = 2 ml
- > Volumen del contenedor = 100
- \blacktriangleright N° de contenedores = 1

4.9. TURBIDEZ.

Se define turbidez como la reducción de la transparencia de un líquido causada por la presencia de materia no disuelta.

La determinación de la turbidez se ha realizado mediante el procedimiento espectrofotométrico, usando como espectrofotómetro el He λ ios γ spectrophotometer (ThermoSpectronic). La determinación se realizó según la norma española UNE-EN ISO 7027:1999, midiendo la turbidez a una longitud de onda de 860 nm, para evitar la interferencia del color en el método analítico, usando como blanco agua destilada.

La recta patrón fue realizada con formacina ($C_2H_4N_2$), con una concentración de 4000 UNF. Para su preparación se disolvieron 5 g de hexametilentetramina ($C_6H_{12}N_4$) en 40 ml de agua destilada y 0,5 g de Sulfato de Hidracina ($N_6H_6SO_4$) en 40 ml, se mezclan las dos soluciones anteriores en un matraz de 100 ml y se enrasa con agua destilada, dejándose reposar el reactivo preparado durante 24 horas a 25°C ± 3°C.

Para la preparación de disolución final de formacina de 400 UNF se toman 10 ml de la disolución anterior y se enrasa en un matraz aforado de 100. Esta solución es estable durante cuatro semanas aproximadamente, si se conserva a una temperatura de $25^{\circ}C \pm 3^{\circ}C$ en oscuridad. A partir de esta disolución se prepararon distintas concentraciones conocidas de formacina para hacer la recta patrón del método (Tabla 8).

Matraz	0	Ι	II	III	IV	V	VI
Patrón 400 UNF	0	1	2	4	6	8	10
(ml)							
Agua destilada	100	99	98	96	94	92	90
(ml)							
Turbidez UNF	0	4	8	16	24	32	40

Tabla 8. Disoluciones patrón de formacina.

Una vez preparadas todas las disoluciones con distinta concentración de turbidez, se procede a la medición de cada una de las muestras en el espectrofotómetro a 860 nm, el espectrofotómetro utilizado fue el He λ ios γ spectrophotometer (ThermoSpectronic). Existe una relación lineal entre absorbancia y concentración de turbidez medida.

En el procedimiento experimental, en primer lugar, se calibra el espectrofotómetro con el blanco, poniendo a cero la absorbancia, después se mide la absorbancia de cada una de las muestras patrón de la Tabla 8 y se realiza finalmente una recta de calibrado
mediante regresión lineal de los puntos obtenidos; se obtiene así una ecuación de la siguiente forma:

$$Abs = a + b [turbidez]$$

La regresión lineal se tomará como buena siempre que se obtengo a $r^2 > 0.99$. Una vez obtenida la recta patrón, la medida de las muestras de las aguas residuales se realizaron primero introduciendo el blanco en el espectrofotómetro para poner en cero de absorbancia el equipo y posteriormente midiendo la absorbancia de las distintas muestras problema; por sustitución en la ecuación de calibrado obtenida anteriormente se obtuvo la turbidez de las distintas muestras.

4.10. COLOR

La determinación del análisis del color real mediante espectrofotometría se ha realizado siguiendo la norma española UNE-EN ISO 7887:1994, en la que se miden las muestras ya filtradas con un filtro de $0.45 \mu m$, a 3 longitudes de onda:

- > $\lambda(1) = 436 \text{ nm}$
- $\succ \lambda(2) = 525 \text{ nm}$
- $\succ \lambda(3) = 620 \text{ nm}$

Para la determinación se utilizó el espectrofotómetro He λ ios γ spectrophotometer (ThermoSpectronic), el medidor de pH Crisol y un sistema de filtrado similar al utilizado en la determinación de sólidos en suspensión con filtros de tamaño de poro de 0,45 µm.

En este método de medición de color interfieren considerablemente las partículas, por lo que antes del análisis de cada muestra, ésta es filtrada con el equipo de filtración comentado anteriormente.

Para la medida de absorbancia de la muestra a cada una de las longitudes de onda necesarias se puso el equipo en cero utilizando agua óptimamente pura. Posteriormente se introdujo la muestra y se procedió a la medida.

El cálculo del coeficiente de absorción espectral (absorción por paso de luz) $\alpha(\lambda)$ se expresa de la siguiente forma:

$$\alpha(\lambda) = \frac{A}{d} \cdot f$$

Donde:

• A Absorbancia de la muestra a la longitud de onda λ .

• d Paso de luz a través de la cubeta

• f Factor utilizado para obtener el coeficiente espectral, en metros recíprocos (f=1000).

4.11. NITRÓGENO TOTAL KJELDAHL.

El método kjeldahl determina el nitrógeno en estado trinegativo, es decir, el nitrógeno amoniacal y el de tipo orgánico, básicamente es una oxidación del nitrógeno orgánico hasta forma amoniacal con ácido sulfúrico a temperaturas próximas de 350 °C; de esta forma tanto el nitrógeno orgánico como el amoniacal se transforman en ((NH₄)₂SO₄); una vez hecha esta descomposición, el sulfato amónico se destila, empleando vapor y álcali, quedando este absorbido sobre ácido bórico. Posteriormente se hace una valoración titulométrica con sulfúrico e indicador adecuada para ver la cantidad de nitrógeno absorbido en la disolución de ácido bórico.

Preparación de los reactivos:

- Reactivo para destilación (NaOH (35%)). Sobre 800 ml de agua destilada, se añaden 350 g de hidróxido sódico (NaOH) y 25 g de tiosulfato sódico penta hidrato (Na₂S₂O₃) x 5H₂O). Se agita hasta dilución y se enrasa hasta un litro.
- Indicador para la titulometría (indicador mixto). Se prepara mezclando
 30 ml de solución 2 con 40 ml de solución 1. La solución 1 contiene rojo

de metilo en alcohol, al 0.1% y la solución 2 verde de bromocresol al 0.2% en mezcla 1:1 de alcohol y agua.

- Solución de tampón de borato para recogida del amonio. Se toman 35 ml del indicador mixto preparado y se disuelven en 150 ml de agua en la que previamente se habían disuelto 20 g de ácido bórico (H₃BO₃), completando hasta 2 litros con agua destilada.
- Indicador de fenolftaleína. Se añade 1 g de fenolftaleína en 100 ml de etanol.
- Solución valorante de ácido sulfúrico 0.005 N. Sobre 500 ml de agua destilada se añaden lentamente 1.3676 ml de ácido sulfúrico (98%) y se enrasa hasta 1000 ml con agua destilada. Esta solución debe contrastarse frente a una solución de carbonato sódico 0,005N. A continuación se neutralizará con el ácido hasta viraje del indicador de verde a morado. Se calcula el factor de acuerdo con la siguiente expresión:

$$f = \frac{ml_{teróricos}(37.7ml)}{ml_{exp \ erimentales}}$$

Por último, se calcula la normalidad real de la siguiente forma:

$$N_{real} = N_{teórica} x f$$

Procedimiento:

Proceso de digestión

Se añaden sobre los tubos de digestión limpios 25 ml para las muestras de entrada y 75 ml para las muestras de salida, junto con 10 ml de ácido sulfúrico y una pastilla de catalizador kjeldahl. A continuación se colocan los tubos en un bloque digestor a 350 °C y se dejaron durante 3 horas. El sistema de digestión cuenta con un sistema de recogida y neutralización de los gases ácidos generados mediante una bomba de vacío que extrae los gases y los lleva hasta un recipiente con sosa disuelta en agua. Una vez digeridas las muestras se dejan enfriar hasta temperatura ambiente y se procede a su destilación.

Proceso de destilación

Se añadió un pequeño volumen de agua destilada para diluir el concentrado tras la digestión, agitando para su mezcla y unas gotas de fenolftaleína y se colocó el tubo de digestión en el destilador kjeldahl. Se adiciona la sosa desde el tanque de álcali que contiene el reactivo para destilación preparada. En el punto de recogida del destilador se coloca un matraz con 20 ml de tampón de borato, quedando el tubo de salida por debajo de la lámina de solución captadora. Se recogen aproximadamente 150 ml de destilado.

Proceso de titulación

Se llena la bureta con solución valorante ($H_2SO_40.005$ N) perfectamente contrastada. Se asegura que destilado obtenido presente un color verdoso añadiendo algo más de indicador si es necesario. Se valora manteniendo en agitación continua mediante un imán y un agitador magnético. El viraje es de color verde a morado pálido, anotando el valor de solución valorante gastado.

Para el cálculo de los resultados se aplica la siguiente expresión:

$$mgNtkjeldahl / l = \frac{V_1 x N x 14 x 1000}{Vol}$$

Siendo:

- V₁= Volumen de ácido sulfúrico gastado en la valoración de la muestra.
- N = Normalidad del ácido sulfúrico gastado en la valoración (0.05 N)
- Vol = Volumen de muestra añadido (5 ml)

4.12. NITRÓGENO AMONIACAL

Para la determinación del nitrógeno amoniacal se empleó también el método de destilación y titulación. El proceso es idéntico al de la determinación del nitrógeno kjeldahl, con la única diferencia de que no hay un proceso de digestión previo. Se añaden a los tubos de destilación 25 ml de muestra para las muestras de entrada y 75 ml para las de salida, junto con unas gotas de indicador de fenolftaleína. Se colocó en el destilador y se siguió el mismo proceso de destilación, titulación y cálculo de resultados seguido para la determinación del nitrógeno total kjeldahl.

4.13. NITRATO

El método usado para la determinación del nitrato de las muestras se basa en la reacción que los iones nitrato sufren con ácido sulfúrico concentrado con un derivado del ácido benzoico, formando un nitrocompuesto de color rojizo, cuya concentración se determina fotométricamente.

Se determinó usando un test de nitratos MERCK[®] (Test de nitratos Spectroquant), que es indicado para aguas residuales. Con este método, en ácido sulfúrico concentrado con un derivado del ácido benzoico, los iones nitrato forman un nitrocompuesto rojo, cuya concentración se determina fotométricamente.

Procedimiento:

Se añade en un tubo de ensayo una micro cucharada azul rasa del reactivo NO_3^-1A , después 5 ml del reactivo NO_3^-2A y se agita durante 1 minuto hasta que el reactivo NO_3^-1A se disuelve completamente. Una vez disuelto, se añaden 1.5 ml de muestra y se vuelve a agitar. Se mantiene en reposo la solución de reacción durante 10 minutos (tiempo de reacción). Trascurrido este tiempo, se mide su absorbancia en el espectrofotómetro a 515 nm. Los valores de concentración de nitratos en mg/l se obtienen tras sustituir el valor de absorbancia en una recta de calibración realizada previamente. Esta recta de calibración se realiza con nitrato sódico en concentraciones entre 1 y 90 mg NO_3^-/l . Se desprecian aquellas curvas de regresión cuyo coeficiente de correlación lineal resulta ser inferior a $r^2 = 0.99$.

4.14. DETERMINACIÓN DE ANIONES Y CATIONES.

Los aniones y cationes se determinaron por cromatografía iónica, usando un medidor de conductividad (Methrom[®]).

El término cromatografía se utiliza generalmente para una amplia gama de separaciones físico-químicas, donde los componentes de una muestra son separados mediante una fase móvil que pasa a través de una columna de separación; para la separación de iones se utiliza una fase móvil líquida que arrastra la muestra a una columna de intercambio iónico compuesta por una resina, donde los distintos iones saldrán de la columna a distintos tiempos de retención debido a la interacción existente entre las cargas de la resina y los iones presentes en las muestras. A la salida de la columna es medida la conductividad en continuo saliendo cada ión que se quiere determinar a un tiempo de residencia característico; además, se cuantifica la cantidad de ese ión mediante el área de conductividad que existe a la salida con respecto al eluyente.

Para la separación de aniones se utilizó la Metrosep ASUPP5 con carbonato/bicarbonato como eluyente y ácido sulfúrico como regenerante para el supresor químico y para la separación de cationes se utilizó la columna Metrosep CO2150 con ácido tartárico/dipicolínico como eluyente. Las concentraciones de los dos eluyentes preparados se pueden ver en la Tabla 9.

Tabla 9.	Concentración	de reactivo	s necesarios en	cromatografía.
				<u> </u>

Cationes	mM	Aniones	mМ
Ac. Dipicolínico	4	Carbonato sódico	3,2
Ac. Tartárico 0,75		Bicarbinato sódico	1
		supresor químico(H2SO4)	50

Las muestras, previa entrada a las columnas de cromatografía, fueron filtradas mediante una membrana de diálisis modelo "*in line*".

El equipo se calibró para la medición de los siguientes aniones: fluoruros, cloruros, nitritos, bromuros, nitratos, fosfatos, sulfatos; y para la determinación de los siguientes cationes: amonio, sodio potasio, calcio, magnesio. Esta calibración se realiza introduciendo tres concentraciones conocidas de cada uno de los aniones y cationes; las concentraciones utilizadas son las que aparecen en la Tabla 10 y Tabla 11.

Tabla 10. Patrones de aniones utilizados.

Aniones	1, ppm	2, ppm	3, ppm
fluoruros	10	1	0,1
cloruros	100	10	1
nitritos	10	1	0,1
bromuros	10	1	0,1
nitratos	200	20	2
fosfatos	100	10	1
sulfatos	100	10	1

Tabla 11. Patrones de cationes utilizados.

cationes	1, ppm	2, ppm	3, ppm
amonio	100	20	2
sodio	50	10	1
potasio	50	10	1
calcio	50	10	1
magnesio	50	10	1

Una vez preparadas las distintas disoluciones de las anteriores tablas, se realizaba una recta de calibrado con cada uno de los iones; esta recta queda memorizada en el software del cromatógrafo, y se puede ya comenzar el proceso de medición de muestras de aguas.

Una vez realizado todo lo anterior, el equipo está listo para la medición de las muestras; pero siempre hay que tener en cuenta que si la concentración de la muestra que se pretende medir es superior a la del calibrado descrito anteriormente se tendrá que hacer una dilución para introducir la concentración en el rango de medida programado.

En la Figura 22 se ve una imagen del cromatógrafo utilizado.



(a) (b) Figura 22. Imagen de cromatografo iónico Methrom[®]. (a) módulos de análisis de cationes; (b)muestreador automático.

4.15. DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO TOTAL.

La determinación de nitrógeno total de las muestras se realizó oxidando el nitrógeno presente a nitrato, y posteriormente midiendo la concentración de nitrato por el método cromatográfico descrito anteriormente; este método de medición es una modificación del método de análisis de nitrógeno total por espectrofotometría (Gómez y Hontoria, 2003).

Para la oxidación de la muestra se preparó una disolución altamente oxidante, esta disolución estaba compuesta por:

- 14 g de hidróxido sódico (NaOH)
- ➢ 30 g de ácido bórico (H₃BO₃)
- ➢ 50 g de persulfato potásico (K₂S₂O₈)

Las anteriores cantidades se enrasan a 1 con un litro de agua destilada.

Para la puesta en marcha del método, se tuvieron en cuenta tres variables: cantidad de mezcla oxidante que añadir en la muestra, tiempo de oxidación a 1 atmósfera y dilución de la muestra para que la concentración de nitratos quedara en el rango de medida del cromatógrafo iónico.

Tras diversas pruebas experimentales, las condiciones óptimas de análisis para las muestras analizadas en el presente trabajo de investigación fueron.

- Dilución de 5/50 (5 ml de muestra enrasados a 50 ml con agua destilada).
- Volumen de mezcla oxidante de 7 ml en 50 ml de la dilución anterior.
- Tiempo de oxidación en el autoclave de 45 minutos a 1 atmósfera de presión.

Por lo tanto, la medición que dará el cromatógrafo iónico es la de una disolución diluida 5/57 (5 ml de muestra en 57 ml de disolución).

4.16. DETERMINACIÓN DE ESCHERICHIA COLI.

La detección y recuento de *Escherichia coli* se basa en que las bacterias coliformes son bacterias Gram negativas, no formadoras de esporas, oxidasa negativas y con forma de bastoncillo, que pueden crecer en medio aerobio y anaerobio facultativo en presencia de sales biliares. *Escherichia coli (E.coli)* es un microorganismo que pertenece al grupo de los coliformes fecales que se caracterizan por su capacidad de crecer a 44.5°C. Este microorganismo es exclusivo del intestino de los mamíferos, que por su fácil y barata determinación se ha convertido en el microorganismo indicador por excelencia, tanto en aguas residuales como para aguas limpias (Gómez y Hontoria, 2003).

El método de filtración por membrana se basa en la filtración de una determinada cantidad de agua a través de membranas de filtración con tamaño de poro de 0.45 μ m y posterior incubación de las mismas en placas con medios de cultivo selectivos diferenciales. Este análisis está determinado en la Norma Española UNE-EN ISO 9308-

1, elaborada por el comité técnico AEN/CTN 77 de medio ambiente cuya secretaría desempeña AENOR.

En cuanto a los medios de cultivo y los reactivos, se utilizaron constituyentes de calidad uniforme y productos químicos de calidad analítica reconocida. Como diluyente se utilizó una solución salina con una concentración de 0,9 % en cloruro sódico. Se esterilizó en un autoclave a 112°C, a media atmósfera de presión durante 30 minutos.

Se utilizó el método rápido contenido dentro de la norma, que utiliza como medio de cultivo TSA (Agar triptonato de soja) y TBA (Agar triptonato de sales biliares) que se combina en una misma placa. Los componentes del TSA son:

	Digestato tríptico de caseína,	15g
	Peptona de soja	5g
	Cloruro de sodio	5g
	Agar-agar (en polvo o en escamas)	15g a 25g
\triangleright	Agua destilada hasta	1000 ml

Se disolvieron los ingredientes en el agua por calentamiento. De ser necesario se ajusta el pH, de modo que tras la esterilización, tenga un valor de 7,2 \pm 0.1 a 25°C. Se reparte el medio en los matraces o los tubos, en volúmenes que no excedan los 250 ml, y se esteriliza en autoclave a (121 \pm 3)°C durante 15 minutos. Se deja enfriar el medio hasta (50 \pm 5)°C y se reparte en placas de doble capa, formando una capa de espesor no inferior a 5 mm.

En cuanto a la composición del TBA se tiene:

Tristona	20g
sales biliares	1,5g
Agar-agar	15g a 25g
 Agua destilada hasta 	1000ml

Se disuelven los ingredientes en el agua por calentamiento. De ser necesario se ajusta el pH, de modo que tras la esterilización, tenga un valor de 7,2 \pm 0.1 a 25°C. Se reparte el medio en los matraces o los tubos, en volúmenes que no excedan los 250 ml, y se esteriliza en autoclave a (121 \pm 3)°C durante 15 minutos. Se deja enfriar el medio hasta (50 \pm 5)°C y se reparte en placas de doble capa, formando una capa de espesor no inferior a 5 mm.

Se preparan placas petri con doble capa vertiendo TSA fundido a $50 \pm 5^{\circ}$ C sobre la placa de TBA templada hasta temperatura ambiente. Estas placas de doble capa deben prepararse inmediatamente antes de cada análisis.

El examen se inició inmediatamente después de la toma de las muestras. Se filtraron 100 ml (o volúmenes mas altos dependiendo de la pureza de las aguas) de la muestra utilizando un filtro de membrana. Después de la filtración, se colocó la membrana sobre una placa recientemente preparada con una doble capa de TSA y TBA e incubó a $(36 \pm 2)^{\circ}$ C durante un periodo de 4h a 5h y a continuación, se incubó a $(44 \pm 0.5)^{\circ}$ C durante un periodo de 19h a 20h.

Tras la incubación, se contaron las colonias formadas sobre la membrana y se obtuvo el resultado de Coliformes fecales. Luego se colocó la membrana en un disco de papel de filtro, saturado con reactivo de indol y se irradió con una lámpara ultravioleta, durante un tiempo de 10 min a 30 min, dependiendo del desarrollo del color. Se contaron todas la colonias de color rojo en la membrana y se consideraron como *E. coli*.

4.17. DETERMINACIÓN DE COLIFAGOS.

Los colifagos son un grupo heterogéneo de fagos, en cuanto a su morfología, que afectan a cepas del grupo de los coliformes; su hospedador tipo son cepas de *E. coli*. Para su detección y recuento se utilizó el método de la doble capa (Adams, 1959), empleando como cepa hospedadora *E. coli* ATCC 13706. El pequeño tamaño y la simplicidad estructural son características esenciales de los virus. Su tamaño oscila entre 25 nm y 300nm (Ingraham and Ingraham, 1998).

El procedimiento consistió en inocular E. *coli* (ATCC 13706) en TSB (caldo de tripticas roja), a partir de un cultivo de mantenimiento en TSA, y posteriormente se incubó a 30 °C durante las 24 horas previas a la realización del análisis. Las muestras se diluyeron cuando fue necesario hasta un volumen final de 10 ml, y se les añadieron 5 ml de cloroformo con el fin de eliminar las bacterias pero no los colifagos capaces de sobrevivir en presencia del cloroformo.

Posteriormente se dejó la muestra en reposo durante 20 minutos a temperatura ambiente, introduciéndose a continuación en un baño a 47 °C durante10 minutos. Paralelamente se fundieron tubos con medio TSA y se mantuvieron a sobrefusión a 47°C en un baño termostato.

A 19 ml de la muestra (fase acuosa tras el tratamiento con cloroformo) se le añadieron 2 ml del cultivo de *E. coli* en TSB y 10 ml del medio TSA fundido; se agitó para homogeneizar la suspensión y finalmente se vertió todo el volumen repartido en 3 placas Petri que contenían medio TSA sólido. Tras 3 minutos en reposo, las placas se incubaron a 37°C durante 24 horas. El recuento se expresó como unidades formadoras de calvas de lisis por ml de muestra (UFC/ml).

INVESTIGACIÓN DE CHOQUE

5. INVESTIGACIÓN DE CHOQUE.

Esta primera parte de la investigación se ha realizado en una pequeña estación depuradora que utiliza tecnología BRM.

Lo que se pretendió investigar fue el funcionamiento de la planta, principalmente su capacidad de eliminación de materia orgánica y la viabilidad técnica para el diseño del proceso para su posterior instalación en una planta piloto de BRM, para hacer una investigación más a fondo de cómo pueden influir distintas variables o parámetros del proceso de depuración de una planta con este sistema.

El seguimiento de esta depuradora se hizo durante 3 meses y dada su situación geográfica no hubo cambios térmicos relevantes.

5.1. SITUACIÓN DE LA ESTACIÓN DEPURADORA.

La planta de aguas residuales urbanas se encuentra situada en la localidad de Haría, Lanzarote, al norte de la ciudad, con una población de unos 7500 habitantes equivalentes y, como toda la isla, con escasez de agua que obliga a la regeneración de las residuales.

5.2. DESCRIPCIÓN Y FUNCIONAMIENTO DE LA PLANTA

En primer lugar hay que decir que este sistema se ha usado en la rehabilitación de la antigua depuradora, que mediante un proceso de oxidación prolongada depuraba las aguas residuales, pero el crecimiento demográfico la hizo insuficiente.

5.2.1. Pretratamiento

5.2.1.1. Desbaste

El primer elemento que se encuentra en la planta depuradora son unas rejas, el desbaste se realiza en el lugar de origen. Posteriormente, a la llegada de la instalación existe un canal de entrada (Figura 23) donde se realiza la extracción de sólidos, esta extracción se realiza mediante un tornillo sin fin que se activa automáticamente según la perdida de carga que haya en el canal de entrada.



Figura 23. Canal de entrada



Figura 24. (a) Canal de entrada. (b)Tornillo sin fin

Se aprecia en la Figura 23 y en la Figura 24 cómo hay una arqueta de reparto con unas compuertas con lo que se regula el agua que pasa a través del tornillo sin fin y el agua que pasa directamente a la instalación, así como el aliviadero de labio fijo.

5.2.1.2. Pozo de bombeo de agua bruta.

Una vez que el agua pasa por las rejas, ésta llega a un depósito de bombeo de agua bruta, que regula el caudal de entrada a planta. Este caudal viene determinado por la capacidad que tienen las membranas de filtrar el agua. La instalación esta diseñada de tal forma que para que empiece el filtrado con las membranas de ultrafiltración, se necesita un determinado nivel de altura del reactor biológico, por lo tanto se utiliza el pozo de bombeo para mantener constante la altura del reactor biológico.

5.2.1.3. Desarenado- Desengrasado

Una vez que el agua residual entra en la instalación, se le efectúa un desarenado y un desengrasado (Figura 25).

Primero se produce el desarenado (Figura 25a) y posteriormente el desengrasado (Figura 25b), recogiendo tanto las arenas, como las grasas en sus contenedores respectivos. Este proceso es muy importante en las plantas de biorreactores de membrana ya que las grasas, y especialmente las arenas, afectan de manera considerable a las membranas pudiendo dañarlas.



Figura 25. (a)Desengrasador.(b) Desarenador

5.2.2. Tratamiento biológico.

En esta planta, que era de oxidación prolongada normal, con reactor biológico y con decantación secundaria, se ha sustituido la decantación secundaria por membranas de ultrafiltración ZENON[®], utilizando como volumen del reactor biológico, solamente el volumen central de la antigua planta, tal y como se estaba haciendo, con un volumen de 200 m³, la corona exterior era la decantación secundaria.

En la Figura 26 se puede apreciar la distribución de cada uno de los elementos en el terreno. Las membranas en vez de estar sumergidas en el reactor biológico se encuentran en un contenedor externo, que se suma al volumen del reactor.

El contenedor donde se encuentran las membranas es alimentado mediante bombeo desde el reactor biológico, que a su vez mantiene su nivel constante; cuando éste baja, automáticamente se activan las bombas del pozo de bombeo y alimentan al reactor biológico.

En el bombeo del reactor a los módulos de membranas, hay un filtro en la tubería de entrada, para retener partículas de menor tamaño que no hayan quedado retenidas con anterioridad en el pretratamiento, este filtro necesita un mantenimiento diario para que no sufra atoramiento, por tanto, su colocación es primordial para evitar los posibles daños comentados.



Figura 26. Vista del reactor biológico y módulos de membranas

La recirculación desde el contenedor de membranas hasta el reactor biológico se hace por gravedad. Todo el rechazo de la filtración y el excedente que no es filtrado retorna continuamente al reactor biológico, manteniéndose así un ciclo continuo; esta recirculación junto con el caudal de entrada del pozo de bombeo, hace que se mantenga constante la altura del reactor biológico, como se comentó anteriormente. En el momento que el nivel bajará, se pararía el filtrado hasta que la altura recuperara su punto de consigna y empezara el filtrado nuevamente.

El contenedor de las membranas dispone de dos módulos de membranas diferenciados, por lo que el proceso es en continuo, ya que si uno de los módulos se encuentra en el ciclo de contralavado el otro se encuentra en modo de filtrado. Aunque podrían funcionar los dos en paralelo y se podría así tratar más caudal.

5.2.2.1. Funcionamiento del módulo de membranas.

El control del módulo de membranas se lleva a cabo mediante un SCADA independiente del sistema de control del resto de la instalación.

En la Figura 27 se observa el monitor con el registro de presión transmembrana que controlará los ciclos de limpieza de las membranas.



Figura 27. Software control RBM

La programación del Scada durante el periodo investigado fue la siguiente:

- \Rightarrow El caudal medio de entrada a planta de 150 m³/día.
- \Rightarrow El ciclo de filtrado de 360 segundos.
- \Rightarrow El ciclo de contralavado de 60 segundos.

En el ciclo de filtrado pasa un caudal medio de 10 m³/h para 150 m³/día de agua ultrafiltrada aunque, dependiendo de la programación en cada momento, se puede aumentar o disminuir el caudal filtrado en función del caudal de entrada a planta. Si el caudal de entrada a planta aumentara hasta 300 m³/día, está programado para que el caudal de filtrado sea de 15 m³/h, con un máximo de diseño de 400 m³/día, que no se

podrá superar debido a la superficie de membranas instaladas, pues la carga hidráulica máxima es de 25 l/m^2 h.

El ciclo de contralavado es de 60 segundos, normalmente con un caudal superior 1.5 veces al de filtrado; siempre que se realiza contralavado se adiciona hipoclorito de sodio para eliminar la biopelícula formada en las membranas, con una dosificación de 4 litros de hipoclorito al 15% en 135 m³ de agua ultrafiltrada.

Además de contralavados periódicos, existen dos soplantes que crean una corriente de aire tangencial a las membranas para evitar un rápido ensuciamiento de éstas. El aire suministrado por las soplantes, aunque es burbuja gruesa, sirve en parte para suministrar oxígeno al licor mezcla; pero como el oxígeno suministrado por estas soplantes es insuficiente para conseguir unas condiciones óxicas adecuadas en el interior del reactor biológico, existe una turbina de aireación que removerá el fango retenido en el reactor biológico hasta valores de 2 mg/l de oxígeno disuelto; la bomba se para cuando se llegue a estos valores controlado por un sistema con un oxímetro cómo indicador control, que se encuentra sumergido en el interior del reactor biológico; cuando dicho oxímetro marque valores inferiores a 1 mg/l de oxígeno disuelto, la turbina comenzará de nuevo a funcionar.

La concentración óptima de MLSS del reactor biológico, según indicaciones del fabricante se sitúa entre 9000 y 12000 mg/l; concentraciones mayores provocarían un rápido ensuciamiento de la superficie de las membranas. En la Figura 28 se observan los sólidos en suspensión que presenta el reactor biológico.



Figura 28. Vista del Reactor Biológico

Cuando se alcanzan concentraciones de sólidos en suspensión en el licor mezcla mayores de 12.000 mg/l se procede a una purga del reactor biológico, hasta disminuir la concentración a 8000 mg/l aproximadamente. Estas purgas se suelen hacer una o dos veces al mes, dependiendo del caudal tratado.

A pesar de los constantes contralavados y de la corriente de aire tangencial, las membranas irán sufriendo un progresivo ensuciamiento, por lo que trabajar a caudal constante hará que aumente la presión transmembrana; como la máxima presión que pueden soportar las membranas es de 50 kpa, cuando se está cerca de estos valores, se procede a una limpieza química de las mismas, para intentar recuperar las presiones iniciales de funcionamiento. Dependiendo del origen del ensuciamiento de las membranas se utilizarán unos reactivos u otros:

- ⇒ Si el ensuciamiento es por incrustaciones orgánicas se utiliza hipoclorito sódico, sumergiendo las membranas durante 5 horas en una concentración de 200 mg/l de hipoclorito.
- ⇒ Si el ensuciamiento es por incrustaciones inorgánicas se utiliza ácido cítrico en unas concentraciones de entre 2 y 4 g/l, llevándolo a un pH de 4 con HCl, dejando sumergidas las membranas durante 6 h.

5.2.3. Terciario y reciclaje del agua tratada.

Debido a la alta salinidad que existe en el agua residual de Haría, es necesario un sistema de ósmosis inversa para eliminar las sales disueltas en el agua ya que el tamaño de poro de las membranas de ultrafiltración no es suficiente; por lo tanto, una vez que el agua sale de ultrafiltración parte de ella va a un depósito que alimenta a un sistema de ósmosis inversa (Figura 29).



Figura 29. Vista de módulos de ósmosis inversa

Esta agua osmotizada, con una conductividad muy baja (150 μ S/cm), se une proporcionalmente al agua de salida de ultrafiltración con una conductividad de unos 2500 μ S/cm, para dar un agua de unos 1500 μ S/cm de conductividad, agua que entra en un depósito y es directamente reutilizable para regadío de diversos campos y palmeras.



Figura 30. Depósito agua de salida

5.3. PLAN DE TRABAJO.

El plan de trabajo que se siguió fue el siguiente:

1. Toma de muestras del agua bruta, del reactor biológico y del agua tratada tres veces a la semana, con dichas muestras se determinaron los siguientes parámetros:

- \Rightarrow DBO₅ del agua bruta.
- \Rightarrow DBO₅ del agua tratada.
- \Rightarrow DQO del agua bruta.
- \Rightarrow DQO del agua tratada.
- \Rightarrow MLSS.
- \Rightarrow Sólidos en suspensión del agua bruta.
- \Rightarrow Sólidos en suspensión del agua tratada.

2. Seguimiento diario del caudal que ha tratado la planta, los caudales medidos han sido los siguientes:

- \Rightarrow Caudal de entrada = Caudal Ultrafiltrado
- \Rightarrow Caudal de ósmosis

5.4. RESULTADOS DE LA INVESTIGACIÓN DE CHOQUE.

A continuación se verán los resultados de los parámetros analizados durante los 84 días de toma de muestras y análisis de las condiciones de la planta de tratamiento, el resto del tiempo de permanencia se dedicó al conocimiento de la instalación.

El caudal de agua tratada en la instalación en el periodo estudiado oscila entre 41 m³/día y 365 m³/día; el caudal medio fue de 164 m³/día. Todo el caudal de entrada es ultrafiltrado y sólo una parte es llevada a la membrana de ósmosis inversa, como se puede apreciar en la Figura 31.



Figura 31. Caudal diario tratado en la planta de BRM de Haría

Para disminuir la conductividad del agua para ser reutilizada se hace pasar parte del caudal por una membrana de ósmosis ya que el agua residual tiene una conductividad

muy alta, alrededor de 2500 μ S/cm y como la membrana de ultrafiltración no elimina sales debido a su tamaño de poro, sólo con una membrana de ósmosis se pueden eliminar estas sales (AWWARF, LE, WRCSA, 1998). Esta operación no se tendría que hacer para aguas residuales con menor conductividad que saldrían directamente reutilizables solamente con la ultrafiltración del tratamiento secundario (Yang et al., 2006).



Figura 32. MLSS y purgas del fango de reactor biológico realizadas en el periodo de investigación en planta BRM en Haría

* Pérdida de licor mezcla incontrolada por fallo en los indicadores de nivel

En el periodo investigado siempre se intentó mantener una concentración en sólidos en suspensión alrededor de 12.000 mg/l; se observa en la Figura 32 cómo se han hecho purgas periódicas para mantener esta concentración de MLSS. Se aprecia cómo en el día 24 hay una disminución brusca de la concentración, esto fue debido a que durante la noche hubo una gran pérdida del licor mezcla producida por unos problemas en los indicadores de nivel.

La máxima concentración alcanzada durante este periodo fue de 18000 mg/l, concentración que no es recomendable ya que produciría un rápido ensuciamiento de las membranas (Defrance et al., 2000), incrementando los ciclos de lavado químico y por lo tanto disminuyendo la vida útil de éstas. Los parámetros de salida de la ultrafiltración

son excelentes como se puede observar en la Figura 33 y más claramente en la Figura 34. Además, Ren et al. (2005) llegaron a la conclusión de que a partir de 6000 mg/l no se conseguían significativas mejoras en la eliminación de materia orgánica, por lo que no tendría mucho sentido trabajar con concentraciones muy altas de MLSS que lo único que harían es ensuciar más rápidamente las membranas y, por lo tanto, aumentar los costes de explotación por uso de reactivos químicos y de sustitución de las membranas, porque se produciría un aumento en la velocidad de degradación de éstas.

Como se ha visto en la Figura 32 existe una disminución brusca de MLSS en el día 24 de investigación, en que se obtienen valores de MLSS inferiores a 2000 mg/l, y no se aprecian cambios significativos en los valores de DQO y de DBO₅ a la salida de tratamiento (Figura 33); no queda clara la relación existente entre DQO, DBO y los MLSS. Anteriormente se ha comentado que Ren et al. (2005) sí que observan variaciones en la capacidad de eliminación de materia orgánica para valores de MLSS inferiores a 6000 mg/l, por lo tanto los resultados obtenidos en esta primera fase de la investigación se contradicen con investigaciones ya realizadas con respecto a la eliminación de materia orgánica.

Una explicación de que no se note la influencia de los MLSS en esta investigación puede ser que parte del agua es pasada a través de la membrana de ósmosis eliminando toda la materia orgánica; aunque en el día 24 sólo 19 m³ de 199 m³ fueron tratados con el sistema de ósmosis disminuyó progresivamente el resto de los días la cantidad de agua que se hacía pasar a través de la ósmosis, por lo que se tendría que apreciar un incremento en la materia orgánica a la salida de tratamiento. Otra explicación que se puede dar es que al estar la planta sobredimensionada, pués se utilizan tiempos de retención hidráulicos de 30 horas de media, que son relativamente altos, puede que no afecte significativamente las variaciones de los MLSS. Existen investigaciones que muestran que con tiempos de retención hidráulicos de 10 h se obtiene un agua tratada con similares características de reutilización a las obtenidas en el presente estudio (Hasar et al., 2001; Nangi et al., 2005).

Teniendo en cuenta todo lo anterior, no se puede llegar a una conclusión definitiva de la relación existente entre la capacidad de eliminación de materia orgánica y la concentración de MLSS en el reactor biológico.



Figura 33. Evolución DBO₅ y DQO planta BRM de Haría DBO5e.- DBO₅ entrada reactor Biológico. DBO5s.- DBO₅ salida reactor Biológico. DQOe.- DQO entrada reactor Biológico. DQOs.- DQO salida reactor Biológico

Resumiendo lo comentado anteriormente, lo único que se puede afirmar es que tanto los valores de DBO₅ como de DQO están muy por debajo de lo máximo permitido por legislación (Figura 34), de modo que sale de la instalación un agua tratada con calidad suficiente de reutilización. Se observa que a pesar de las grandes oscilaciones en la entrada tanto de DQO como de DBO₅, no les afectan las oscilaciones de MLSS sufridas durante el proceso y sale un agua tratada de excelente calidad; la gran capacidad de eliminación de materia orgánica y sólidos queda reflejada en investigaciones ya existentes (Tazi-pain et al., 2002), quedando un agua con características de reutilización con respecto a lo que concierne a la eliminación de DBO₅ y DQO.



Figura 34. Valores de DBO5 y DQO a la salida de tratamiento de la planta de Haría.



Figura 35. Evolución SSe y SSs planta de BRM de Haría SSe.- Sólidos en suspensión de entrada; SSs.- Sólidos en suspensión de salida

En cuanto a los rendimientos de eliminación de sólidos en suspensión se observa en la Figura 36 que son muy altos, pues se alcanzan valores medios de eliminación de sólidos del 99%, valor típico de eliminación de sólidos en suspensión de los RBM según Nanqi et al. (2005).

En la Figura 36 se ha representado la concentración de sólidos en suspensión a la salida del reactor biológico a una escala aumentada con respecto a la Figura 35, y se observa claramente la gran capacidad de eliminación de materia particulada que tienen los sistemas RBM.



Figura 36. Evolución de los sólidos en suspensión a la salida de la planta de BRM de Haría

Se observa en la Figura 37 cómo se está trabajando en condiciones de muy baja carga másica.

Los valores de carga másica calculados y expuestos en la Figura 37, responden todos ellos a un proceso de baja carga; esto, unido al alto tiempo de retención hidráulica comentado anteriormente, explica la gran capacidad de eliminación de materia orgánica. Además, la materia orgánica particulada siempre quedará retenida por el proceso de filtración de la membrana, por lo que solamente con el proceso físico de filtrado con membranas de ultrafiltración se elimina gran cantidad de la materia orgánica presente en el agua residual.



Figura 37. Carga Másica, MLSS, DBO5 salida de planta de BRM de Haría.

5.5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES PREVIAS.

- El sistema de biorreactor de membrana sumergido estudiado produce un efluente de gran calidad. Se ha observado desde el principio de esta parte de la investigación que se obtiene un agua tratada con unos niveles de DBO₅ y de DQO excelentes.
- Aunque se han obtenido datos de la excelencia del agua tratada con este sistema, se necesitaría un análisis más exhaustivo de los datos de entrada y salida para ver el rendimiento que se puede alcanzar con las plantas de biorreactores de membrana y la posible eliminación de microorganismos.
- 3. Por otra parte, y para optimizar el proceso, habría que hacer un análisis de la influencia de las concentraciones de los MLSS para observar cómo afectan a los rendimientos de eliminación de compuestos orgánicos y a los compuestos nitrogenados, ya que si se quisiera hacer una desnitrificación, se tendría que

analizar a qué concentración de MLSS es óptima, para introducir una zona anóxica en el reactor biológico.

- 4. Dada la conclusión anterior, en la continuación de la investigación se estudiarán los compuestos nitrogenados en sus distintas formas (NO3-, NH4+, Nt).
- 5. Por último, también se tendrían que modificar las condiciones de operación ya que en el intervalo estudiado se ha trabajado con unos tiempos de retención de 32 horas, que es similar al de una planta de oxidación prolongada normal; se tendrá que disminuir este tiempo de retención y ver si los parámetros de salida siguen siendo tan buenos como los obtenidos hasta el momento para ver si este tipo de sistema puede tratar mayores caudales que los sistemas de fangos activos convencionales y así poder disminuir el volumen de reacción con lo cual se podrían diseñar depuradoras con necesidades de espacio menor, o rehabilitar depuradoras ya existentes para que puedan tratar un mayor caudal con el mismo volumen de reactor biológico.
- 6. La planta estudiada, debido al volumen del reactor biológico y a la cantidad de membranas instaladas, está sobredimensionada para el caudal de agua residual existente durante el periodo de investigación.
- 7. Por lo tanto, se hace necesaria la construcción de una planta piloto similar a la estudiada en la cual se pueda hacer un análisis más detallado de todas las variables que afectan al sistema para poder llegar a unas conclusiones definitivas para el diseño, construcción y explotación óptimos de plantas de biorreactores de membrana.

INVESTIGACIÓN DE FONDO

6. INVESTIGACIÓN DE FONDO

A continuación se iniciará la investigación de fondo donde a partir de las conclusiones obtenidas en la investigación de choque y teniendo en cuenta las investigaciones existentes en biorreactores de membrana, expuestas en la introducción del presente documento, se definen los objetivos definitivos de la investigación.

6.1. MODIFICACIONES DE LAS CONDICIONES DE PARTIDA

Debido a que en la investigación de choque se orientó principalmente a determinar la calidad del efluente, centrándose en la eliminación de la materia orgánica y de los sólidos en suspensión, manteniendo prácticamente constantes los MLSS, la investigación de fondo va a continuar estudiando estas variables y parámetros además de otros que influyan decisivamente en el comportamiento y diseño de plantas de biorreactores de membrana.

6.1.1. Objetivos definitivos

Se define el objetivo principal de la investigación seguido los distintos objetivos secundarios

6.1.1.1. Objetivo principal

Optimización de la concentración de los MLSS, caudal y superficie de la membrana para el tratamiento de aguas residuales urbanas con Biorreactores de Membrana

6.1.1.2. Objetivo secundarios

Junto con este objetivo principal también se fijan los siguientes objetivos secundarios, que son fundamentales para alcanzar el principal:

- Influencia y optimización de la concentración de MLSS en la nitrificación del sistema de biorreactores de membrana aplicados al tratamiento de aguas residuales urbanas.
- Disminución del tiempo de residencia comprobando la aplicación de los biorreactores de membrana en ampliaciones de depuradoras sin modificar la obra civil o para el diseño de depuradoras con menor necesidad de superficie.
- Capacidad de digestión de los fangos en los biorreactores de membrana sumergida a distintas concentraciones de MLSS.
- Optimización de la superficie de membrana para evitar ensuciamientos rápidos.
- Análisis de la permeabilidad e integridad de un módulo membrana de fibra hueca utilizado en un biorreactor de membrana para observar la robustez del módulo y la capacidad de recuperación de la permeabilidad tras limpieza química.

6.2. VARIABLES DEFINITIVAS

Se entiende como variable aquella magnitud, por tanto cuantificable, de influencia directa en el proceso estudiado y cuya causa de variación cuantitativa es ajena al sistema y sólo depende de hechos externos y sin influirse por el propio encadenamiento del sistema físico posterior.
6.2.1. Tiempo de retención hidráulico.

El tiempo de retención hidráulico se define como el volumen del reactor dividido por el caudal de entrada, obteniendo una variable que nos da el tiempo medio que está el agua residual en el interior del reactor biológico. En la investigación se variará el caudal de entrada, para así determinar la respuesta del sistema.

6.2.2. Tiempo de retención Celular.

Se define como el tiempo medio que permanece el fango en el interior del reactor biológico pudiéndose calcular como volumen de reactor entre caudal de purga. Se cambió en la investigación para ver la influencia que tenía sobre la digestión del fango.

6.2.3. Superficie de filtración de la membrana

La superficie de filtración de la membrana es la superficie utilizada para filtrar el caudal de permeado de la instalación. Se varió a lo largo de la investigación para analizar qué superficie es la óptima para un menor ensuciamiento y así prolongar los ciclos de lavados químicos.

6.2.4. MLSS (Sólidos en Suspensión en el Licor Mezcla).

Los sólidos en suspensión en el licor mezcla del reactor biológico se incrementarán o se disminuirán dependiendo de la aceptación de la membrana a la carga contaminante y a la depuración que se quiera llevar a cabo.

Se procederá a ir elevando los MLSS y ver cómo se comporta la planta tanto técnica como biológicamente.

6.3. PARÁMETROS DEFINITIVOS

Se entiende como parámetro las magnitudes que expresan el resultado del tratamiento y que deben considerarse para un buen conocimiento del proceso.

6.3.1. DBO₅ (Demanda Biológica de Oxígeno).

Parámetro que permite ver de forma indirecta la cantidad de materia orgánica que hay presente en el agua. Este parámetro empírico se basa en la capacidad de los microorganismos presentes que en una muestra tienen que consumir los compuestos orgánicos en un ambiente aeróbico, por lo tanto nos informa de la biodegradabilidad de la muestra en estudio.

6.3.2. DQO (Demanda Química de Oxígeno).

Parámetro necesario para saber la cantidad de materia orgánica tanto biodegradable como no, que existen en el agua residual, por lo tanto la relación existente entre DQO y DBO₅, dará información sobre el carácter biodegradable del agua analizada.

6.3.3. Sólidos en suspensión

6.3.3.1. MLSS (Sólidos en Suspensión en el Licor Mezcla).

Este parámetro dará información de la cantidad de sólidos en suspensión que hay en el reactor biológico, que está íntimamente unido a la concentración de microorganismos que existe en el reactor biológico; además, puede ser un reflejo de la necesidad de aire y por tanto está íntimamente relacionado con el consumo energético.

6.3.3.2. Sólidos en suspensión a la entrada

Parámetro que se analizó para ver la cantidad de materia en suspensión que entraba al sistema de biorreactores de membrana.

6.3.3.3. Sólidos en suspensión a la salida.

Parámetro que se analizó para ver la capacidad de eliminación de la parte particulada que tienen los biorreactores de membrana.

6.3.3.4. MLSSV (Sólidos en Suspensión Volátiles en el Licor Mezcla).

Parámetro que nos indica la cantidad de compuesto orgánico existente en las aguas residuales, y son determinantes para conocer el funcionamiento del reactor como digestor aeróbico.

6.3.4. Análisis de tamaño y distribución de partículas

El análisis de tamaño y distribución de las partículas es un parámetro medido solamente en el efluente que indicará calidad del agua en cuanto a sólidos se refiere, la existencia de ensuciamiento en la membrana y la existencia de fugas o roturas en las fibras de la membrana.

6.3.5. Turbidez.

La turbidez es un parámetro que dará una idea de la calidad de las aguas analizadas, tanto a la entrada del sistema como a la salida.

6.3.6. Color

El color es un parámetro que dará una idea de la calidad de las aguas analizadas, tanto a la entrada del sistema como a la salida.

6.3.7. Nitratos (NO₃⁻).

Este parámetro permite ver qué concentración de nitrógeno se encuentra en este estado de oxidación.

6.3.8. Nitritos (NO₂⁻).

Este parámetro permite ver qué concentración de nitrógeno se encuentra en este estado de oxidación

6.3.9. Nitrógeno Amoniacal (NH4⁺)

Este parámetro permite ver qué concentración de nitrógeno se encuentra en este estado de reducción.

6.3.10. Nitrógeno Total

Este parámetro permite ver qué concentración de nitrógeno hay en el agua residual a la entrada del sistema y qué cantidad de nitrógeno existe en el efluente.

6.3.11. рН.

Parámetro que da información de la acidez o basicidad del medio; son necesarios unos niveles de pH adecuados (6-9) para que se pueda hacer una depuración biológica.

6.3.12. Oxígeno Disuelto en el Reactor Biológico.

Parámetro que indica el oxígeno disuelto necesario para crear las condiciones óxicas del proceso.

6.3.13. Conductividad

Parámetro que indica la cantidad de sales solubles que tiene esa agua residual.

6.3.14. Temperatura.

Parámetro analizado en el reactor biológico con el que se intentó observar su influencia en la capacidad de filtración y ensuciamiento de las membranas que se encontraban en el interior del reactor; también se quería observar la influencia de la temperatura en el proceso biológico.

6.3.15. Presión Transmembrana

Es un parámetro que se tendrá en cuenta a la hora de hacer las limpiezas de la membrana y así ver el comportamiento del sistema de membranas ante las variaciones de carga.

Además, este parámetro ira incrementándose con el tiempo debido al ensuciamiento de la membrana, y será indicativo de cuándo realizar la limpieza química de éstas.

6.3.16. Escherichia Coli.

Parámetro microbiológico que dio una idea de la calidad del agua de salida y de la capacidad de eliminación que tienen los biorreactores de membrana. Por tanto su comportamiento como desinfectante.

6.3.17. Colifagos

Parámetro microbiológico que dio una idea de la calidad del agua de salida y de la capacidad de eliminación que tienen los biorreactores de membrana; comprobación del comportamiento de la instalación similar al anterior

6.4. PLAN DE TRABAJO

Una vez conocidas las conclusiones de la investigación de choque, se observa la necesidad de la construcción de una planta piloto donde se puedan controlar todas las variables que pueden influir en el diseño y explotación de una planta de aguas residuales urbanas con el sistema de biorreactores de membrana.

Además de lo anteriormente expuesto, se necesita hacer un control más exhaustivo de los parámetros que analizar para poder llegar a unas conclusiones definitivas totalmente fiables, para lo cual la planta estará funcionando en continuo durante el período de investigación, se analizarán íntegramente los parámetros 6 días a la semana, y no se dejarán de analizar todos estos más de 1 día seguido durante los distintos periodos de investigación.

En la Tabla 12 se muestran las fechas y las fases en las que se dividió esta investigación de fondo; las tres primeras fases se realizaron con una planta piloto en la estación depuradora de Granada (Puente de los Vados) y la cuarta en la universidad de Cranfield (Inglaterra).

		Fec	Variables		
Fases de la				TRH,	S memb.,
investigación	Experimentos	Inicio	Fin	h	m2
Fase I	experimento 1	14/04/2004	28/07/2004	11.71	0.93
	experimento 2	01/09/2004	31/10/2004	11.71	0.93
Fase II	experimento 1	02/11/2004	22/12/2004	8.05	1.86*
	experimento 2	29/03/2005	13/05/2005	8.05	1.86
	experimento 3	03/11/2005	21/12/2005	8.05	1.86
Fase III	experimento 1	13/06/2005	27/07/2005	15.27	1.86
	experimento 2	20/09/2005	24/10/2005	15.27	1.86
Face IV	Estancia Inglaterra: ensayos de				
rase i v	permeabilidad, Integridad y SEM/EDX	03/04/2006	31/08/2006	-	-

Tabla 12. Fechas y variables de las fases de la investigación.

* se operó con 0.93 m² de superfície de membrana hasta el día 17 de operación en que se introdujo un nuevo módulo de membrana siendo la superfície total de 1.86 m^2

La investigación fue iniciada a principios de 2003; antes del inicio de la primera fase se realizó el estudio, diseño y construcción de la planta piloto en la estación depuradora.

La primera fase consta de dos experimentos llevados a cabo en la planta piloto de biorreactor de membrana con un tiempo de residencia hidráulico de 11.71 h, trabajando con un módulo de membrana de 0.93 m² de superficie de filtración. En el primer experimento de esta fase se operó a distintas concentraciones de MLSS observando cómo se comportaba el sistema, tanto en calidad del efluente obtenido como en el ensuciamiento de las membranas. En la segundo experimento se estabilizó el BRM (biorreactor de membrana), en las condiciones óptimas que se consideraron en el primer experimento, analizando más profundamente los parámetros de calidad considerados. Esto, unido al especial carácter del clima de Granada, donde la temperatura ambiental es muy distinta entre invierno y verano, hace que las condiciones de operación a lo largo de los experimentos sean distintas.

La segunda fase consta de tres experimentos llevados a cabo en la planta piloto de biorreactores de membrana con un tiempo de residencia hidráulico de 8.05 h, trabajando prácticamente a lo largo de toda la fase con dos módulos de membrana de 0.93 m² cada uno, por lo tanto con una superficie total de filtración de 1.86 m². En las tres fases se trabajó con distintas concentraciones de MLSS distintas; además, debido a las distintas condiciones ambientales, se trabajó en condiciones de temperatura muy diferentes. En esta fase, además de las fechas indicadas en la Tabla 12, en el experimento I se estuvo trabajando a finales de diciembre del 2004 y a principios de enero del 2005 pero debido a las bajas temperaturas, (se alcanzaron temperaturas ambientales de -15°C) se produjo una rotura de numerosas conducciones de la planta piloto, así como del medidor de presión transmembrana, teniendo que interumpirse la experimentación y realizarse las operaciones de mantenimiento que fueron necesarias para arreglar todos los desperfectos. Como se aprecia en la Tabla 12, hasta marzo del 2005 no se pudo continuar con la experimentación debido a las continuadas bajas temperaturas existentes en Granada en ese invierno.

La tercera fase de la investigación de fondo consta de dos experimentos realizados en el BRM con un tiempo de residencia hidráulico de 15.27 h, trabajando con los dos módulos de membrana con una superficie total de filtración de 1.86 m^2 . En esta fase se disminuyó el caudal que filtrar y se trabajó con tiempos de residencia mayores para

observar cómo afectaba al ensuciamiento de la membrana, y para ver la digestión de los fangos con respecto a las fases anteriores. Al igual que anteriormente, se trabajó con distintas concentraciones de MLSS, en distintas condiciones ambientales. Al final de esta fase se decidió cambiar el tiempo de residencia hidráulico a 8.05 horas nuevamente, iniciándose así el experimento III, de la segunda fase, que como se aprecia en la Tabla 12 no fue continuación del experimento II de esta fase ya que se rompió la bomba de alimentación de la planta piloto y hubo que sustituirla.

La cuarta fase de la investigación de fondo, una vez visto el comportamiento biológico del sistema, se centró en investigar cómo se comportan las membranas ante las limpiezas químicas, y especialmente el grado de ensuciamiento que hayan sufrido. Además, se estudia profundamente la robustez de las membranas en condiciones de operación reales y cómo afectan a la recuperación de la permeabilidad la limpieza química. Esta fase fue realizada en la Universidad de Cranfield Inglaterra, en la Escuela del agua dirigida por el catedrático Simon Judd.

6.5. SITUACIÓN, DISEÑO Y FUNCIONAMIENTO DE LA PLANTA EXPERIMENTAL DE BIORREACTORES DE MEMBRANA A ESCALA PILOTO.

Visto el funcionamiento de las membranas de Haría descrito en la investigación de choque, se procedió a la adquisición de un módulo de membranas de fibra hueca de Zenon[®] semejante al que hay en la planta de aguas residuales de Haría y a su posterior instalación en una estación depuradora de aguas residuales urbanas.

6.5.1. Situación y elementos de la planta piloto de biorreactores de membrana.

La planta piloto se instaló en la estación depuradora Oeste de Granada (Puente de los Vados); esta depuradora se diseñó para una población de 85.000 h-eq, para tratar un caudal diario de aproximadamente unos 22.400 m³/d, y con un sistema de fangos activos de media carga. En la Figura 38 se aprecia una vista aérea de la EDAR; se trata



de una planta tradicional de fangos activos de media carga. En la Tabla 13 aparecen los distintos elementos y las características de la estación depuradora de aguas residuales.

Figura 38. Vista aérea de la estación depuradora Oeste de Granada

	DIMENSIONES							
Elemento	Nº Unidades	Anchura, m	Longitud, m	Profundidad, m	Diámetro, m	Sección m	Superficie m ²	Volumen m ³
Pozo Gruesos	1	3.1	5.5		-			
Desarenado/Desengrasado	2	4	20.5	1.55	-	6.2	164.0	254
Decantación Primaria	2	-	-	2.55	22		760.3	1,939
Reactor Biológico	2	12	34	4.8	-			3,917
Decantación Secundaria	3	-	-	3	28		1,847.3	5,542
Laberinto de Cloración	1	10	13,5		-			
Espesador Gravedad	1	-	-	3	12		113.1	
Espesador Flotación	1	-	-		7		38.5	
Cámara de Mezclas	0	4,55	4,55		-			
Digestión Primaria	2	-	-	15.7	14		307.9	4,834
Digestor Secundario	1	-	-					
Gasómetro	1	-	-	4.82	11.5		103.9	501

Tabla 13	. Elementos y	dimensiones	que com	ponen la est	tación de	puradora	Oeste de	Granada.
			1	L				

Para la alimentación de la planta piloto, que se describe seguidamente, se utilizó agua procedente del decantador primario de la estación depuradora (Figura 39); esta

alimentación de la instalación piloto se realiza mediante una bomba de impulso por membrana, colocada en su salida (Figura 41). Esta bomba de alimentación de la planta piloto es controlada mediante un sistema de boyas (Figura 42), las cuales darán indicación del nivel para que las membranas estén siempre cubiertas de agua, evitando que puedan secarse y producirse una rotura de sus fibras.



Figura 39. Esquema de la planta de tratamientos de aguas residuales donde se aprecia la conexión de la planta piloto de biorreactores de membrana a decantador primario.

En la Figura 40 se aprecian los distintos elementos de entrada de la instalación como son el tornillo de Arquímedes (Figura 40(a)) que eleva el agua a la cota de la depuradora para iniciar el proceso de depuración, posteriormente existen dos canales de 800mm de ancho con sendos tamices en escalera, modelo step-screen de la casa ABS, con luz de paso de 3mm y autolimpiables (Figura 40(b)).

El desarenador-desengrasador se muestra en la Figura 40(c), el sistema está compuesto por dos tanques con dimensiones tal y como se reflejan en la Tabla 13, y con una longitud del vertedero de 2,40m. El volumen de aire insuflado es de $2m^3N/(m^3 de volumen de agua)$, dispone de 20 difusores y el caudal de aire por difusor es de 0,42 (Nm3/min).

La decantación primaria está compuesta por unidades de 22 metros de diámetro circulares, de 950 m³ de capacidad unitaria y puente de velocidad periférica de 2 metros por minuto.



Figura 40. Elementos del Pretratamiento. (a) Elevación del agua bruta mediante tornillos de Arquímedes, (b) tamices en escalera, (c) desarenado-desengrasado.

Para la conexión entre la planta piloto y el decantador primario de la EDAR se necesitó la apertura de una zanja en la depuradora desde el decantador primario hasta donde se sitúa la planta piloto; en dicha zanja se metieron las conducciones de agua residual y las eléctricas, tanto la de alimentación de la planta bomba como la de control. El motivo de no colocarla cerca de la decantación fue por protección y por adecuación estética relacionada con otras plantas piloto que el grupo de investigación tiene en el mismo lugar.

Para el control del proceso, se instaló un controlador de nivel para que las membranas estuvieran siempre cubiertas, es decir, para que cuando el nivel del tanque biológico disminuyera, se activara la bomba y lo llenara, además se ha colocado otro controlador de nivel por si la bomba se rompiera y evitar así que las membranas se queden sin agua y por lo tanto puedan secarse y producirse una rotura de las fibras de éstas.



Figura 41. Bomba de alimentación planta piloto

El módulo de ultrafiltración adquirido es el ZW-10 que trabaja de forma similar que el de escala real ZeeWeed-500 (módulo de membranas utilizado en Haría), en el que la alimentación de agua (agua residual) entra al tanque del proceso que contiene las membranas ZeeWeed; éstas se encuentran sumergidas en el interior del reactor biológico (Figura 42). La configuración de la membrana utilizada es de fibra hueca de afuera hacia adentro, de forma que el filtrado pasa al interior de la fibra y el retenido queda en el exterior; de esta forma se puede tratar efluente con mayor concentración en sólidos en suspensión. Es polimérica de polifluoruro de vinilideno (PVDF), no iónica e hidrofilica, con diámetro de poro nominal de 0,04 μ m. Para evitar un ensuciamiento rápido de la membrana son precisos contralavados periódicos.



Figura 42.Vista de membranas Fibra hueca

La planta piloto instalada está provista de un cuadro de acero inoxidable en el que se apoyan los distintos elementos de la planta. La unidad requiere un espacio de aproximadamente 1m x 0.9m x 1.8 m. Los principales elementos del sistema (Figura 43) son el tanque del proceso de 224 litros de capacidad efectiva, depósito de contralavado de 25 litros de capacidad, soplante para originar una corriente de aire tangencial a las membranas y una bomba peristáltica para realizar recirculaciones, la cual por el modo de operar no fue utilizada durante la investigación.



Figura 43. Planta Piloto Biorreactores de membrana

La planta piloto dispone de un panel de control (Figura 44) con el cual se podían programar y controlar todos los elementos de la instalación. El panel de control se compone de un interruptor de encendido del panel, un indicador de tiempo de operación, un controlador de tiempo, un interruptor de la bomba de presión, un controlador de la bomba de presión transmembrana, un interruptor de encendido de la soplante que origina la corriente de aire tangencial a las membranas y de dos potenciómetros, uno para fijar el caudal de la bomba de presión en el filtrado y otro para fijar el caudal de la bomba de presión en el contralavado.



Figura 44. Panel de Control Planta piloto

En la parte inferior del panel de control se sitúa la bomba de presión (Figura 44) que origina la presión necesaria tanto para realizar el filtrado mediante succión como para realizar el contralavado invirtiendo el giro de la bomba y haciéndolo por presión.

Otros elementos de medida instalados en la planta piloto fueron:

- Un manómetro (Figura 45 (a)) que indica las presiones de operación, tanto en filtración como en contralavado, y permite conocer la presión transmembrana, es decir la diferencia de presión entre el inicio y el final de cada ciclo. Dispone de dos sensores de alarma que indican si se han sobrepasado las presiones límite de operación de las membranas (50 KPa); un sensor es para modo de filtrado y otro para modo de contralavado.
- Un rotámetro (Figura 45 (b)) mide el caudal de aire que fluye a través de la membrana, que tiene que ser de 2 ft³/min (56.63 l/min) por módulo de membrana de 0,93 m² de superficie; este caudal es el óptimo que tiene que circular tangencialmente al módulo para evitar un ensuciamiento rápido de los poros de ésta.
- Un termómetro (Figura 45 (c)) mide la temperatura en el interior del reactor biológico.



Además se ha instalado un compresor (Figura 46) para mantener las condiciones óxicas adecuadas del proceso, y para cuando el aire suministrado por la soplante para crear una corriente de aire tangencial a las membranas de la planta piloto no fuera suficiente al ir aumentando la carga orgánica del reactor biológico. El difusor de aire colocado en la instalación y conectado al compresor fue de burbuja fina para tener un mayor rendimiento de difusión; el control de oxígeno disuelto en la instalación se fue realizando con un electrodo de oxígeno (Crisol OXI 320).



Figura 46. Compresor de aire.

6.5.2. Modo de operación de planta piloto de biorreactores de membrana.

El agua residual procedente del decantador primario e impulsada por la bomba de alimentación entra en el reactor biológico donde se encuentran las membranas, esta entrada del agua es controlada mediante unas boyas de nivel, que se activan por conductividad cuando están en contacto 2 de ellas.

Las boyas de nivel son tres, la de referencia que siempre estará sumergida, la de máximo, que indica que el depósito está lleno y le da la orden de control a la bomba de alimentación para que deje de bombear a la planta, y la varilla de mínimo que indica que el nivel del depósito ha bajado y por lo tanto, dará la orden para que la bomba de alimentación se accione. Los niveles están puestos de forma que las membranas estén siempre sumergidas.

Existen otras boyas, de seguridad, que actuarán parando la bomba de presión en el caso de que la bomba de alimentación se rompiera, única circunstancia en que las membranas podrían quedar al descubierto y sufrir una rotura.

Por lo tanto, una vez que las membranas se encuentran sumergidas comenzará la filtración a través de ellas, mediante la aspiración del agua por la bomba de presión.

Las membranas están continuamente aireadas por una corriente de aire tangencial para evitar que se depositen en el exterior de la fibra sólidos tanto de naturaleza orgánica como inorgánica. Este aire suministrado por la soplante a su vez servirá para suministrar el oxígeno necesario para las condiciones óxicas del proceso biológico; en el momento en que este aire no sea suficiente se suministró el necesario mediante el compresor externo, manteniéndose siempre el oxígeno disuelto (OD) entre 1-2 mg/l.

Regularmente la bomba de presión invertirá el flujo enviando el agua tratada que se ha almacenado en el tanque de contralavado hacia las membranas de fibra hueca removiendo los flóculos y las partículas que hayan podido quedar incrustadas. Un esquema de la configuración de la instalación se pude observar en la Figura 47, donde se aprecia que la instalación estaba conectada a decantación primaria, existiendo un lazo de control de nivel a la bomba de alimentación colocada en decantación para mantener el nivel del depósito; las membranas se encuentran en el interior del reactor biológico, de donde se realiza la filtración, pasando el permeado al depósito de contralavado y de ahí, por rebose, el agua tratada.



Figura 47. Diagrama de flujo de la planta piloto.

El sistema trabaja con contralavados como se ha comentado anteriormente, estos contralavados se realizan en ciclos periódicos; los ciclos de filtrado y de contralavado los siguientes:

Ciclo de filtrado es de 9minutos y 45 segundos Ciclo de contralavado es de 15 segundos

Cada 9 minutos y 45 minutos de operación se produce un contralavado de la membrana para evitar su ensuciamiento rápido. Estas especificaciones están suministradas por el fabricante. El caudal que puede tratar la planta depende de la superficie de las membranas; en modo de filtración, con un sólo módulo (superficie $0,93 \text{ m}^2$) y "dependiendo siempre de la calidad de agua de entrada", puede variar entre 0,20 l/min (aprox. 13 l/(m²h)) y 0,5 l/min (aprox. 32.2 l/(m² h)). Hay que trabajar siempre por debajo de la carga hidráulica crítica para evitar un rápido ensuciamiento de la membrana y por lo tanto un aumento de la posibilidad de una rotura o de ensuciamiento irrecuperable de la misma. Uno de los objetivos de la presente investigación es ver cúal es la carga hidráulica conveniente para trabajar con el sistema de membranas estudiado.

En modo de contralavado, y considerando siempre un factor de flujo aproximado para el contralavado es de 1 a 2 veces el caudal de permeado.

Cuando la presión transmembrana, que es la diferencia de presión que hay entre ambas caras de la membrana, se incrementa debido a las incrustaciones y ensuciamiento que van sufriendo los poros de la membrana con el tiempo y se acerca a los límites de operación que es de 50 kpa, se tiene que proceder a una limpieza química para recuperar las membranas, eliminando estas incrustaciones que pueden ser tanto de naturaleza orgánica como de naturaleza inorgánica; estas limpiezas se pueden hacer de diversas formas:

Se podrá utilizar hipoclorito sódico (para suciedades de tipo orgánico - de 200 a 1000 mg/l) y ácido cítrico (para suciedades de tipo inorgánico de 2 a 4 g/l).

Se puede realizar el proceso de limpieza de dos formas diferentes:

Contralavado desde el depósito de contralavado (con Hipoclorito):

Preparar en el tanque de contralavado una disolución de 200 a 500 mg/l de Hipoclorito, hacerla pasar en contra corriente desde este depósito al tanque de membranas. Añadir posteriormente agua hasta tener sumergido el módulo y dejar actuar de 4 a 6 horas. Inmersión del módulo en tanque de membranas (sin contralavado con Hipoclorito y/o Ácido cítrico):

Hipoclorito sódico:

Se llena el tanque de proceso con agua hasta cubrir el módulo. Se añade hipoclorito para alcanzar una concentración de 200 a 1000 mg/l (según calidad del agua y ensuciamiento). Dejar actuar 4 - 6 horas.

Este tipo de limpieza se realiza para eliminar incrustaciones de naturaleza orgánica.

Ácido Cítrico y/o HCl:

Esta limpieza sólo se hará en caso de ser necesaria (incrustaciones inorgánicas) y siempre después de haber realizado la limpieza con hipoclorito; si no se recupera la presión transmembrana a valores parecidos al inicio del proceso se llevará a cabo esta limpieza.

Se lleva a cabo de la siguiente forma, se drena la disolución de hipoclorito. Para enjuagar el hipoclorito se llena 2 veces el tanque del proceso con agua limpia y se vuelve a drenar, una vez hecho esto se llena el tanque de proceso con agua y se le añade ácido cítrico (concentración 2 - 4 g/L), adicionándole HCl hasta pH = 2, y se mantienen de 4– 6 horas. Esta limpieza ácida puede realizarse también sólo con HCl a pH=2.

Después drenar, enjuagar, volver a llenar el tanque con agua de proceso y reiniciar la filtración. Se obsevarán los valores de la presión durante la filtración antes y después del lavado químico, para ver si este ha sido, o no, efectivo. En el caso de que estas limpiezas químicas se realicen en un depósito distinto del depósito del proceso se volverán a colocar las membranas en el tanque del proceso y se seguirá con la operación de filtrado.

6.6. PRESENTACIÓN DE RESULTADOS

Los resultados obtenidos durante la investigación de fondo se muestran en cuatro fases como se expuso en el plan de trabajo.

6.6.1. Fase 1^a de la investigación con superficie de la membrana 0.93 m² y tiempo de retención de 11.71 h.

En esta primera fase de la investigación de fondo se trabajó con un solo módulo de membranas de 0.93 m² (Figura 42) y con un caudal de filtrado de 20,59 l/h, por lo tanto se trabajó con una carga hidráulica de 22,14 l/(m²h). El caudal de contralavado fue 1.8 veces superior, esto es, de 37.51 l/h; por lo tanto la carga hidráulica de contralavado fue de 40.33 l/(m²h).

El caudal de aire que es necesario aportar a la membrana con una superficie de 0.93 m^2 es de $3.4 \text{ m}^3/\text{h}$; este aire tiene la misión de evitar un rápido ensuciamiento de la membrana al circular tangencial a la misma y la de proporcionar oxígeno al proceso biológico; además, el aire del proceso biológico será suplementado con un difusor aparte para mantener las condiciones de oxígeno disuelto en el reactor biológico siempre por encima de 1 mg/l.

Los ciclos de filtrado y de contralavado son de 10 minutos, de los que 9 minutos 45 segundos son de filtrado y 15 segundos de contralavado con agua ya ultrafiltrada.

Como se describe en la introducción del presente documento se puede calcular la carga hidráulica neta de la siguiente manera:

$$Jnet = \frac{J \cdot tp - Jb \cdot \tau p}{tp + \tau p},$$

Siendo la carga hidráulica neta aplicada en esta fase de operación de 20.57 l/(m²h).

Por lo tanto, el caudal neto considerando los ciclos de filtrado y de contralavado es de 19.13 l/h; teniendo en cuenta que el volumen de reactor biológico es de 224 l, nos queda un tiempo de residencia hidráulico de 11.71 h.

6.6.1.1. Calibrado de caudales de las membranas.

El control de la bomba de presión de filtrado y de contralavado se realizó con unos potenciómetros que se encuentran en el panel de control. El valor que se les da a éstos es directamente proporcional al caudal, por lo que el primer paso es calibrar los potenciómetros para ver qué caudal corresponde a cada valor de potencia expresado en tanto por cien en el potenciómetro.

Como se comentó anteriormente, los caudales que puede tratar la planta dependen de la superficie de las membranas, en modo de filtración y con un sólo módulo (superficie $0,93 \text{ m}^2$) y "dependiendo siempre de la calidad de agua de entrada"; los valores típicos para la ZW-10 deben variar entre 0,20 l/min (aprox. 13 l/(m²h)) y 0,5 l/min (aprox. 32.2 l/(m² h)) para evitar trabajar en carga hidráulica crítica donde las membranas sufrirían un ensuciamiento mucho más rápido, llegando incluso a ser irreversible o hasta a una rotura de las fibras de las membranas.

En modo de contralavado y considerando siempre un factor de flujo aproximado para éste de 1 a 2 veces el caudal de permeado ya que éste se realiza con agua ya ultrafiltrada, se pueden utilizar caudales mayores para remover partículas que estén en la superficie de la membrana.

La calibración de los caudales en función de la potencia de los potenciómetros se realizó con agua potable, midiendo el volumen de filtrado por unidad de tiempo y la presión transmembrana; se obtuvieron los resultados que muestra la Tabla 14.

pot,%	Q,l/min	P,Kpa	J, l/(m2 h)	K, l/(m2 h kpa)	K, l/(m2 h Bar)
10	0,16	-4	10,01	-2,50	-250,28
20	0,53	-12,5	34,49	-2,76	-275,92
30	0,91	-22,5	58,70	-2,61	-260,89
40	1,28	-32,5	82,36	-2,53	-253,42
45	1,47	-42,5	94,77	-2,23	-222,98
50	1,67	-47,5	107,74	-2,27	-226,83

Tabla 14. Resultados del caudal frente a valores del potenciómetro en planta piloto de biorreactores de membrana con 1 módulo de superficie total de filtración de 0.93 m².

Se observa que la relación existente entre potencia y caudal es lineal, cuya ecuación es Y=0,0377x-0,2212 como demuestra la gráfica de la Figura 48.



Figura 48. Caudal en l/min frente al valor Potenciómetro en % en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulo de $0.93~{\rm m}^2$

En la Figura 49 se aprecia la evolución de la presión transmembrana medida en función de la potencia marcada en la bomba y se puede observar cómo a mayor potencia existe una mayor presión transmembrana. En la Figura 50, se observa también cómo aumenta la presión transmembrana al incrementarse el caudal, por lo tanto existe una relación entre potencia, caudal y presión transmembrana; al aumentar la potencia de la bomba se incrementa el caudal que tratar de forma lineal y a su vez la presión transmembrana.



Figura 49. Presión transmembrana frente a variaciones de Potencia en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulo de $0.93 m^2$.



Figura 50. Presión transmembrana frente al caudal en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulo de $0.93 m^2$.

Siempre hay que trabajar a caudales por debajo de presión transmembrana crítica, que en el caso de las membranas utilizadas es de -50 Kpa, según marca el fabricante. Además, teniendo en cuenta que este ensayo se realizó con agua potable y con las membranas nuevas, estas condiciones son las más favorables, por lo que se tiene que trabajar con valores de potencia mucho menores para evitar un rápido ensuciamiento de la membrana o una rotura de la misma.

El caudal de filtrado marcado en esta fase de la investigación es de 20.59 l/h (0.34 l/min), por lo tanto la potencia que se le debe de aplicar a la bomba de filtrado es del 15

%, fijándose una potencia de 1.5 veces superior para el contralavado, ésta queda en el 22.5 %.

6.6.1.2. Evolución MLSS y MLSSV en el reactor biológico fase 1ª.

En esta primera fase se pretendía ver con un tiempo de retención menor al utilizado en la investigación de choque, cómo se comportaba el biorreactor de membrana a distintas concentraciones de MLSS.

En la Figura 51 se aprecia la evolución de los sólidos en suspensión en el licor mezcla y los sólidos en suspensión volátiles del biorreactor en el primer experimento realizado. Se trabajó con acumulación de sólidos en suspensión y se realizaron purgas para conseguir estabilizar la planta en distintas concentraciones de MLSS y así analizar los distintos parámetros investigados.



Figura 51. Evolución MLSS y MLSSV experimento 1 de la fase 1ª en el BRM.

Como muestra la Figura 51 empieza un incremento de los MLSS del sistema, existe una pérdida de licor mezcla el día 6 de funcionamiento, y empiezan a incrementarse de nuevo los MLSS hasta concentraciones deseadas, entonces se empiezan a realizar purgas a partir del día 20, para mantener una concentración de MLSS aproximada de

3000 mg/l hasta el día 43, en que se deja que aumenten los MLSS hasta valores aproximadamente a 4000 mg/l, se mantiene la planta en estos niveles de concentración realizando las purgas necesarias hasta el día 80, en que se incrementa la concentración de MLSS hasta valores cercanos a 7000 mg/l para ver cómo se comporta el sistema en estas concentraciones; no se pueden mantener estas concentraciones demasiado tiempo debido a la aparición de espumas superficiales que fue necesario retirar, con la consiguiente disminución de licor mezcla.

Con respecto a los MLSSV, en este primer experimento, al principio son aproximadamente de el 90 % de los MLSS, disminuyendo a valores en torno al 85 % para los últimos días del experimento.

En el segundo experimento de esta primera fase de investigación se estabilizó el BRM, en las condiciones óptimas que se consideraron en el primer experimento, analizando más profundamente los parámetros de calidad considerados. En la Figura 52, se aprecia cómo existe una retención de sólidos total hasta el día 30 de operación, cuando se empezó a realizar una purga media de 4.8 l/día para mantener la planta en unas concentraciones de MLSS aproximadamente de 7000mg/l. Con respecto a los MLSSV, igual que en el caso anterior, se consiguen disminuciones de MLSSV de hasta el 85 % al final de este segundo experimento.



Figura 52. Evolución MLSS y MLSSV experimento 2 de la fase 1ª en el BRM.

6.6.1.3. Evolución de las temperaturas en la 1ª fase de investigación.

Como se ha comentado anteriormente la investigación se realizó en condiciones ambientales reales, por ello se observa en el primer experimento de la primera fase, cómo la temperatura en el reactor biológico donde se encuentran sumergidas las membranas (Figura 53) fue constante los primeros 40 días de operación entorno a los 15 °C, posteriormente subió hasta los 25°C. Esto es un reflejo de las condiciones climáticas entre los meses de abril y mayo.



Figura 53. Evolución de la temperatura en el interior del reactor biológico en el BRM en el experimento 1 de la 1ª fase.

Al contrario que en el primer experimento, la temperatura del experimento 2 de la primera fase (Figura 54) se mantiene inicialmente entorno a 20 °C, disminuyendo posteriormente hasta valores próximos a 10 °C; refleja el paso del mes de septiembre al de octubre.



Figura 54. Evolución de la temperatura en el interior del reactor biológico en el BRM en el experimento 2 de la 1ª fase.

6.6.1.4. Presiones de funcionamiento de la Membrana fase 1ª.

En este apartado se muestra la evolución de la presión transmembrana en la primera fase de investigación. En las siguientes figuras, se representan, la presión inicial en el ciclo de filtrado, la presión final en el mismo ciclo de filtrado y la presión de contralavado.

En la Figura 55 se aprecia la evolución de la presión transmembrana del primer experimento; allí se puede ver que la presión aumenta con el tiempo hasta el día 33, en que se realiza una limpieza química dejando las membranas 5 horas en una disolución de 1000 mg/l de HCLO, tras lo que se observa cómo disminuye la presión, incrementándose nuevamente hasta el final de este primer experimento.



Figura 55. Evolución de la presión transmembrana en el inicio del ciclo de filtrado, final del ciclo de filtrado y en el ciclo de contralavado en el experimento 1 de la fase 1ª.

La Figura 56 muestra la evolución de la presión transmembrana del segundo experimento de la primera fase. Siempre entre experimento y experimento se realizó limpieza química de la membrana igual a la anteriormente descrita. Se observa que se empieza con valores de presión transmembrana inferiores a -3 kpa para el filtrado y de 5 para el contralavado.



Figura 56. Evolución de la presión transmembrana en el inicio del ciclo de filtrado, final del ciclo de filtrado y en el ciclo de contralavado en el experimento 2 de la fase 1ª

6.6.1.5. Evolución de la DBO₅ y DQO en la fase 1^a.

En este apartado se muestran los valores de DBO₅ y de DQO, tanto del agua bruta de entrada en la planta de aguas residuales, como de agua de entrada del BRM (que es la de salida del decantador primario), como de aguas de salida del BRM.

En la Figura 57 se muestran tanto los valores de DBO₅ como los de DQO del primer experimento de la presente fase del agua de entrada a la estación depuradora; se puede observar que son valores relativamente altos para aguas residuales urbanas.



Figura 57. Evolución de DQO y DBO5 del agua bruta a la entrada de la depuradora durante el experimento 1 de la fase 1^a.

En la Figura 58 (a) se muestran los valores de DBO₅ y DQO de entrada al BRM del primer experimento de la primera fase, se aprecia que son valores relativamente altos para tratarse de agua de salida de decantación primaria, pero se explica perfectamente debido a los altos valores de entrada que soporta la estación depuradora. La Figura 58 (b) muestra los valores de salida del BRM, es decir del agua permeada a través de la membrana, y se comprueba que se obtienen valores de alta calidad a partir de los 10 días de operación (hay que tener en cuenta que hubo una perdida de biomasa en los primeros días de operación de este experimento).



Figura 58. Evolución de la DBO₅ y de la DQO en el experimento 1 de la fase1^a. (a) DBO ₅, DQO en la entrada del BRM. (b) DBO ₅, DQO en la salida del BRM.

La Figura 59 muestra los valores de DBO₅ y DQO del segundo experimento de la primera fase, al igual que en el experimento anterior son valores altos para tratarse de aguas residuales urbanas.



Figura 59. Evolución de DQO y DBO₅ del agua bruta a la entrada de la depuradora durante el experimento 2 de la fase 1^a.

En la Figura 60(a) se observan los valores de entrada de materia orgánica al BRM en éste segundo experimento de la primera fase. En la Figura 60(b) se ven los valores de DBO5 y DQO a la salida de este segundo experimento; en ella se aprecia unos valores

constantes de excelente calidad a partir del día 24 de este experimento, aunque al igual que en el experimento anterior, existe una gran eliminación de materia orgánica desde el principio pués la membrana elimina desde el primer día la materia orgánica particulada.



Figura 60. Evolución de la DBO₅ y de la DQO en el experimento 2 de la fase1^a. (a) DBO ₅, DQO en la entrada del BRM. (b) DBO ₅, DQO en la salida del BRM.

6.6.1.6. Evolución de pH en la fase 1^a.

Se analizó el pH en el agua de entrada al BRM, en el biorreactor, y en el agua de salida del BRM a lo largo de los dos experimentos realizados en esta primera fase.



Figura 61. Evolución del pH de entrada, pH de salida y pH en el reactor biológico de membrana, en el experimento 1 de la fase 1^a

La Figura 61 muestra la evolución del pH a la largo del primer experimento de la primera fase; se que el pH a la entrada, a lo largo del experimento se mantiene constante en valores ligeramente superiores a 7, en cambio el pH de salida del BRM y el del reactor biológico van disminuyendo con el tiempo hasta alcanzar valores próximos a pH 6.



Figura 62. . Evolución del pH de entrada, pH de salida y pH en el reactor biológico de membrana, en el experimento 2 de la fase 1^a

En la Figura 62 se muestra cómo evoluciona el pH a lo largo del segundo experimento de la primera fase; se aprecia cómo el pH de entrada al BRM, al igual que en el caso anterior, tiene valores normalmente por encima de la neutralidad; aun existiendo una pequeña disminución de pH tanto en el reactor biológico como en el agua de salida, no se ve una tendencia de disminución de pH como existe en el experimento anterior.

6.6.1.7. Evolución de la conductividad en la fase 1^a.

La conductividad se midió al igual que el pH, en la entrada del BRM (Biorreactor de membrana), en el reactor y a la salida del BRM.

La Figura 63 muestra cómo se comporta la conductividad en el primer experimento de la presente fase, y muestra cómo se mantiene constante en los tres puntos analizados, sin que exista una disminución significativa a la salida de reactor biológico; datos coherentes ya que se ha estado trabajando con membranas de ultrafiltración que no eliminan sales, por lo tanto la conductividad no debería cambiar.



Figura 63. Evolución de la conductividad de entrada, salida y reactor biológico en el sistema BRM en el experimento 1 de la 1ªfase.

En la Figura 64 se muestra cómo evoluciona la conductividad a lo largo del experimento 2 de la primera fase; en los mismos tres puntos de muestreo del caso anterior, se observa que la conductividad a la entrada en este caso aumentó ligeramente, debido a que el agua residual de entrada a la instalación de depuración aumentó su conductividad. Con respecto a la conductividad del reactor biológico y la conductividad de salida del BRM, se observa que sigue la misma tendencia de aumento que la del agua de entrada, pero disminuyendo un poco. Al igual que en el primer experimento no existe una eliminación significativa de conductividad.



Figura 64. . Evolución de la conductividad de entrada, salida y reactor biológico en el sistema BRM en el experimento 2 de la 1ªfase.

6.6.1.8. Evolución de compuestos nitrogenados en la fase 1ª.

A continuación se muestra la evolución de los compuestos nitrogenados que ha tenido lugar a lo largo de los dos experimentos de esta primera fase. En esta primera fase se determinó el nitrógeno total Kjeldahl, nitratos por el método Merk y nitrógeno amoniacal por el método Kjeldahl. Considerándose el nitrógeno total como la aproximación de la suma del nitrógeno total Kjeldahl + nitratos (considerando los nitritos despreciables). En la Figura 65 se muestra la evolución de los compuestos nitrogenados en el primer experimento de la primera fase; en la Figura 65(a) se ve la evolución de los compuestos nitrogenados a la entrada del BRM, que permanecen prácticamente constantes a lo largo de la investigación excepto por fluctuaciones puntuales, y en la Figura 65(b) se aprecia la evolución de los compuestos nitrogenados analizados a la salida del BRM; se observa que existe una disminución del nitrógeno total a la salida del BRM con respecto al de entrada, además también se observa cómo ha tenido lugar un proceso de nitrificación donde el amonio disminuye desapareciendo prácticamente, convirtiéndose en nitrato.



Figura 65. Evolución de los compuestos nitrogenados en el experimento 1 fase 1^a. (a) nitratos, amonio y nitrógeno total a la entrada BRM. (b) nitratos, amonio y nitrógeno total a la salida del BRM.

En la Figura 66 se presenta la evolución de los compuestos nitrogenados en el segundo experimento de la primera fase; al igual que en caso anterior, se aprecia en la Figura 66(a) cómo los compuestos nitrogenados a la entrada permanecen constantes a lo largo del periodo analizado, en cambio en la Figura 66(b) se observan los valores a la salida del BRM y al igual que en primer experimento existe una disminución del nitrógeno total y hay una nitrificación en el reactor biológico, desaparece el amonio y se transforma en nitrato.



Figura 66. Evolución de los compuestos nitrogenados en el experimento 2 fase 1ª. (a) nitratos, amonio y nitrógeno total a la entrada BRM. (b) nitratos, amonio y nitrógeno total a la salida del BRM.

6.6.1.9. Evolución de los sólidos en suspensión del efluente y el influente en la fase 1^a.

En este apartado se pueden ver los resultados de los sólidos en suspensión tanto a la entrada de la depuradora, como a la entrada del BRM y a la salida del BRM.

Se observan en la Figura 67 los sólidos en suspensión a la entrada de la estación depuradora para el experimento 1 (Figura 67(a)) y para el experimento 2 (Figura 67(b)).



Figura 67. Sólidos en suspensión del agua de entrada a la estación depuradora. (a) Sólidos en suspensión a la entrada en el experimento 1 de la fase 1^a. (b) Sólidos en suspensión a la entrada en el experimento 2 de la fase 1^a.
Como muestran la Figura 68 y la Figura 69, existe una eliminación mayor al 50 % en sólidos en suspensión en pretratamiento y decantación primaria ya que los valores de sólidos en suspensión a la entrada del BRM siempre están por debajo de 200 mg/l; se ha logrado una entrada de sólidos en suspensión a la entrada del BRM aproximadamente uniforme a lo largo de la primera fase. Aquí se quiere reflejar la importancia que tiene la decantación primaria para este tipo de aguas residuales.



Figura 68. Sólidos en suspensión a la entrada y sólidos en suspensión a la salida en el BRM en el experimento 1 de la 1ª fase

Con respecto a los sólidos en suspensión a la salida, se observa en la Figura 68 y en la Figura 69 la prácticamente total ausencia de sólidos existente tras el agua ultrafiltrada con las membranas del BRM; en la mayoría de los días se obtienen valores inferiores a 3 mg/l. Cabe remarcar el pequeño pico de sólidos en suspensión que aparece en el día 33 del experimento 1, este día fue cuando se realizó la limpieza química de las membranas.



Figura 69. Sólidos en suspensión a la entrada y sólidos en suspensión a la salida en el BRM en el experimento 2 de la 1ª fase

6.6.1.10. Análisis del tamaño y distribución de partículas en el efluente en la fase 1ª.

El análisis y distribución en el tamaño de partículas se realiza debido a que, como se ha observado anteriormente, la analítica convencional de SS no nos da una idea de lo que pasa a través de la membrana durante los periodos investigados.

Se observa en la Figura 70 el análisis de tamaño y distribución de las partículas realizado en el experimento 1 de la primera fase. A partir de partículas superiores a 15 μ m no pasa nada a través de la membrana, hay un mayor número de partículas en la semana 2 de operación de la planta, se reduce para las semanas siguientes, y empieza a incrementarse el número de partículas por ml a partir de ahí.



Figura 70. Análisis de tamaño y distribución de partículas durante el experimento 1 de la fase 1ª.

En la Figura 71 se muestra el tamaño y distribución de las partículas en el experimento 2 de esta primera fase; no existen partículas por encima de 15 μ m, al igual que en el caso anterior existe un mayor número de partículas la primera semana analizada, disminuyendo para siguiente semana y empezando un incremento del numero de partículas en las dos semanas sucesivas. Cabe destacar que entre experimentos se realizó limpieza química de las membranas.





6.6.2. Fase 2^a de la investigación con superficie de la membrana 1.86 m² y tiempo de retención hidráulico de 8.05 h.

En esta segunda fase de la investigación de fondo se trabajó con dos módulos de membranas (Figura 72 (a)) de 0.93 m² con una superficie total de filtración de 1.86 m². Se tuvo que modificar la planta piloto inicial adaptándola para colocar el segundo módulo de membrana, se bifurcó la tubería de aireación colocándose válvulas de bola en cada una, también se bifurcó la tubería con la que se realiza el filtrado que está conectada a la bomba de filtración, colocándose, al igual que en el caso de las tuberías de aireación, unas válvulas de bola para poder regular el flujo de caudal que se quiere que pase a través de cada membrana (Figura 72 (b)).



(a)

(b)

Figura 72. Fotografía del interior del reactor biológico con dos módulos de membrana.(a) vista de los dos módulos de membrana en el interior del reactor biológico. (b) vista de las conexiones necesarias para introducir el segundo módulo de membrana.

El caudal de filtrado con el que se trabajó en esta fase es de 29,91 l/h, por lo tanto se trabajó con una carga hidráulica de 16.08 l/(m^2h), reduciendo así la carga hidráulica de la primera fase al introducir un nuevo módulo de membranas en ésta. El caudal de contralavado fue 1.8 veces superior, o sea, de 54.07 l/h, por lo tanto la carga hidráulica de contralavado fue de 29.09 l/(m^2h).

El caudal de aire que es necesario aportar a la membrana con una superficie de 1.86 m^2 es de $6.8 \text{ m}^3/\text{h}$, este aire tiene la misión de evitar un rápido ensuciamiento de la membrana al circular tangencial a la misma y la de proporcionar oxígeno al proceso biológico; además, el aire del proceso biológico será suplementado con un difusor

aparte para mantener las condiciones de oxígeno disuelto en el reactor biológico siempre por encima de 1 mg/l.

Los ciclos de filtrado y de contralavado son de 10 minutos, 9 minutos 45 segundos de filtrado y 15 segundos de contralavado con agua ya ultrafiltrada.

Como se describe en la introducción del presente documento se puede calcular la carga hidráulica neta de la siguiente manera:

$$Jnet = \frac{J \cdot tp - Jb \cdot \tau p}{tp + \tau p},$$

Siendo la carga hidráulica neta aplicada en esta fase de operación de 14.95 LMH.

Por lo tanto, el caudal neto considerando los ciclos de filtrado y de contralavado es de 27.81 l/h; teniendo en cuenta que el volumen de reactor biológico es de 224 l, nos queda un tiempo de residencia hidráulico de 8.05 h.

6.6.2.1. Calibrado de caudales de las membranas.

Al introducirse un segundo módulo de membrana se volvió a hacer una calibración del caudal de las membranas en función de la potencia marcada por las bombas.

La calibración de los caudales en función de la potencia de los potenciómetros se realizó con agua potable, midiendo el volumen de filtrado por unidad de tiempo y la presión transmembrana, y se obtuvieron los resultados que muestra la Tabla 15.

Tabla 15. Resultados del caudal frente a distintos valores del potenciómetro en planta piloto de biorreactores de membrana con 2 módulos con superficie total de 1.86 m².

pot,%	Q,l/min	P,Kpa	J, l/(m2 h)	K, l/(m2 h kpa)	K, l/(m2 h Bar)
10	0.15	-1.50	4.95	-3.30	-329.75
20	0.58	-2.50	18.60	-7.44	-744.09
30	0.98	-3.00	31.67	-10.56	-1055.56
40	1.40	-7.00	45.27	-6.47	-646.70
50	1.85	-8.50	59.78	-7.03	-703.35
60	2.33	-12.50	75.27	-6.02	-602.15

La Figura 73 muestra cómo existe una relación totalmente lineal entre la potencia marcada y el caudal permeado, siendo la relación de Y=0.0433X-0.2982 (Y.-caudal; X.-potencia de la bomba %)



Figura 73. Caudal en l/min frente al valor Potenciómetro en % en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulos de 1.86 m².

Como es normal, al ir aumentando la potencia de la bomba se logra más cantidad de permeado con el consiguiente aumento de presión transmembrana (Figura 74)





Por lo tanto y como consecuencia de lo anterior, como ya se ha comentado, existe una relación entre el caudal filtrado y la presión transmembrana: al ir aumentando el caudal filtrado se incrementa la presión transmembrana (Figura 75).



Figura 75. Presión transmembrana frente al caudal en la planta piloto de biorreactores de membrana con módulos de 1.86 m^2 .

El caudal de filtrado marcado en esta fase de la investigación es de 29,91 l/h (0.49 l/min), por lo tanto la potencia que se le debe aplicar a la bomba de filtrado es del 18.4 %, fijándose una potencia de 1.5 veces superior para el contralavado, esto es, un 27.7 %.

6.6.2.2. Evolución MLSS y MLSSV en el reactor biológico fase 2ª.

En la Figura 76 se aprecia la evolución de los sólidos en suspensión en el licor mezcla y los sólidos en suspensión volátiles del biorreactor en el primer experimento realizado. Este experimento comenzó a partir del experimento 2 de la primera fase, y se considera que es otro experimento distinto debido a que se cambia el caudal tratado. Se ha realizado una purga diaria media de 8.3 litros para mantener las concentración MLSS constante en valores en torno a 7500 mg/l, así se estuvo operando hasta el día 20 del presente experimento. En este primer escalón de MLSS, los MLSSV eran un 88.1% del total de sólidos en suspensión en el BRM. A partir del día 20 se redujo la purga de

fango a 4.5 l/día para aumentar la concentración de MLSS en valores en torno a 14000 mg/l; una vez logrado esto, en torno al día 32 se incrementó nuevamente el volumen de purga a 8.4 l/día para mantener aproximadamente constante la concentración de MLSS, en éste escalón de concentración los MLSSV son aproximadamente el 87.2 %.



Figura 76. Evolución MLSS y MLSSV experimento 1 de la fase 2ª en el BRM.

En la Figura 77 se muestra el segundo experimento de la presente fase, en este experimento se pretendía ver cómo se comportaba el sistema en distintitas condiciones ambientales con unas concentraciones de MLSS en torno a 12.000 mg/l. Se estuvo operando sin purgas hasta el día 11 de experimento para aumentar la concentración de MLSS, a partir de este momento se empezó a realizar una purga de fangos de 8 l/día. Con respecto a los MLSSV en este experimento se llegó a valores del 78.1 % al final del experimento.



Figura 77. Evolución MLSS y MLSSV experimento 2 de la fase 2ª en el BRM.

En el tercer experimento de la segunda fase se quiso trabajar en concentraciones similares a las anteriores pero en condiciones ambientales distintas, y con una purga de fango media de 12.2 l/día a partir del día 22; y quedo una concentración de MLSSV en torno al 80.9 % de los MLSS.



Figura 78. Evolución MLSS y MLSSV experimento 3 de la fase 2ª en el BRM.

En este experimento 3 de la segunda fase se instaló un digestor aeróbico paralelo al BRM, para ver si se podían digerir más los fangos procedentes del reactor. Este digestor

era de 14 litros de capacidad, y se trabajó con exceso de oxígeno, cada día se retiraba un litro del fango del digestor y se introducía un litro del licor mezcla del BRM, por lo tanto el fango tenía un tiempo de retención de 14 días.

En la Figura 79 se muestra la evolución de los sólidos en suspensión y sólidos en suspensión volátiles en el interior del reactor a partir del día 20 del experimento 3 de la fase segunda. La cantidad de SSV que mostraron los resultados fue en torno al 80 % con respecto a los SS, valor similar al obtenido con la digestión del BRM sin incluir el digestor.



Figura 79. Evolución de los sólidos en suspensión y de los sólidos en suspensión volátiles del digestor en el experimento 3 de la fase 2ª.

6.6.2.3. Evolución de las temperaturas en la 2^a fase de investigación.

Al igual que en la fase anterior, las temperaturas del reactor biológico están en función de las temperaturas existentes en la época en que se realizó cada experimento. En la Figura 80 se muestra la temperatura existente en el reactor biológico durante el experimento primero de la segunda fase y se observa cómo disminuye la temperatura los primeros días de investigación estabilizándose la temperatura en el interior del

reactor biológico en torno a los 8°C, debido a las bajas temperaturas existentes en el mes de diciembre.



Figura 80. Evolución de la temperatura en el interior del reactor biológico en el BRM en el experimento 1 de la 2ª fase.

La temperatura en el segundo experimento de la segunda fase (Figura 81) fue mayor que en el caso anterior: alrededor de 20°C en la mayoría del tiempo de experimentación, debido a que este experimento se realizó entre los meses de marzo y mayo.



Figura 81. Evolución de la temperatura en el interior del reactor biológico en el BRM en el experimento 2 de la 2ª fase.

La temperatura existente en el experimento tres de la segunda fase (Figura 82) fue de nuevo baja, llegando a valores puntuales de 4°C, aunque en la mayoría de los días se



mantuvo en valores en torno a 8°C; este experimento fue llevado a cabo en los meses de noviembre y diciembre.

Figura 82. Evolución de la temperatura en el interior del reactor biológico en el BRM en el experimento 3 de la 2ª fase.

6.6.2.4. Presiones de funcionamiento de la Membrana fase 2ª.

En este apartado se verá la presión transmembrana existente en los tres experimentos realizados en esta fase.

En la Figura 83 se observa la evolución de la presión transmembrana a lo largo del experimento 1 de la 2^a fase, que fue cuando se introdujo el segundo módulo de membrana. Se puede ver cómo en el día 15 de operación se realiza la limpieza química con HClO del módulo con el que se estuvo trabajando, y el día 17 se introduce el nuevo módulo de membrana, con la consecuente disminución de presión transmembrana. Se observa en los primeros días de operación un incremento muy rápido en la presión transmembrana al trabajar con un solo módulo con un caudal de 29.91 l/h por lo tanto con una carga hidráulica de 32.16 l/(m²h) en el filtrado; se ve que las membranas no se comportan de manera adecuada a estos niveles de carga hidráulica ya que se ensucian en menos de 20 días. Al introducir el nuevo módulo de membrana se reduce la presión considerablemente ya que se está trabajando a una carga hidráulica de 16.02 l/(m²h); la

presión aumenta de manera muy suave, y no hay necesidad de hacer más limpiezas químicas a lo largo del experimento.



Figura 83. Evolución de la presión transmembrana en el inicio del ciclo de filtrado, final del ciclo de filtrado y en el ciclo de contralavado en el experimento 1 de la fase 2ª.

En la Figura 84 se muestra la evolución de la presión transmembrana a lo largo del experimento 2 de la segunda fase; se realizó limpieza química de la membrana con 1000 mg/l de HCLO durante 5 h antes de comenzar el experimento, de ahí que la presiones iniciales sean bajas. Se trabajó todo el experimento con los dos módulos de membrana, apreciándose cómo el incremento en la presión se hizo de una forma suave y escalonada.



Figura 84. Evolución de la presión transmembrana en el inicio del ciclo de filtrado, final del ciclo de filtrado y en el ciclo de contralavado en el experimento 2 de la fase 2ª.

En la Figura 85 se muestra la evolución de la presión transmembrana a lo largo del experimento 3 de la segunda fase, al igual que en el experimento anterior antes de comenzar se realizó una limpieza química a la membrana; se observan unas presiones transmembrana iniciales bajas, que se incrementan ligeramente a lo largo del experimento.



Figura 85. Evolución de la presión transmembrana en el inicio del ciclo de filtrado, final del ciclo de filtrado y en el ciclo de contralavado en el experimento 3 de la fase 2ª.

6.6.2.5. Evolución de la DBO₅ y DQO en la fase 2^a.

Al igual que en la fase anterior, la carga contaminante del agua bruta de entrada del experimento 1 de esta segunda fase a la estación depuradora (Figura 77) es relativamente alta para ser un agua residual urbana.



Figura 86. Evolución de DQO y DBO5 del agua bruta a la entrada de la depuradora durante el experimento 1 de la fase 2^a.

La Figura 87(a) muestra los valores de DBO₅ y DQO a la entrada del BRM en el primer experimento de esta fase; los valores de DQO se sitúan en la mayoría de los casos por encima de 500 mg/l y los de DBO₅ por encima de 350 mg/l. En la Figura 87(b) se aprecian los valores de salida donde se observa que hasta el día 32 del experimento no se consiguen valores de excelente calidad de forma continua.



Figura 87. Evolución de la DBO₅ y de la DQO en el experimento 1 de la fase2^a. (a) DBO ₅, DQO en la entrada del BRM. (b) DBO ₅, DQO en la salida del BRM.

La Figura 88 muestra los valores de entrada de DBO₅ y de DQO a la estación depuradora que son de igual orden de magnitud que en los experimentos anteriores.



Figura 88. Evolución de DQO y DBO5 del agua bruta a la entrada de la depuradora durante el experimento 2 de la fase 2^a.

En la Figura 89(a) se muestran los valores de entrada de DQO y DBO₅ al BRM durante el experimento 2 de la segunda fase y en la Figura 89(b) se muestran los valores de salida; se ve que en muchos de los días la DBO₅ está por encima de 25 mg/l, valor marcado por la legislación para el vertido de aguas residuales urbanas.



Figura 89. Evolución de la DBO₅ y de la DQO en el experimento 2 de la fase2^a. (a) DBO ₅, DQO en la entrada del BRM. (b) DBO ₅, DQO en la salida del BRM.

La Figura 90, al igual que en los dos experimentos anteriores, muestra los valores de DBO₅ y de DQO de entrada a la estación depuradora; los valores son ligeramente superiores a los que existieron en los experimentos anteriores.



Figura 90. Evolución de DQO y DBO5 del agua bruta a la entrada de la depuradora durante el experimento 3 de la fase 2^a.

La Figura 91(a) representa los valores de entrada de DBO₅ y de DQO al BRM y Figura 91(b) los valores de DBO₅ y de DQO a la salida del BRM; al igual que en los casos anteriores con estas condiciones de operación no se consiguieron los niveles de depuración que se consiguió en la fase anterior.



Figura 91. Evolución de la DBO₅ y de la DQO en el experimento 3 de la fase2^a. (a) DBO ₅, DQO en la entrada del BRM. (b) DBO ₅, DQO en la salida del BRM.

6.6.2.6. Evolución de pH en la fase 2ª.

Al igual que en la fase anterior, se analizó el pH y la conductividad a lo largo de los tres experimentos de la fase 2^a.

La Figura 92 muestra los valores de pH de entrada, de salida y del reactor del BRM del primer experimento de la segunda fase; se observa que los valores oscilan en torno al 7.5 durante todo el experimento.



Figura 92. Evolución del pH de entrada, pH de salida y pH en el reactor biológico de membrana, en el experimento 1 de la fase 2ª.

En la Figura 93 se muestran los valores de pH del experimento 2 de la segunda fase; se observa, al igual que en los casos anteriores, que están próximos a la neutralidad, sin apreciarse grandes cambios en los valores del reactor biológico y del permeado.



Figura 93. Evolución del pH de entrada, pH de salida y pH en el reactor biológico de membrana, en el experimento 2 de la fase 2ª.

En la Figura 94 se muestran los valores de pH en el experimento 3 de ésta fase, apreciándose, al igual que en los casos anteriores, que tanto los valores de pH en el reactor biológico como los de salida no se modifican con respecto al pH de entrada y se mantienen constantes al lo largo del experimento en valores por encima de la neutralidad.



Figura 94. Evolución del pH de entrada, pH de salida y pH en el reactor biológico de membrana, en el experimento 3 de la fase 2ª.

6.6.2.7. Evolución de la conductividad en la fase 2^a.

Al igual que en la fase anterior se hizo un seguimiento de la conductividad en la entrada, reactor y salida del BRM.

En la Figura 95 se muestran los valores de conductividad analizados durante el experimento 1 de esta segunda fase observándose que no existe una disminución considerable de la conductividad en el agua de salida del BRM.



Figura 95. Evolución de la conductividad de entrada, salida y reactor biológico en el sistema BRM en el experimento 1 de la 2ª fase.

La Figura 96 muestra los valores de conductividad del experimento 2 de la segunda fase; se observa que hay un aumento de conductividad en la entrada del BRM y que este aumento repercute lógicamente en la conductividad del reactor y de salida aumentando también.



Figura 96. Evolución de la conductividad de entrada, salida y reactor biológico en el sistema BRM en el experimento 2 de la 2ª fase.

En la Figura 97 se muestran los valores de conductividad en el experimento 3 de esta segunda fase; en este experimento la conductividad de entrada fue superior al la de el experimento anterior, y alcanzó muchos días valores superiores a 2000 μ S/cm, con el consecuente aumento en la conductividad del reactor biológico y de salida.



Figura 97. Evolución de la conductividad de entrada, salida y reactor biológico en el sistema BRM en el experimento 3 de la 2ªfase.

6.6.2.8. Evolución de compuestos nitrogenados en la fase 2ª.

A continuación se mostrará la evolución de los compuestos nitrogenados que ha tenido lugar en los tres experimentos de esta segunda fase. Al contrario que en la fase anterior, la determinación de los distintos compuestos nitrogenados fue realizada mediante cromatografía iónica (métodos descritos en el apartado métodos analíticos), por ser un sistema de medición más preciso. Se empezó a medir el nitrito, para ver la evolución de los compuestos nitrogenados en sus distintas formas de oxidación, y así poder analizar la velocidad de nitrificación en las diferentes condiciones de operación.

En la Figura 98(a) se muestran los valores de Nitrógeno total, amonio, nitrito y nitrato a la entrada del BRM en el experimento 1 de la segunda fase; se observa que los valores de nitrito y nitrato a la entrada no son detectables a lo largo del experimento. La Figura 98(b) muestra la evolución de los compuestos nitrogenados a la salida del BRM; en ella se aprecia que al principio existe una nitrificación, esto se debe a que este experimento, como se comentó en la evolución de los MLSS, es una continuación del experimento 2 de la primera fase, por lo tanto existen bacterias nitrificantes al principio del experimento, se reduce la nitrificación, también se observa una ligera disminución del nitrógeno total pero inferior a la que tuvo lugar en la fase anterior.



Figura 98. Evolución de los compuestos nitrogenados en el experimento 1 fase 2^a. (a) nitritos, nitratos, amonio y nitrógeno total a la entrada BRM. (b) nitritos, nitratos, amonio y nitrógeno total a la salida del BRM.

En la Figura 99(a) se aprecia la evolución de los compuestos nitrogenados a lo largo del experimento 2 de la segunda fase y Figura 99(b) los de salida; se advierte una desnitrificación al final del experimento, que podría ser debida a una nitrificación parcial, se observa también cómo aparecen tanto nitritos como nitratos en los últimos días del experimento.



Figura 99. Evolución de los compuestos nitrogenados en el experimento 2 fase 2^a. (a)nitritos, nitratos, amonio y nitrógeno total a la entrada BRM. (b) nitritos, nitratos, amonio y nitrógeno total a la salida del BRM.

En la Figura 100(a) se muestran los compuestos nitrogenados a la entrada del BRM y en la Figura 100(b) los de salida; se observa cómo existe una nitrificación en fase I sin que llegue a existir una nitrificación total ya que la concentración de nitratos a la salida del BRM durante el presente experimento es muy baja; al igual que en el experimento anterior, se aprecia la existencia de una desnitrificación a lo largo del experimento.



Figura 100. Evolución de los compuestos nitrogenados en el experimento 3 fase 2^a. (a) nitritos, nitratos, amonio y nitrógeno total a la entrada BRM. (b) nitritos, nitratos, amonio y nitrógeno total a la salida del BRM.

6.6.2.9. Evolución de los sólidos en suspensión del efluente y el influente en la fase 2^a.

En este apartado se pueden ver los sólidos en suspensión tanto a la entrada de la depuradora, como a la entrada del BRM y a la salida del BRM.

En la Figura 101, se pueden observar los sólidos en suspensión a la entrada de la estación depuradora durante los tres experimentos de esta segunda fase.



Figura 101. Sólidos en suspensión del agua de entrada a la estación depuradora. (a) Sólidos en suspensión a la entrada en el experimento 1 de la fase 2^a . (b) Sólidos en suspensión a la entrada en el experimento 2 de la fase 2^a . (c) Sólidos en suspensión a la entrada en el experimento 3 de la fase 2^a

La Figura 102, Figura 103 y Figura 104 muestran la cantidad de sólidos en suspensión a la entrada y salida del BRM. Se observa cómo la cantidad a la entrada oscila, pero siempre por debajo de los sólidos en suspensión a la entrada del agua bruta.



Figura 102. Sólidos en suspensión a la entrada y sólidos en suspensión a la salida en el BRM en el experimento 1 de la 2ª fase.

Con respecto a los sólidos en suspensión a la salida se observa, en los tres experimentos de esta fase, que son prácticamente despreciables, independientemente de la cantidad de sólidos en suspensión a la entrada; la capacidad de filtración de la membrana es eficaz a lo largo del tiempo.



Figura 103. Sólidos en suspensión a la entrada y sólidos en suspensión a la salida en el BRM en el experimento 2 de la 2ª fase.



Figura 104. Sólidos en suspensión a la entrada y sólidos en suspensión a la salida en el BRM en el experimento 3 de la 2ª fase.

6.6.2.10. Análisis del tamaño y distribución de partículas en el efluente en la fase 2ª.

Al igual que en la fase anterior, el análisis de sólidos en suspensión a la salida del BRM no nos da una idea de lo que pasa a través de la membrana, por lo tanto se realizó el análisis de tamaño y distribución de partículas para ver cómo se comportaba el sistema de membrana a lo largo del los experimentos.

Durante el experimento 1 de la fase 2^a no se realizó analítica de tamaño y distribución de partículas, que si que se llevó a cabo en el experimento 2 (Figura 105) y el experimento 3 (Figura 106).

En el experimento 2, al igual que en los experimentos de la fase anterior, se observa que al principio del experimento existe una mayor salida de pequeñas partículas en la salida del BRM, después existe una disminución en la cantidad de partículas, que empiezan a incrementarse de nuevo con el tiempo; cabe destacar en este experimento que hubo una pequeña fuga en las conexiones de las membranas durante la semana 3 de



experimentación, por lo que se aprecia un ligero incremento de partículas en esa semana.

Figura 105. Análisis de tamaño y distribución de partículas durante el experimento 2 de la fase 2ª.



Figura 106. Análisis de tamaño y distribución de partículas durante el experimento 3 de la fase 2ª.

En la Figura 106 se muestra el tamaño y distribución de las partículas en el experimento 3 de la segunda fase; se observa cómo existe, al igual que en el caso anterior, un gran número de partículas en la primera semana, cómo disminuye y empieza aumentar el número de partículas con el tiempo.

6.6.2.11. Determinación de Escherichia coli en la fase 2ª.

Con el fin de estudiar la capacidad del sistema para eliminar microorganismos patógenos, se realizó un recuento semanal del indicador de contaminación fecal *Escherichia coli* durante los dos primeros experimentos de la 2ª fase. Además este parámetro de contaminación microbiológica es el fijado por la nueva propuesta de normativa sobre la reutilización de las aguas regeneradas

Durante el período del experimento se estudiaron tres puntos de muestreo: la entrada de la planta piloto, el biorreactor y la salida, para así poder estudiar la capacidad del sistema para eliminar microorganismos patógenos.

La Figura 107 muestra el recuento de *Escherichia coli* en el experimento 1 de la segunda fase; el recuento de *E. coli* en la entrada y en el reactor fue muy similar y permanecieron en unos órdenes de magnitud semejantes en todo el experimento. No se produjeron variaciones representativas al ir aumentado la concentración de S.S. en el biorreactor. A la salida del biorreactor se observó una ausencia total de *E. coli*, con lo que se podría afirmar que el sistema es capaz de eliminar prácticamente el 100% de este tipo de indicador de contaminación fecal. Con esta condición se cumple un requisito indispensable para la reutilización de las aguas residuales.



Figura 107. *Escherichia coli* detectada en la entrada del BRM, en el reactor y en la salida del BRM durante el experimento 1 de la 2ª fase.

La Figura 108 muestra el recuento de *E. coli* en el experimento 2 de la segunda fase; se observa, al igual que en el caso anterior, que el recuento de *E. coli*, tanto en el reactor biológico como en la entrada es muy similar, sin mostrar cambios significativos a lo largo del presente experimento. En cambio, en este experimento sí que se detectó una pequeña cantidad del indicador de *E. coli* a la salida del BRM en algunos de los días analizados. Esta presencia de *E. coli* se justifica porque durante este periodo de investigación hubo una pequeña fuga en las conexiones de las membranas, como se ha comentado en el análisis y distribución de partículas, por lo tanto el circuito de agua ultrafiltrada sufrió un ensuciamiento dando lugar a la presencia de *E. coli* en el agua de salida.





6.6.2.12. Determinación de colifagos en la fase 2^a.

Al igual que en el apartado anterior, para estudiar la capacidad del sistema para eliminar microorganismos patógenos se hizo un análisis de colifagos durante los dos primeros experimentos de la segunda fase. Aunque actualmente este parámetro de contaminación microbiológica no está contemplado en la propuesta de normativa sobre reutilización de las aguas regeneradas, es muy posible que en algún tiempo sea obligatorio; la flexibilidad de este futuro R.D. así lo permite.

La Figura 109 muestra los colifagos existentes a la entrada del BRM, en el reactor y a la salida del BRM del experimento 1 de la segunda fase. Se observa que la entrada de virus en el BRM fue aproximadamente constante, en cambio en el reactor biológico se observó un aumento considerable de colifagos a partir del día 22. Este hecho también estuvo unido a un aumento en los MLSS (Figura 76). Esta relación entre los MLSS y los colifagos puede deberse a que estos últimos suelen ir adsorbidos en la superficie de los SS. A la salida del BRM hay una ausencia completa de colifagos. Esto indica que la membrana de ultrafiltración es capaz de retener la mayoría de los virus, prácticamente el 100%.



Figura 109. Colifagos en la entrada del BRM, reactor y salida del BRM durante el experimento 1 de la 2ª fase.

La Figura 110 muestra los colifagos existentes en la entrada del BRM, reactor y salidas del BRM durante el experimento 2 de la segunda fase. Al contrario del caso anterior, se observa que los colifagos presentes en el reactor biológico son proporcionales a los de entrada al BRM. Sin embargo, se observa nuevamente la ausencia total de colifagos a la salida del BRM durante este segundo experimento.



Figura 110. Colifagos en la entrada del BRM, reactor y salida del BRM durante el experimento 2 de la 2ª fase.

6.6.3. Fase 3^a de la investigación con superficie de la membrana de 1.86 m² y tiempo de retención hidráulico de 15.27 h.

En esta tercera fase de la investigación de fondo se trabajó también con dos módulos de membranas de 0.93 m²; la superficie total de filtración fue pues de 1.86 m², y el caudal de filtrado de 15.88 l/h, y por lo tanto la carga hidráulica fue de 8.54 l/(m²h), reduciendo así la carga hidráulica de las fases anteriores para intentar ver el efecto del ensuciamiento dependiendo de esta variable. El caudal de contralavado fue 2 veces superior al de filtrado, esto es de 32.77 l/h, por lo tanto la carga hidráulica de contralavado fue de 17.62 l/(m²h).

Al igual que en la fase anterior, el caudal de aire que es necesario aportar a la membrana con una superficie de 1.86 m^2 es de $6.8 \text{ m}^3/\text{h}$; este aire tiene la misión de evitar un

rápido ensuciamiento de la membrana al circular tangencial a la misma y la misión de proporcionar oxígeno al proceso biológico,; además, el aire del proceso biológico será suplementado con un difusor aparte para mantener las condiciones de oxígeno disuelto en el reactor biológico siempre por encima de 1 mg/l.

Los ciclos de filtrado y de contralavado son de 10 minutos, 9 minutos 45 segundos de filtrado y 15 segundos de contralavado con agua ya ultrafiltrada.

Como se describe en la introducción del presente documento se puede calcular la carga hidráulica neta de la siguiente manera:

$$Jnet = \frac{J \cdot tp - Jb \cdot \tau p}{tp + \tau p},$$

Siendo la carga hidráulica neta aplicada en esta fase de operación de 7.88 $l/(m^2h)$, menor a las de las fases anteriores.

Por lo tanto el caudal neto, considerando los ciclos de filtrado y de contralavado, es de 14.67 l/h; teniendo en cuenta que el volumen del reactor biológico es de 224 l, queda un tiempo de residencia hidráulico de 15.27 h, que es un tiempo de residencia mayor al de las fases anteriores.

6.6.3.1. Calibrado de caudales de las membranas.

En esta fase de la investigación, se mantuvo el calibrado realizado en la fase anterior ya que se decidió utilizar los dos módulos de membrana para observar el ensuciamiento de la misma trabajando con cargas hidráulicas más bajas.

El caudal de filtrado marcado en esta fase de la investigación es de 15.88 l/h, por lo tanto la potencia que se le debe aplicar a la bomba de filtrado, considerando la calibración realizada, en la fase 2^a es del 13.0 %; se fija una potencia de 1.5 veces superior para el contralavado, esto es, el 19.5 %.

6.6.3.2. Evolución MLSS y MLSSV en el reactor biológico fase 3^a.

En esta tercera fase de la investigación, se trabajó con un tiempo de retención hidráulico inferior a las fases anteriores para ver cómo se comportan los parámetros analizados con respecto a las fases anteriores; se hicieron 2 experimentos a las concentraciones de sólidos en suspensión optimas obtenidas de las dos fases anteriores.



Figura 111. Evolución MLSS y MLSSV experimento 1 de la fase 3ª en el BRM.

En la Figura 111 se muestra la evolución de los MLSS y los MLSSV durante el experimento 1 de la 3^a fase; para conseguir la concentración en sólidos en suspensión deseada se trabajó con un caudal de filtración de 29.91 l/h, cuando se consiguió una concentración en MLSS superior a 7000mg/l se realizó una purga media diaria de 2.6 l/día para mantener la concentración estable en valores entre 7-8 g/l de MLSS. En cuanto a la concentración de MLSSV durante este experimento llegó a ser del 70% de los MLSS y se consiguió una estabilización en el fango mejor que en las fases anteriores.

La Figura 112 muestra la evolución de los MLSS y de los MLSSV del experimento 2 de la tercera fase; al igual que en el experimento anterior, se trabajó al principio con un caudal mayor para conseguir la concentración en torno a 10000 mg/l de MLSS. Una vez conseguida la concentración deseada, se redujo el caudal de filtrado y se comenzó una

purga de 10 l/día para mantener aproximadamente constante los MLSS. Con respecto a los MLSSV se lograron valores del 73% respecto a los MLSS, valores aproximadamente iguales al del experimento anterior, pero considerablemente mayor al conseguido en las fases anteriores.



Figura 112. Evolución MLSS y MLSSV experimento 2 de la fase 3ª en el BRM.

6.6.3.3. Evolución de las temperaturas en la 3^a fase de investigación.

A continuación se mostrarán las temperaturas que hubo en los dos experimentos de la tercera fase; estos experimentos se hicieron en periodos veraniegos para favorecer una mayor temperatura en el reactor biológico y así favorecer la actividad de los microorganismos.

En la Figura 113 se muestra la evolución de la temperatura en el experimento 1 de la fase 3^a, donde se observa una temperatura en el reactor biológico superior a 20 °C en la mayoría de los días.



Figura 113. Evolución de la temperatura en el interior del reactor biológico en el BRM en el experimento 1 de la 3ª fase.

En la Figura 114 se muestran los valores de temperatura del experimento 2 de la 3^a fase; la temperatura del reactor biológico durante este periodo fue inferior a la del experimento 1 de esta fase, oscilando entre 15 y 20 °C en la mayoría de los días.



Figura 114. Evolución de la temperatura en el interior del reactor biológico en el BRM en el experimento 2 de la 3ª fase.

6.6.3.4. Presiones de funcionamiento de la Membrana fase 3ª.
La Figura 115 muestra la evolución de la presión transmembrana durante el experimento 1 de la 3ª fase; como se ha comentado anteriormente, se trabajó con un caudal inicial de 29.91 l/h, por lo tanto la presión transmembrana hasta el cambio de caudal a 15.88 l/h es mayor. Tras este cambio de caudal la presión transmembrana se estabilizó incrementándose casi de manera casi inapreciable.



Figura 115. Evolución de la presión transmembrana en el inicio del ciclo de filtrado, final del ciclo de filtrado y en el ciclo de contralavado en el experimento 1 de la fase 3ª.

En la Figura 116 muestra la evolución de la presión transmembrana en el segundo experimento de la tercera fase; al igual que en el caso anterior, hay una disminución pequeña en la presión al realizar el cambio de caudal, y a partir de ese momento la presión transmembrana aumenta suavemente.



Figura 116. Evolución de la presión transmembrana en el inicio del ciclo de filtrado, final del ciclo de filtrado y en el ciclo de contralavado en el experimento 2 de la fase 3ª.

6.6.3.5. Evolución de la DBO₅ y DQO en la fase 3^a .

En este apartado, al igual que en las fases anteriores, se muestran la DBO₅ y la DQO, a la entrada de la estación depuradora, a la entrada del reactor biológico de membrana y a la salida del reactor biológico de membrana, tanto para el primer experimento como para el segundo experimento de la presente fase.

En la Figura 117 se muestran los valores de DQO y de DBO_5 del experimento 1 a la entrada de la estación depuradora; los valores son del mismo orden de magnitud al de los experimentos vistos hasta el momento.



Figura 117. Evolución de DQO y DBO5 del agua bruta a la entrada de la depuradora durante el experimento 1 de la fase 3ª.

La Figura 118(a) muestra los valores de DBO₅ y DQO de entrada al BRM en el primer experimento realizado en esta tercera fase, y en la Figura 118 (b) los de salida; en los datos de salida se observa que, una vez estabilizados los MLSS en torno a 7000 mg/l, los resultados con respecto a la eliminación de materia orgánica fueron excelentes, pues se obtuvo un efluente de gran calidad.



Figura 118. Evolución de la DBO₅ y de la DQO en el experimento 1 de la fase3^a. (a) DBO ₅, DQO en la entrada del BRM. (b) DBO ₅, DQO en la salida del BRM.

La Figura 119 muestra los valores de DQO y de DBO₅ del experimento 2 de la tercera fase a la entrada de la estación depuradora; los valores son del mismo orden de magnitud que en los casos anteriores.



Figura 119. Evolución de DQO y DBO5 del agua bruta a la entrada de la depuradora durante el experimento 2 de la fase 3ª.

En la Figura 120(a) se muestran los valores de DBO₅ y DQO de entrada al BRM del segundo experimento de la tercera fase; se aprecia que son valores relativamente altos para tratarse de agua de salida de decantación primaria; en la Figura 120(b) se muestran los valores de salida del BRM, es decir del agua permeada a través de la membrana, y se observa que los valores de DBO₅ y de DQO una vez estabilizada la planta fueron de excelente calidad.



Figura 120. Evolución de la DBO₅ y de la DQO en el experimento 2 de la fase 3^a. (a) DBO ₅, DQO en la entrada del BRM. (b) DBO ₅, DQO en la salida del BRM.

Además cabe comentar que en esta fase, al igual que en las fases anteriores, existen grandes rendimientos de eliminación con respecto a los valores de salida de DQO y DBO₅ desde el primer día de experimentación. Hay que tener en cuenta que la DQO y DBO₅ originadas a partir de la materia particulada es eliminada por la membrana al filtrar prácticamente todos los SS, quedando sólo la soluble que es eliminada mediante el proceso biológico cuando las condiciones de operación son apropiadas.

6.6.3.6. Evolución de pH en la fase 3^a.

Al igual que en las fases anteriores, se hizo un seguimiento de la evolución del pH durante los experimentos realizados. En la Figura 121 se pueden ver los valores de pH obtenidos durante el experimento 1 de la tercera fase, se observa que el pH de entrada fue siempre ligeramente por encima de la neutralidad, disminuyendo ligeramente los valores de pH del BRM y de salida del BRM a medida que transcurría el experimento.



Figura 121. Evolución del pH de entrada, pH de salida y pH en el reactor biológico de membrana, en el experimento 1 de la fase 3ª.

La Figura 122 muestra los valores de pH obtenidos durante el segundo experimento de esta tercera fase, se observa que no existen diferencias apreciables en entre el pH de entrada al BRM con respecto al pH del BRM y al pH de salida del BRM.



Figura 122. Evolución del pH de entrada, pH de salida y pH en el reactor biológico de membrana, en el experimento 2 de la fase 3ª.

6.6.3.7. Evolución de la conductividad en la fase 3ª.

Al igual que el pH, la evolución de la conductividad fue determinada a lo largo de las tres fases en todos los experimentos para observar su comportamiento.

La Figura 123 presenta los valores de conductividad a lo largo del experimento 1 de la tercera fase; se observa que la conductividad de entrada al BRM se mantiene estable siempre por encima de 1000 μ S/cm y que las conductividades del BRM y de salida del BRM están por debajo de la de entrada.



Figura 123. Evolución de la conductividad de entrada, salida y reactor biológico en el sistema BRM en el experimento 1 de la 3ª fase.

La Figura 124 muestra los valores de conductividad analizados durante el experimento segundo de la tercera fase; al igual que en el caso anterior, se observa en la mayoría de los días una pequeña disminución de las conductividades del BRM y de salida del BRM con respecto a la de entrada al BRM, pero no existen nunca grandes diferencias significativas.



Figura 124. Evolución de la conductividad de entrada, salida y reactor biológico en el sistema BRM en el experimento 2 de la 3ª fase.

6.6.3.8. Evolución de compuestos nitrogenados en la fase 3ª.

Al igual que en las fases anteriores, se ha hecho un seguimiento de cómo evolucionan los compuestos nitrogenados en el proceso biológico.

En la Figura 125(a) se observan los valores de los compuestos nitrogenados a la entrada del BRM durante el experimento 1 de la tercera fase; al igual que en los casos anteriores, no se detectaron nitritos ni nitratos, porque casi todo el nitrógeno presente en las muestras estaba todavía en estado amoniacal. La Figura 125(b) muestra los valores de los compuestos nitrogenados en el experimento 2 en el agua de salida del BRM; se aprecia claramente un proceso de nitrificación en dos fases, en que el amonio existente en las muestras pasa, en primer lugar, a nitritos (nitrificación en fase I), y una vez que ha transcurrido suficiente tiempo para el crecimiento microbiano, ocurre un nitrificación en fase II, por ello a la salida sólo se detectan nitratos.



Figura 125. Evolución de los compuestos nitrogenados en el experimento 1 fase 3^a. (a) nitritos, nitratos, amonio y nitrógeno total a la entrada BRM. (b) nitritos, nitratos, amonio y nitrógeno total a la salida del BRM.

La Figura 126(a) muestra los valores de compuestos nitrogenados en el agua de entrada del BRM; se observa que casi todo el nitrógeno presente en las muestras se encuentra en estado amoniacal. En la Figura 126(b), que muestra los valores de los compuestos nitrogenados del agua de salida del BRM, se puede apreciar que sí ha ocurrido una



nitrificación en fase I, por eso se observan solamente valores de nitrito sin que haya dado tiempo suficiente para que tenga lugar una nitrificación completa.

Figura 126. Evolución de los compuestos nitrogenados en el experimento 2 fase 3^a. (a)nitritos, nitratos, amonio y nitrógeno total a la entrada BRM. (b) nitritos, nitratos, amonio y nitrógeno total a la salida del BRM.

6.6.3.9. Evolución de los sólidos en suspensión del efluente y el influente en la fase 3^a.

A continuación se muestran los valores de sólidos en suspensión de la fase 3^a. En la Figura 127 están los SS del agua de entrada a la estación depuradora en los dos experimentos de esta fase, que son del mismo orden de magnitud que en las fases anteriores.



Figura 127. Sólidos en suspensión del agua de entrada a la estación depuradora. (a) Sólidos en suspensión a la entrada en el experimento 1 de la fase 3^a. (b) Sólidos en suspensión a la entrada en el experimento 2 de la fase 3^a.

La Figura 128 muestra los valores de entrada y de salida de los sólidos a la entrada y salida del BRM durante el experimento1. Se observa que, al igual que en las fases anteriores, independientemente de los sólidos existentes en el reactor biológico, son eliminados casi por completo los sólidos en el agua de salida del BRM.



Figura 128. Sólidos en suspensión a la entrada y sólidos en suspensión a la salida en el BRM en el experimento 1 de la 3ª fase.

La Figura 129 muestra los sólidos en suspensión de entrada y salida del BRM; al igual que en el caso anterior, se aprecia en la figura la gran capacidad de eliminación de sólidos existente en el BRM debido a la ultrafiltración a través de la membrana.



Figura 129. Sólidos en suspensión a la entrada y sólidos en suspensión a la salida en el BRM en el experimento 2 de la 3ª fase.

6.6.3.10. Análisis del tamaño y distribución de partículas en el efluente en la fase 3ª.

En esta fase de la investigación se realizó el análisis del tamaño y distribución de partículas durante los dos experimentos.

En la Figura 130 se muestra la cantidad y distribución de tamaños de las partículas durante el experimento 1 de la tercera fase; se puede observar cómo en el análisis de la primera semana hay una cantidad de partículas mayor que en el resto del experimento. En la semana 3 del experimento aparece un nuevo incremento en el tamaño de las partículas y empieza a disminuir de nuevo las semanas sucesivas.



Figura 130. Análisis de tamaño y distribución de partículas durante el experimento 1 de la fase 3ª

En la Figura 131 se muestra la cantidad y distribución de tamaños de las partículas durante el experimento 2 de la tercera fase; al igual que en el caso anterior, existe una mayor concentración de partículas la primera semana de funcionamiento del experimento, que disminuye en las semanas sucesivas.



Figura 131. Análisis de tamaño y distribución de partículas durante el experimento 2 de la fase 3ª

6.6.3.11. Determinación de color en la fase 3^a.

Además de todos los parámetros analizados hasta el momento en las distintas fases de la investigación, en esta fase se analizó también el color presente en las muestras, como parámetro de calidad ya que se observó una ligera tonalidad de color en el agua de salida del BRM, como se puede apreciar en la Figura 132.



Figura 132. Fotografía donde se muestra la pequeña tonalidad de color del agua de salida del BRM. AE.- agua de entrada BRM; AS.- agua de salida del BRM; AD.- agua destilada

En la Figura 133(a) se aprecia el coeficiente de absorción espectral del agua de entrada al BRM durante el primer experimento de la tercera fase y en la Figura 133(b) el coeficiente de absorción del agua de salida del BRM; se observa cómo existe una gran eliminación de color tras pasar el agua a través del BRM, pero persiste una ligera tonalidad de color en las muestras, que no es eliminado en el proceso.



Figura 133. Coeficiente de absorción espectral en el experimento 1 de la fase 3^a, medido a 436nm, 525 nm, 620 nm. (a) coeficiente de absorción espectral medido en el agua de entrada a BRM. (b) coeficiente de absorción espectral medido en el agua de salida del BRM.

En la Figura 134 se muestra el coeficiente de absorción espectral tanto a la entrada del BRM (Figura 134(a)) como a la salida (Figura 134(b)); se observa en este segundo experimento la existencia de una ligera tonalidad de color en las muestras a la salida del BRM.



Figura 134. Color medido mediante coeficiente de absorción espectral en el experimento 2 de la fase 3^a, medido a 436nm, 525 nm, 620 nm. (a) coeficiente de absorción espectral medido en el agua de entrada a BRM. (b) coeficiente de absorción espectral medido en el agua de salida del BRM.

6.6.3.12. Determinación de turbidez en la fase 3^a.

En esta fase también se midió otro parámetro de calidad del agua como es la turbidez, para ver la capacidad de eliminación de turbidez que tienen los biorreactores de membrana; este parámetro es uno de los que contempla la propuesta de normativa de reutilización de las aguas regeneradas.

En la Figura 135 se muestra la turbidez de entrada y de salida del BRM en el experimento 1 de la tercera fase. La turbidez de entrada al biorreactor es prácticamente constante, y no se detecta turbidez en el agua de salida del BRM.



Figura 135. Turbidez de entrada y salida del BRM en el experimento 1 de la 3ª fase.



Figura 136. Turbidez de entrada y salida del BRM en el experimento 2 de la 3ª fase.

Al igual que en el experimento 1, no se detecta turbidez en el agua de salida del experimento 2 de la tercera fase (Figura 136), lo que confirma la eliminación de turbidez del agua de salida del biorreactor de membrana.

6.6.3.13. Determinación de Escherichia coli en la fase 3ª.

Al igual que en la fase anterior, en esta 3ª fase se realizó el análisis y recuento del indicador de contaminación fecal *Escherichia coli* en los dos experimentos realizados.

La Figura 137 muestra el recuento de *E.coli* a la entrada del BRM, en el reactor y a la salida del BRM durante los días señalados del experimento 1 de la tercera fase. Durante este experimento se hizo la analítica semanalmente para asegurarse de que el sistema es capaz de eliminar este indicador de contaminación fecal de forma continua en el tiempo, ya que en la fase anterior se observó, en algunos días de muestreo la presencia del indicador debido a una fuga en las conexiones. Se aprecia que excepto en el día 3, el resto de los días hay una ausencia total del indicador de *E. coli*, la presencia en la primera analítica realizada puede explicarse porque se realizó la limpieza química al inicio del experimento.



Figura 137. *Escherichia coli* detectada en la entrada del BRM, en el reactor y en la salida del BRM durante el experimento 1 de la 3ª fase.

En la Figura 138 se muestra el recuento de *E.coli* durante el segundo experimento de la tercera fase y, al igual que en caso anterior, excepto en el primer día analizado (día 7), el resto de los días se observa una ausencia total de *E. coli*.



Figura 138. *Escherichia coli* detectada en la entrada del BRM, en el reactor y en la salida del BRM durante el experimento 2 de la 3ª fase.

6.6.3.14. Determinación de colifagos en la fase 3^a.

Al igual que en la fase anterior, en la presente fase se ha hecho un seguimiento de los colifagos presentes en la entrada del BRM, reactor y salida del BRM, para poder observar la capacidad de eliminación que tienen los biorreactores de membrana de este patógeno.

En la Figura 139 se muestran los colifagos existentes a la entrada del BRM, en el reactor y a la salida del BRM del experimento 1 de la tercera fase; se observa que durante este experimento se detectó muy poca cantidad de colifagos en el reactor biológico, esto indica que hay una gran eliminación de éste patógeno dentro del biorreactor; se observa, además, una ausencia total del mismo a la salida del BRM.



Figura 139. Colifagos en la entrada del BRM, reactor y salida del BRM durante el experimento 1 de la 3ª fase.

La Figura 140 muestra los colifagos existentes en tres días del experimento dos de la tercera fase y, al igual que en el caso anterior, existe una gran eliminación de virus ya en el reactor; tampoco se detecta la presencia de colifagos a la salida del BRM.



Figura 140. Colifagos en la entrada del BRM, reactor y salida del BRM durante el experimento 2 de la 3ª fase.

6.6.4. Fase 4^a de la investigación. Análisis de permeabilidad e integridad de un módulo de membrana de fibra hueca.

Esta fase de la investigación se desarrolló en la universidad de Cranfield (Inglaterra) durante un periodo de 5 meses. Se estuvo aplicando un novedoso método para determinar la permeabilidad e integridad de las membranas aplicadas al tratamiento de aguas, tanto residuales como potables, por lo que durante la estancia, se realizó la puesta a punto del método, ensayando con membranas de ultrafiltración y de microfiltración para el tratamiento de aguas potables y para posteriormente aplicar el método con membranas de ultrafiltración de fibra hueca a aguas residuales; estas últimas membranas son del mismo tipo que las utilizadas durante la investigación en biorreactores de membrana en la universidad de Granada.

Esta fase de la investigación se ha centrado en el estudio de la membrana, para ver cómo es afectado el módulo de membranas por el ensuciamiento y cómo afecta éste a la recuperación de la permeabilidad tras las limpiezas químicas. Se trabajó con un módulo a escala real, que estuvo operando también en condiciones de tratamiento reales, para así poder sacar conclusiones definitivas del ensuciamiento y recuperación de las membranas tras las limpiezas químicas.

Por otro lado, también se ha efectuado un análisis de cómo se distribuye el ensuciamiento en las membranas de fibra hueca situadas dentro del módulo, que operó en condiciones reales; se cogieron estas fibras de distintas partes del módulo para fabricar un nuevo módulo con lo cual se podía analizar el grado de ensuciamiento que tienen las fibras en distintas partes del módulo de las membranas originales.

Para realizar el ensayo, a este módulo se le medía la permeabilidad inicial (Ko), una vez realizada se procedía a una limpieza química, y se le volvía a medir la permeabilidad (Ki); este ensayo se repitió sucesivamente con módulos fabricados, cogiendo fibras de distintas posiciones del módulo original. Lo que se pretende es comprobar si el ensuciamiento de la membrana se ve afectado por su posición dentro del módulo de membranas industrial debido a una mala distribución geométrica o a una mala distribución de flujos.

Para ver cómo se recupera la membrana tras el ensuciamiento mediante limpiezas químicas, se utiliza el concepto de recuperación de la permeabilidad que se puede expresar de dos formas:

La primera es sin considerar la permeabilidad virgen de la membrana, es decir, sin considerar la permeabilidad de la membrana cuando es nueva; en ese caso la recuperación se expresa de la siguiente forma:

$$\%R = \frac{Kf - Ki}{Kf} \cdot 100$$

%R.- tanto por cien de recuperación de la membrana

Kf.- Permeabilidad final medida tras limpieza química.

Ki.- Permeabilidad inicial medida

Esta expresión da una idea de cómo recupera la permeabilidad la membrana tras la limpieza química.

La segunda es considerando la permeabilidad virgen de la membrana; se expresa el concepto de recuperación de la siguiente forma:

$$\% Rv = \frac{Kf - Ki}{Kv - Ki} \cdot 100$$

%Rv.- tanto por cien de recuperación de la membrana considerando la permeabilidad de la membrana nueva.

Kf.- Permeabilidad final medida tras limpieza química.

Ki.- Permeabilidad inicial medida

Kv.- Permeabilidad virgen de la membrana

Esta segunda expresión nos da la información de cómo se ha recuperado la membrana, comparándola con la permeabilidad que tenía la membrana cuando era nueva.

6.6.4.1. Módulo de membrana y fabricación de nuevos módulos

Las membranas utilizadas en el estudio proceden de un módulo de membrana real que estuvo operando en condiciones reales. En la Figura 141 se muestra la planta piloto y el módulo de membrana utilizado, se observan en el módulo los huecos internos existentes, que es de donde se cogieron las membranas de fibra hueca para fabricar los nuevos módulos que son los que se utilizaron para hacer las medidas de permeabilidad y de integridad.

El módulo estuvo funcionando durante 2 meses consecutivos sin realizarse limpiezas químicas para que las fibras de las membranas se ensuciaran y así proceder al presente estudio.



Figura 141. Fotografía de la planta piloto y del módulo de membrana utilizados en el estudio de permeabilidad e integridad de las membranas.

En la Figura 142 se muestra la planta de BRM utilizada durante esta fase de la investigación que consiste en un biorreactor aireado provisto de un módulo de membrana de fibra hueca, verticalmente orientado. El volumen efectivo del reactor es de 1.47 m^3 y la superficie total de la membrana es de 20 m^2 . Se estuvo trabajando con una aireación intermitente en la base del módulo; cada 30 segundos de aireación se dejaba otros 30 segundos sin aireación. Se hizo una alimentación al reactor biológico

desde un tanque de alimentación mediante una bomba, que se controlaba con un sensor de nivel para mantener la altura del reactor biológico constante. El permeado era extraído por una bomba de succión que llevaba el filtrado al tanque de permeado.

El tiempo de retención celular con el que se estuvo trabajando en el periodo en el que se utilizaron las membranas fue de entre 26 y 33 días. EL biorreactor de membrana estuvo funcionando a carga hidráulica constante, trabajando al igual que en la fases anteriores en ciclos, pero en este caso la duración del filtrado fue de 10 minutos y de 30 segundos la del contralavado. Se estuvo trabajando continuamente desde principios de abril hasta principios de agosto.





Las características de la membrana utilizada son las siguientes

- Tipo de membrana: Fibra hueca
- Material: Polisulfona, polietersulfona, PVDF
- Espesor de la pared: 0.05-0.1mm
- Diámetro externo de la membrana: 2mm
- Diámetro interno de la membrana: 0.8mm
- Tamaño de poro: 0.05-0.3 μm

Las limpiezas llevadas a cabo fueron de tipo físico con contralavados periódicos, y de tipo químico; las limpiezas químicas a su vez se realizaron dependiendo de lo sucia que se encontrara la membrana y se podían realizar de dos formas distintas, la limpieza tipo I que se muestra en la Tabla 16 se realizó tres veces por semana, y la limpieza tipo II que se muestra en la Tabla 16 se realizó dos veces durante el periodo investigado; los últimos 2 meses de funcionamiento del módulo de membrana no se volvió a realizar la limpieza tipo II que es la más intensa, por lo tanto se ensució el módulo de membranas, que fue con el que posteriormente se inició la presente investigación para ver las características del ensuciamiento del mismo.

Tabla 16. Procedimientos de limpieza de módulo de membrana real utilizado en la fase IV de la investigación.

	Procedimiento		
TIPO I	- Se prepara una disolución de 200 mg/l de NaOCl		
	-La disolución preparada se introduce en contralavado, a una carga		
	hidráulica de entre 1 ó 2 veces la carga hidráulica de filtrado.		
	-Posteriormente se realiza 10 minutos de relajación de la membrana con		
	continuo aporte de burbujas		
	-Por último se inicia el ciclo de filtrado a 10 l/m2.h durante 0.5 h y		
	posteriormente se reanuda a la carga hidráulica de operación deseada.		
TIPO II	-Se preparan 50 l de una disolución del 1% en NaOH		
	- A la disolución anterior se le adicionan 625 ml de NaOCl al 8 $\%$ y 500 g		
	de ácido cítrico.		
	- Se realiza un contralavado con la disolución resultante a 0.4 m3/h durante		
	210 segundos.		
	- Se para el contralavado y se deja 2 horas la disolución en contacto con la		
	membrana.		
	- Después de las 2 horas se hace un contralavado a la membrana con agua		
	durante 120 s.		
	- Por último se inicia el ciclo de filtrado a 10 l/m2.h durante 0.5 h y		
	posteriormente se reanuda a la carga hidráulica de operación deseada.		

El influente utilizado en la presente investigación provenía del campus de la Universidad de Cranfield, éste fue tamizado siendo las principales características del efluente las que aparecen en la Tabla 17

lase i v de la mvesugación.			
	Media±desv. Típica	Rango	
pН	7.28±0.51	6.34-8.15	
SS (mg/L)	47.96±27.50	10-130	
DQO (mg/L)	179.15±52.35	284-67	
NH ₄ -N (mg/L)	14.27±6.91	4.27-23.49	
Turbidez (NTU)	87.69±44.09	19.94-171.00	

Tabla 17. Característica del agua residual de entrada utilizada al biorreactor de membrana en la fase IV de la investigación.

Se tomaron fibras del módulo original de distintas posiciones, para ver si el ensuciamiento que había sufrido la membrana era el mismo a lo largo y ancho del módulo, o si por lo contrario había diferentes tipos de ensuciamiento y por lo tanto se quería observar cómo afectaban estos diferentes grados de ensuciamiento a la recuperación de la permeabilidad tras las limpiezas químicas.

En la Figura 143 se muestran las divisiones que se le hicieron al módulo para recoger las fibras de distintas posiciones, se dividió el módulo en tres secciones en la horizontal y en dos en la vertical, y se cogieron muestras de las dos caras del módulo



Figura 143. Esquema de la división del módulo de membrana para medida de permeabilidad y de integridad. (a) Alzado de la parte frontal del módulo. (b) Alzado de la parte trasera del módulo. (c) Planta del módulo muestra como estaba situado el módulo en el interior del reactor biológico.

Como muestra la Figura 143, la nomenclatura utilizada para clasificar las membranas de

fibra hueca de distintas partes del módulo fue la siguiente:

- Letra.- A, B, C, son las divisiones de la parte horizontal del módulo.
- Primer número.- 1, 2, es la división vertical del módulo.
- Segundo número.- 1, 2, es la cara a la que pertenece la muestra.

Ejemplos de nomenclatura:

- B1-2.- Sección B; 1.- parte superior; 2.- cara trasera del módulo
- A2-1.- Sección A; 2.- parte inferior; 1.- cara frontal del módulo

Por lo tanto se cogió fibra de 12 posiciones distintas del módulo, 6 de la parte frontal y 6 de la parte trasera.

Una vez clasificadas las distintas partes del módulo de membrana, se guardaron las diferentes membranas en bolsas negras de plástico a las que se añadió agua destilada para mantener húmedas las membranas y se almacenaron en un refrigerador a 4°C para evitar daños en las fibras y la contaminación por algas o por algún tipo de microorganismos.

A partir de las membranas de fibra hueca seleccionadas anteriormente, se procedió a la fabricación de pequeños módulos de membrana, cada módulo que se construyó tenía 10 membranas de fibra hueca con una longitud de 400mm. En la Figura 144 se muestra un esquema de la fabricación de los módulos nuevos, los cuales tienen un cabezal soporte donde se introducen 10 membranas de fibra hueca obtenidas de una de las posiciones antes indicadas del módulo de escala real.





Las membranas, una vez introducidas en el cabezal (Figura 145), eran selladas con silicona, ésta se adicionaba de forma continua asegurándose de que se llenaba todo el cabezal con silicona para que no tuviera fugas. Se dejaba secar la silicona durante 48 horas y, una vez seca, se cortaban las membranas con una longitud de 410 mm a partir del cabezal; en la parte inferior de cada módulo se colocó un tapón de 10mm hecho con

tubo de silicona al cual se le añadía pegamento de sellado rápido y dentro se introducían las membranas haciendo así el sellado final de las membranas como muestra la Figura 144. Quedaba así una longitud de 400 mm en cada módulo de membrana fabricado.



Figura 145. (a) Distribución de las fibras en el cabezal de la membrana para la fabricación de módulos. (b) Detalle de del cabezal soporte de las membranas de fibra hueca.

En la Figura 146 se muestra uno de los módulos fabricados por el método descrito anteriormente; en la Figura 146(b) se ve cómo queda el cabezal soporte de la membrana una vez que se añadió la silicona.



(a) (b) Figura 146. (a) Fotografía del módulo de membrana fabricado. (b) Fotografía de detalle del soporte superior del módulo de membrana.

En la Figura 147 se muestran 15 de los módulos fabricados a partir de las membranas de fibra hueca procedentes de distintas partes del módulo de membrana industrial descrito anteriormente.



Figura 147. Fotografía de 15 módulos fabricados a partir de las membranas de fibra hueca del módulo de escala real.

6.6.4.2. Medida de permeabilidad y de Integridad de las membranas.

Una vez visto cómo se fabricaban los módulos de membranas a partir del módulo de membranas original, en este apartado se va a explicar el montaje realizado para la medida de la permeabilidad y de la integridad de los distintos módulos fabricados.

Permeabilidad

Como se indicó en el planteamiento del problema del presente documento, la definición de permeabilidad (K) es: la cantidad de caudal que puede filtrar la membrana por superficie y por presión.

$$K = \frac{J}{\Delta P_{TM}} = \frac{Q}{S_{membrana} \Delta P_{TM}}$$

Se hizo un montaje experimental para poder medir la permeabilidad de cada uno de los módulos fabricados. Se utilizó agua destilada para hacer la medida de la permeabilidad.

El montaje (Figura 148) constaba de un depósito con dos compartimentos de agua; uno de ellos tenía la parte más alta a 2 m de altura del módulo de membrana; para asegurar que la altura de columna de agua fuera constante, se hacía una recirculación desde el compartimento más bajo (depósito externo) hacia el que estaba a 2 m de altura de la membrana (depósito interno); una vez que éste se llenaba caía por rebose al depósito bajo, alimentándose la membrana a partir del depósito alto que esta siempre a 2 m de altura debido al rebose, como muestra la Figura 148.



Figura 148. Esquema de la planta piloto utilizado para la medida de la permeabilidad.

La membrana es introducida en un recipiente (Figura 149) al que se conecta la conducción del depósito que se encuentra a 2 m; se llena de agua destilada y una vez lleno se cierra el depósito para que el agua sólo pueda pasar a través de la membrana para que sea recogida en el recipiente que está en la balanza (Figura 150).



Figura 149. Depósito que contiene las membranas de fibra hueca para la medida de la permeabilidad.

Con este sistema se asegura una presión constante en la alimentación del módulo de membrana. La masa de agua filtrada a través de la membrana fue medida mediante una balanza que registraba los datos directamente en el ordenador en función del tiempo:

$$\frac{Pi - Pf}{t}$$

Donde:

Pi.- peso inicial del recipiente que contiene el agua.

Pf.- Peso final del recipiente que contiene el agua + el agua.

t.- tiempo de operación del experimento.

Considerando que se utilizó agua destilada cuya densidad es 1 g/l, con la medida del peso en función del tiempo se obtiene directamente, el caudal filtrado de la membrana. Los experimentos se realizaron haciendo pasar agua a través de la membrana durante 10 minutos, para estabilizar el flujo que pasa; a partir de ahí se empezaba a medir el peso en función del tiempo, durante 20 minutos. Representando los datos obtenidos de la pendiente de los 20 minutos de medición se obtiene el caudal filtrado.

Sabiendo que la altura de la columna de agua es constante, siempre de 2 metros, se puede calcular la presión transmembrana considerando la presión ejercida sobre la membrana como:

$$P = P_{atm} + \rho_{agua} \cdot g \cdot h$$

P.- presión ejercida a la membrana

- P_{atm}.- Presión atmosférica
- ρ_{agua} .- densidad del agua.
- g.- Gravedad atmosférica media.
- h.- altura de la columna de agua.

Como la salida del agua se realiza a presión atmosférica, se puede calcular la presión transmembrana como:

$$\Delta P_{TM} = \rho_{agua} \cdot g \cdot h$$

Además, dado que los módulos tienen todos una superficie constante, ya que todos disponen de 10 membranas de 400 mm de longitud, se considera el diámetro interno de la membrana para realizar el cálculo de su superficie:

A.- superficie de la membrana.

- r.- radio de la membrana de fibra hueca.
- L.- longitud de la membrana.

Obteniendo para el radio interno de la membrana de 0.8 mm y una longitud de membrana de 400 mm una superficie de 0.002 m² por módulo de membrana construido.

Con todo lo anterior se puede obtener una medida directa de la permeabilidad de la membrana con el montaje descrito.



Figura 150. Fotografía del módulo de membrana durante el experimento de permeabilidad.

Integridad.

El ensayo de integridad realizado fue el PDT (presure decay test); éste consiste en introducir en el interior de la membrana una presión de aire, cerrar el conducto de salida para que el aire sólo pueda salir por la superficie de la membrana, y una vez hecho esto se mide cómo disminuye la presión en función del tiempo; cuanto más íntegra sea la membrana, es decir, cuanto menos dañada esté, menos presión perderá al realizarle el ensayo. Para realizar este test fueron construidos al igual que en el caso anterior nuevos módulos de membrana, iguales que los descritos en el aparado anterior. No pudieron ser los mismos que los que se utilizan en el ensayo de permeabilidad, ya que se sospecha que el ensayo de PDT es agresivo con la membrana, así que para evitar interferencias entre ensayos se construyeron módulos de membrana específicamente para realizar el PDT.



Figura 151. Esquema del montaje para la medida de la integridad, mediante el ensayo PDT.

La Figura 151 muestra el montaje realizado para la medida del ensayo de integridad, donde se introduce presión en el interior de la membrana, mediante aire comprimido (se dispone de una válvula antirretorno por la que el aire introducido no vuelva por el conducto); una vez introducido el aire a la presión que se desee en el interior de las membranas de fibra hueca, se cierran las distintas válvulas que hay en el montaje y se hace una lectura de cómo disminuye la presión en función del tiempo.

Se dispone de un medidor de presión conectado al circuito que se encuentra estanco, y que está conectado a las membranas; este medidor se conecta al transductor (Figura 152(a)) que transmite la señal al ordenador donde es recogida la presión en función del tiempo. Existe una válvula de purga de aire para que una vez terminado el experimento se presione para liberar la presión del sistema.



Figura 152. (a) Transmisor de presión, que es conectado directamente al ordenador pudiendo medir en continuo la presión en el interior de la membrana. (b) Vista de montaje para el ensayo de integridad.

Se utilizaron dos presiones iniciales distintas, 0.3 y 0.5 bar para ver cómo se comportaban las membranas en ambos casos y observar la integridad de éstas.

6.6.4.3. Procedimiento experimental.

Una vez descritos los ensayos realizados durante esta fase, se procede a explicar el procedimiento experimental que se siguió.

El primer bloque de experimentos realizados consistió en medir la permeabilidad de los módulos fabricados de distintas partes del módulo original, una vez realizado esto se procedió a la limpieza química de estos módulos según las especificaciones óptimas del fabricante y se volvió a medir la permeabilidad entre limpiezas químicas (Figura 153).



Figura 153. Procedimiento experimental seguido con los ensayos de permeabilidad.

El segundo bloque de experimentos se realizó con el mismo procedimiento anterior pero en este caso midiendo la integridad mediante el ensayo PDT entre las limpiezas químicas (Figura 154).



Figura 154. Procedimiento experimental seguido con lo ensayos de integridad.

La limpieza química, según muestran la Figura 153 y Figura 154, fue realizada en dos fases; la primera de las limpiezas químicas fue realizada con una disolución del 1% de NaOH y 0.1 de NaOCL, se introdujeron las membranas en la disolución durante 2 horas; para conseguir experimentos reproducibles se realizaron en un baño termostatizado a temperatura de 15 °C (Figura 155); esta primera limpieza sirve para eliminar el ensuciamiento en las membranas debido a sustancias de naturaleza orgánica. Tras esta primera limpieza se midió la permeabilidad y la integridad.

Una vez realizados los ensayos correspondientes a cada uno de los módulos de membrana se procedió a una segunda limpieza química con una disolución del 1% de ácido cítrico, se introdujeron las membranas en la disolución, al igual que en el caso anterior, durante 2 h en el baño a 15 °C. Después de esta segunda limpieza se volvieron a medir la permeabilidad y la integridad de los módulos de membrana fabricados.



Figura 155. Fotografía del baño termostatizado utilizado en los experimentos.

En la Figura 156 se muestra la diferencia existente entre las membranas antes y después de las limpiezas químicas, observándose una clara diferencia, viéndose a simple vista la efectividad del proceso de limpieza en las membranas.


Figura 156. Fotografía donde se observan las membrana de fibra hueca utilizadas en los experimentos; a la izquierda antes de las limpiezas químicas y a la derecha después de las limpiezas químicas.

6.6.4.4. Resultados experimentales

En este apartado se procede a la exposición de los resultados de permeabilidad e integridad obtenidos de los distintos módulos de membranas fabricados a partir de las membranas de fibra hueca del módulo original.

A continuación, en las siguientes tablas se muestran los valores de permeabilidad analizados con el método descrito; los resultados están organizados de tal forma, que la distribución realizada en las casillas corresponde a la distribución de la permeabilidad en el módulo según la Figura 143:

En la Tabla 18 se muestran los valores de permeabilidades iniciales de los módulos, es decir, la permeabilidad que tenían las distintas partes del módulo de membrana tras su uso en la planta de biorreactores de membrana.

Curt	* 1			Curt		
A	A1-1	B1-1	C1-1	A1-2	B1-2	C1-2
35	58.43	105.81	114.52	57.49	52.59	79.88
11	A2-1	B2-1	C2-1	A2-2	B2-2	C2-2
11	15.15	61.66	73.35	72.54	75.62	75.80

Tabla 18. Permeabilidad inicial (Ka, l/(m²h Bar)) de los módulos de membrana fabricados Cara 1 Cara 2

En la Tabla 19 se muestran los valores de permeabilidad de los módulos de membrana fabricados tras la limpieza química con una disolución del 1% de NaOH y 0.1% de NaOCl.

Tabla 19. Permeabilidad tras primera limpieza química con NaOH+NaOCl (Kb, l/(m²h Bar)) de los módulos de membrana fabricados. Cara 2

Cara 1

A1-1	B1-1	C1-1	A1-2	B1-2	C1-2
740.24	319.89	262.31	110.26	102.46	211.36
A2-1	B2-1	C2-1	A2-2	B2-2	C2-2
403.49	203.74	224.41	220.42	209.63	193.31

Y en la Tabla 20 los valores de permeabilidad que tenían los distintos módulos de membrana tras la limpieza química con ácido cítrico al 1%.

Tabla 20. Permeabilidad tras segunda limpieza química con ácido citrico (Kc, l/(m²h Bar)) de los módulos de membrana fabricados Cara 2 Cara 1

A1-1	B1-1	C1-1	A1-2	B1-2	C1-2
873.62	446.01	367.40	153.05	137.00	286.79
A2-1	B2-1	C2-1	A2-2	B2-2	C2-2
505.31	240.19	300.21	285.43	258.69	260.86

En la Tabla 21 se muestran los datos de permeabilidad de las tablas anteriores con la nomenclatura explicada en el apartado anterior, donde las siglas per se refieren al experimento de permeabilidad.

	Ka, LMH Bar ⁻¹	Kb, LMH Bar ⁻¹	Kc, LMH Bar ⁻¹
A1per1	358.43	740.24	873.62
A2per1	115.15	403.49	505.31
B1per1	105.81	319.89	446.01
B2per1	61.66	203.74	240.19
C1per1	114.52	262.31	367.40
C2per1	73.35	224.41	300.21
A1per2	57.49	110.26	153.05
A2per2	72.54	220.42	285.43
B1per2	52.59	102.46	137.00
B2per2	75.62	209.63	258.69
C1per2	79.88	211.36	286.79
C2per2	75.80	193.31	260.86
	4.4.0		

Tabla 21. Resumen de permeabilidad de los módulos de membrana. Ka.- permeabilidad inicial. Kb.- permeabilidad tras limpieza con 1% NaOH+0.1% NaOCL. Kb.- permeabilidad tras limpieza química 1% de ácido cítrico.

Ejemplo de nomenclatura según Figura 143:

A1per1.- A.-sección del módulo; 1.-parte superior; per.- experimento de permeabilidad; 1.- cara 1 del módulo de membranas.

A continuación se muestran los ensayos de integridad realizados a distintas partes del módulo. Estos ensayos se realizaron en función de la permeabilidad obtenida, ya que se aprecia que en la sección A1-1 del módulo de membrana la permeabilidad era mucho mayor que en el resto, por lo tanto en esta sección se hicieron varios ensayos de integridad a distintas presiones y se compararon con el resto.

La nomenclatura usada en los distintos ensayos es igual que la anterior sustituyendo las siglas per por PDT; la última letra corresponde al estado de la limpieza química en el que se encuentra:

Ejemplos de nomenclatura:

A1PDT1a. A.-sección del módulo; 1.-parte superior; PDT.- experimento de integridad; 1.- cara 1 del módulo de membranas; a.- medida de integridad realizada con la membrana sucia.

C2PDT2c.- C.-sección del módulo; 2.-parte inferior; PDT.- experimento de integridad; 2.- cara 2 del módulo de membranas; c.- medida de integridad realizada después de la limpieza química con ácido cítrico.

La Figura 157 muestra los ensayos de integridad realizados al módulo de membrana en la posición A1-1; se realizaron antes de la limpieza química (A1PDT1a), después de la limpieza química con NaOH y NaOCl (A1PDT1b) y tras la limpieza química con ácido cítrico (A1PDT1c). Este experimento se realizó con una presión inicial de 0.3 bares.



Figura 157. Ensayo de integridad (PDT) para el módulo de la sección A1-1 con presión inicial de 0.3 bar.

La Figura 158 muestra los ensayos de integridad realizados al módulo de membrana en la posición B1-1; se realizaron antes de la limpieza química (B1PDT1a), después de la limpieza química con NaOH y NaOCl (B1PDT1b), y el B1PDT1c tras la limpieza química con ácido cítrico. Estos experimento se realizaron con una presión inicial de 0.3 bares.



Figura 158. Ensayo de integridad (PDT) para el módulo de la sección B1-1 con presión inicial de 0.3 bar.

La Figura 159 muestra los ensayos de integridad realizados al módulo de membrana en la posición C1-1; se realizaron antes de la limpieza química (C1PDT1a), y después de la limpieza química con NaOH y NaOCl (C1PDT1b). Estos se realizaron con una presión inicial de 0.3 bares.



Figura 159. Ensayo de integridad (PDT) para el módulo de la sección C1-1 con presión inicial de 0.3 bar.

La Figura 160 muestra los ensayos de integridad realizados al módulo de membrana en la posición B2-1; se realizaron antes de la limpieza química (B2PDT1a) y después de la limpieza química con ácido cítrico (B2PDT1c). Estos experimentos se realizó con una presión inicial de 0.3 bares.



B2-1

Figura 160. Ensayo de integridad (PDT) para el módulo de la sección B2-1 con presión inicial de 0.3 bar.

La Figura 161 muestra el ensayo de integridad realizado al módulo de membrana en la posición B1-2; se realizó después de la limpieza química con ácido cítrico (B1PDT2C), con una presión inicial de 0.3 bares.



Figura 161. Ensayo de integridad (PDT) para el módulo de la sección B1-2 con presión inicial de 0.3 bar.

La Figura 162 muestra los ensayos de integridad realizados al módulo de membrana en la posición B2-2, se realizaron antes de la limpieza química (B2PDT2a) y después de la limpieza química con ácido cítrico (B2PDT2c), y con presión inicial de 0.3 bares.



Figura 162. Ensayo de integridad (PDT) para el módulo de la sección B1-2 con presión inicial de 0.3 bar.

A pesar de que la permeabilidad es distinta en el módulo A1-1, los ensayos de integridad a 0.5 bar de presión inicial no muestran diferencias entre las distintas secciones, por lo que se aumentó la presión inicial con la que se realizó el experimento de integridad para los módulos de membranas de la secciones A1-1 y B1-1 (Figura 163).

A1-1 B1-1 (0.5)



Figura 163. Ensayo de integridad (PDT) para el módulo de la sección A1-1, B1-1 con presión inicial de 0.5 bar.

Se observa en la Figura 163 cómo al aumentar la presión del experimento la caída de presión en el módulo de la sección A1-1 es mucho mayor que la caída de presión en el módulo de la sección B1-1, por lo que integridad de las membranas en la sección A1-1 es mucho menor que la que existe en la sección B1-1.

Además, para finalizar el estudio se hicieron unos análisis por SEM (Scanning electron Microscopy), para ver el grado de deterioro de las distintas partes del módulo de membrana.

En la Figura 164 se observan las muestras de membranas preparadas para el análisis de SEM, se hicieron análisis de las muestras de todas las membranas de la parte superior de ambas caras del módulo.



Figura 164. Fotografía de las muestras de membranas cogidas de distintas secciones del módulo de membranas para realizarse el SEM (Microscopía electrónica).

La Figura 165 muestra la fotografía de SEM de la parte A1-1 antes de las limpiezas químicas, es decir, de la membrana ensuciada, que era la que mayor permeabilidad tenía, y donde la permeabilidad tras las limpiezas químicas era incluso mayor que la permeabilidad virgen de la membrana. La Figura 165(a) está realizada con una resolución de 1 mm y ya se observa claramente que la membrana se encuentra deteriorada. La Figura 165(b) se realizó con una resolución de 10 µm donde se aprecia que la superficie de la membrana está erosionada, los puntos de luz blanca detectados en la fotografía son los agujeros que tiene esta sección de la membrana, éstos se pueden apreciar más claramente en la Figura 165(c) que está realizada a una resolución de 1 µm y puede observarse que los agujeros existentes tienen un tamaño aproximado a 1 µm.





Figura 165. Análisis de SEM de la sección A1-1 previo a las limpiezas químicas. (a) Análisis a resolución de 1mm; (b) análisis a resolución de 10µm; (c) análisis a resolución de 1 µm.

En la Figura 166 se muestra el análisis de SEM de la sección A1-1 al igual que en caso anterior, pero en esta ocasión tras sufrir las limpiezas químicas, primero con NaOH y NaOCl y después con ácido cítrico con las respectivas medidas de integridad. Se observa tanto en la Figura 166(a) como en la Figura 166(b) cómo la membrana se encuentra apreciablemente más deteriorada.



Figura 166. Análisis de SEM de la sección A1-1 posterior a las a las limpiezas químicas realizándose previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1mm; (b) análisis a resolución de 10µm.

En cambio, en la Figura 167 se muestra la sección A1-1 tras las limpiezas químicas, pero sin haber sufrido el ensayo de integridad. Se aprecia en la Figura 167(a) una superficie limpia de partículas y esto mismo se observa en la Figura 167(b) donde también se aprecia claramente cómo existen desgarros en la superficie de la membrana en la sección A1-1 y, al contrario que en la Figura 166, se aprecia que la membrana no está tan dañada aun siendo de la misma sección; esto puede ser debido a que el ensayo de integridad realizado puede dañar las membranas.



Figura 167. Análisis de SEM de la sección A1-1 posterior a las a las limpiezas químicas sin realizarse el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1mm; (b) análisis a resolución de 10µm.

En la Figura 168 se muestra el análisis de SEM de la membrana de la sección B1-1 antes de realizarse las limpiezas químicas; se aprecia en la Figura 168(a) un ligero deterioro de la membrana pero menor que el que se aprecia a simple vista en la sección A1-1. En la Figura 168(b) se observa claramente cómo una partícula ha quedado incrustada en la membrana y cómo ha ido haciendo una incisión en la membrana dañándola visiblemente.



Figura 168. Análisis de SEM de la sección B1-1 previo a las a las limpiezas químicas. (a) Análisis a resolución de 1mm; (b) análisis a resolución de 10µm.

Al igual que en el la sección anterior, se hizo un análisis de la sección B1-1 tras las limpiezas químicas para ver cómo había quedado la membrana. En la Figura 169 se muestra el análisis de SEM tras la limpieza química y tras los ensayos de integridad y se observa cómo la superficie de la membrana se encuentra agrietada.



Figura 169. Análisis de SEM de la sección B1-1 posterior a las a las limpiezas químicas, tras haberse realizado previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1mm; (b) análisis a resolución de 10µm.

En la Figura 170 se muestra también una fotografía de SEM de la sección B1-1 tras las limpiezas químicas, pero en esta ocasión no se realizó ensayo de integridad previamente; parece que ahora no se encuentra tan dañada la membrana, pero se siguen observando numerosas grietas en la superficie de la misma.



Figura 170. Análisis de SEM de la sección B1-1 posterior a las a las limpiezas químicas sin realizarse previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1mm; (b) análisis a resolución de 10µm.

La Figura 171 muestra el análisis de SEM de la sección C1-1 previo a las limpiezas químicas; se observa cómo en la superficie de la membrana se encuentra adherida numerosa materia, al parecer de origen orgánico. En la Figura 171(c) aparece un agregado probablemente de naturaleza orgánico.





Figura 171. Análisis de SEM de la sección C1-1 previo a las limpiezas químicas. (a) Análisis a resolución de 1mm; (b) análisis a resolución de 10µm; (c) análisis a resolución de 100 µm.

En la Figura 172 se presentan las fotografías de SEM tomadas a la sección A1-2 (en la cara dos del módulo); en esta sección la membrana parece menos deteriorada que la de la sección A1-1



Figura 172. Análisis de SEM de la sección A1-2 previo a las limpiezas químicas. (a) Análisis a resolución de 500 μ m ; (b) análisis a resolución de 10 μ m

Al igual que en los casos anteriores, se hizo el análisis de SEM a la sección A1-2 tras las limpiezas químicas. En la Figura 173 se muestra el resultado tras las limpiezas químicas y tras el ensayo de permeabilidad; se observa la membrana visiblemente deteriorada.



Figura 173. Análisis de SEM de la sección A1-2 posterior a las limpiezas químicas y tras el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 500 μ m; (b) análisis a resolución de 10 μ m.

Sin embargo, la Figura 174 muestra la membrana tras las limpiezas químicas, pero sin haberle realizado los ensayos de integridad; se observa que la membrana no se encuentra tan deteriorada como muestra la figura anterior, dando claros indicios al igual que en otras secciones de que el ensayo de integridad afecta a la membrana.



Figura 174. Análisis de SEM de la sección A1-2 posterior a las limpiezas químicas sin realizarse previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1 mm ; (b) análisis a resolución de 10µm.

 (a)
 (b)

La Figura 175 muestra la membrana de la sección B1-2, donde se aprecia que la superficie se encuentra con diversas sustancias depositados.

Figura 175. Análisis de SEM de la sección B1-2 previo a las limpiezas químicas. (a) Análisis a resolución de 500 μ m; (b) análisis a resolución de 10 μ m.

En la Figura 176 se muestra la sección B1-2 tras las limpiezas químicas y tras los ensayos de integridad; en este caso se observa que las limpiezas químicas no fueron muy efectivas ya que se aprecia un claro ensuciamiento en la superficie de la membrana.



Figura 176. Análisis de SEM de la sección B1-2 posterior a las limpiezas químicas realizándose previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 500 μ m ; (b) análisis a resolución de 10 μ m.

La Figura 177 muestra la sección B1-2 tras las limpiezas químicas y sin haber sufrido los análisis de integridad; se aprecia que la membrana no se encuentra deteriorada con respecto a la membrana antes de realizarse las limpiezas (Figura 175).



Figura 177. Análisis de SEM de la sección B1-2 posterior a las limpiezas químicas sin realizarse previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1 mm ; (b) análisis a resolución de 10µm.

En la Figura 178 se muestra la membrana de la sección C1-2 del módulo; esta sección parece que está también visiblemente deteriorada ya que se observa que existe un agujero de aproximadamente 5 μ m, en la parte de la membrana fotografiada. También se observa la existencia de sustancias que parecen pequeños cristales en la superficie de la membrana.



Figura 178. Análisis de SEM de la sección C1-2 previo a las limpiezas químicas. (a) Análisis a resolución de 500 μ m; (b) análisis a resolución de 10 μ m.

La Figura 179 muestra la membrana de la sección C1-2; se observa, al igual que en los casos anteriores, que la membrana se encuentra más deteriorada que respecto a la misma figura sin realizarse los ensayos de integridad.



Figura 179. Análisis de SEM de la sección C1-2 posterior a las limpiezas químicas y habiéndose realizado previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 500 μ m ; (b) análisis a resolución de 10 μ m.

En la Figura 180 se muestra la sección C1-2 tras las limpiezas químicas pero sin realizarse ensayos de integridad previos; se observa que las membranas no han sufrido daños por el tratamiento químico, pero que éste no ha sido totalmente efectivo ya que existen partículas adheridas a la superficie de la membrana.



Figura 180. Análisis de SEM de la sección C1-2 posterior a las limpiezas químicas sin realizarse previamente el ensayo de integridad. (a) Análisis a resolución de 1 mm ; (b) análisis a resolución de 10µm.

También se hicieron análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales de componentes en la superficie de la membrana para ver cuáles eran los que podían provocar el ensuciamiento de las membranas y qué sustancias habían ensuciado o dañado la membrana.

En la Figura 181 se muestra el análisis de compuestos químicos elementales realizado en la sección A1-1 que, como se vio en el análisis de SEM y en los de permeabilidad e integridad, era la parte del módulo de membrana que se encontraba más dañada; se realizó el análisis del material que se observó que había causado el daño de esta parte de el módulo. Como muestra la tabla de la Figura 181, el material analizado en la superficie casi con toda probabilidad es arena ya que el compuesto mayoritario de las arenas es el SiO₂ y como muestra la figura existe tanto Si como O₂ en la composición del material. Se observa en la fotografía de la figura cómo la arena quedó incrustada en la superficie de la membrana y al moverse con el tiempo la rasga. El oro y el paladio detectados en el análisis no hay que tenerlos en cuenta ya que la muestra es recubierta con una fina capa de una mezcla Au/Pd para realizar los ensayos de SEM y de EDX.

ElementoPeso%Atomico%C K24.4542.87O K28.0736.95Na K1.411.29Al K6.875.36Si K7.555.66S K4.322.84Ca K4.102.15Pd L4.250.84Au M18.972.03Total100.00	Spectrum 30µm	1		Ca Al Au O C V Na Ca Pd Pd Pd Pd Ca Pd Pd Fd Scale 1459 cts Cursor: 4.	Au 6 8 809 keV (45 cts)	Au Au 10 12	Spectrum 1 Au 14 keV
C K 24.45 42.87 O K 28.07 36.95 Na K 1.41 1.29 Al K 6.87 5.36 Si K 7.55 5.66 S K 4.32 2.84 Ca K 4.10 2.15 Pd L 4.25 0.84 Au M 18.97 2.03		Elemento	Peso%	Atomico%			
O K 28.07 36.95 Na K 1.41 1.29 Al K 6.87 5.36 Si K 7.55 5.66 S K 4.32 2.84 Ca K 4.10 2.15 Pd L 4.25 0.84 Au M 18.97 2.03		СК	24 45	42.87			
Na K 1.41 1.29 Al K 6.87 5.36 Si K 7.55 5.66 S K 4.32 2.84 Ca K 4.10 2.15 Pd L 4.25 0.84 Au M 18.97 2.03 Total 100.00		0 K	28.07	36.95			
Al K 6.87 5.36 Si K 7.55 5.66 S K 4.32 2.84 Ca K 4.10 2.15 Pd L 4.25 0.84 Au M 18.97 2.03 Total 100.00		Na K	1.41	1.29			
Si K 7.55 5.66 S K 4.32 2.84 Ca K 4.10 2.15 Pd L 4.25 0.84 Au M 18.97 2.03 Total 100.00		Al K	6.87	5.36			
S K 4.32 2.84 Ca K 4.10 2.15 Pd L 4.25 0.84 Au M 18.97 2.03 Total 100.00		Si K	7.55	5.66			
Ca K 4.10 2.15 Pd L 4.25 0.84 Au M 18.97 2.03 Total 100.00		SK	4.32	2.84			
Pd L 4.25 0.84 Au M 18.97 2.03 Total 100.00		Ca K	4.10	2.15			
Au M 18.97 2.03 Total 100.00		Pd L	4.25	0.84			
Total 100.00		Au M	18.97	2.03			
		Total	100.00				



En la Figura 182 se muestra el ensayo SEM/EDX de la superficie de la membrana en la sección A1-2. Como muestra la figura, se hizo un análisis de un área de la membrana antes de la limpieza química para ver cuál era la composición de las sustancias que ensuciaban la membrana.

Como muestra la tabla de la Figura 182 los componentes mayoritarios encontrados en la superficie de la membrana eran carbono y oxígeno, dando una idea de que la contaminación que había originado la disminución de permeabilidad en la membrana era debida a contaminación de origen orgánico.



Figura 182. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la sección A1-2 antes de las limpiezas químicas.

La Figura 183 muestra el análisis de SEM/EDX de la membrana de la sección B1-1; al igual que en la sección A1-1, se observa que existen partículas que habían dañado la membrana al quedar incrustadas en la misma, pero en este caso se realizó el análisis en toda la superficie de la fotografía en vez de puntualmente en la partícula, que tiene el mismo aspecto que la que se aprecia en la Figura 181 y, por lo tanto, es con casi toda seguridad arena. En el análisis de compuestos elementales aparece una pequeña cantidad de sílice perteneciente a la arena, ésta es pequeña debido a que el análisis se realizó a toda la superficie de la fotografía y la concentración de sílice queda diluida. Al igual que en la figura anterior, se aprecia en la tabla de la figura que la contaminación es fundamentalmente de origen orgánico; se aprecia como ha dicho anteriormente una pequeña cantidad de sílice debido a la arena incrustada que se observa en la fotografía.



Figura 183. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la sección B1-1 antes de las limpiezas químicas.

Para comprobar que la partícula presente en la sección B1-1 era arena se hizo un análisis de SEM/EDX analizando la partícula; en la Figura 184 se ve cómo la alta cantidad de sílice presente en la muestra ratifica, como se ha comentado anteriormente, que la arena fue la causante del deterioro de las membranas, por quedar incrustada en las mismas y posteriormente realizar un surco probablemente debido al mismo funcionamiento del módulo de membranas; al ir aplicando la presión transmembrana para realizar el filtrado, la partícula incrustada se va desplazando y daña más la membrana.



Figura 184. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la partícula presente en la sección B1-1 anterior a las limpiezas químicas.

En la Figura 185 se muestra el resultado del análisis SEM/EDX de las pequeñas partículas adheridas a la membrana que se vieron en el análisis de SEM de la sección del módulo de membrana C1-2; se observa en la tabla de la figura que los compuestos mayoritarios son el Cl y el Na, por lo tanto se trata de cristales de cloruro sódico que han quedado adheridos a la superficie de la membrana; pero parece que no están dañándola.



Figura 185. Análisis SEM/EDX de los compuestos químicos elementales mediante Rayos-X de la sección C1-2 antes de las limpiezas químicas.

6.7. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS.

6.7.1. Relación experimental entre los MLSS y el caudal de aire necesario para mantener las condiciones óxicas adecuadas en el proceso de biorreactores de membrana.

En este apartado inicial se expondrá y se analizará el parámetro de "oxígeno disuelto" en el reactor biológico, así como el caudal necesario para mantenerlo. Estos parámetros se han representado fuera de la presentación de resultados debido a que para entender cómo ha evolucionado el oxígeno disuelto durante la investigación hay que relacionarlo directamente con otro de los parámetros analizados como es la concentración de MLSS.

La cantidad de oxígeno aportado al reactor biológico a lo largo de la investigación ha estado marcada por el oxígeno utilizado en crear una corriente de aire tangencial a la superficie de la membrana, que es necesario en la tecnología de biorreactores de membrana para evitar una rápido ensuciamiento de la membrana; es decir, el objetivo principal de este aire no es el de aportar oxigeno al biorreactor, es el de usar la burbuja para arrastrar en su ascenso partículas, aunque indirectamente difunde oxigeno en el biorreactor.

A lo largo de la investigación siempre se ha pretendido trabajar con concentraciones de oxígeno disuelto superiores a 1 mg/l; cuando el caudal de aire aportado a las membranas no era suficiente para mantener las condiciones óxicas en el biorreactor, se procedía a suplementarlo mediante un sistema de difusión de membrana de goma de silicona perforada, que produce una burbuja fina y que se conecta a un compresor, controlado manualmente.

En la Figura 186 se muestra el oxígeno disuelto en el biorreactor, el caudal de aire empleado y los MLSS del biorreactor de membrana durante la fase I; en la Figura 186(a) se muestra el experimento 1 de esta fase donde se observa cómo hasta el día 69 sólo se trabajó con el aire aportado para la limpieza de las membranas, se hizo con un solo módulo cuyo caudal es de $3.4 \text{ m}^3/\text{h}$; visto que en la mayoría de los días, al

incrementarse los MLSS, el oxígeno disuelto en el biorreactor fue inferior a 1 mg/l, se procedió a suplementar con aire del difusor comentado anteriormente, y se comprobó cómo la necesidad de aire fue incrementándose a medida que aumentaba la concentración de los MLSS. En el experimento 2 de la primera fase (Figura 186(b)), el incremento de MLSS fue realizado en menor tiempo, por lo que se procedió a suplementar el aire de las membranas con el compresor a partir del cuarto día de operación, aumentando el caudal de aire debido a que el oxígeno disuelto disminuía en función del incremento de la concentración de MLSS.



Figura 186. (a) Oxígeno disuelto en el BRM, caudal de aire utilizado en el BRM y MLSS del experimento 1 de la fase I. (b) Oxígeno disuelto en el BRM, caudal de aire utilizado en el BRM y MLSS del experimento 2 de la fase I.

En la Figura 187 se muestra, al igual que la anterior, la evolución del oxígeno disuelto, del aire suministrado a la instalación y de los MLSS a la largo de la fase II de la investigación. La Figura 187(a) es la correspondiente al experimento 1; en este experimento, a partir del día 17, se procedió a trabajar con un nuevo módulo de membrana, como se comentó ya anteriormente en la presentación de resultados, por lo tanto, al duplicar la superficie de membrana en el interior del reactor biológico fue necessario duplicar el aire suministrado a la membrana para crear una corriente de aire tangencial a la misma. A partir de este instante el caudal de aire empleado de $6.8 \text{ m}^3/\text{h}$, pero este aire de nuevo fue insuficiente al incrementarse la concentración de los MLSS por encima de 7 g/l, por lo tanto hubo que suplementar el aire con un compresor externo a medida que aumentaban los MLSS.



Figura 187. (a) Oxígeno disuelto en el BRM, caudal de aire utilizado en el BRM y MLSS del experimento 1 de la fase II. (b) Oxígeno disuelto en el BRM, caudal de aire utilizado en el BRM y MLSS del experimento 2 de la fase II. (c) Oxígeno disuelto en el BRM, caudal de aire utilizado en el BRM y MLSS del experimento 3 de la fase II.

La Figura 187(b) muestra la evolución del oxígeno disuelto, del caudal de aire y de los MLSS en el experimento 2 de la fase II; en este experimento ya se estaba trabajando con los 2 módulos de membrana, y el aire aportado por éstos fue suficiente para mantener las condiciones óxicas del proceso hasta el día 9 en que la concentración de MLSS era de 8700 mg/l, a partir de ese momento se suplementó el aire para mantener la concentración de oxígeno disuelto en el reactor por encima de 1 mg/l, como se aprecia en la figura. En la Figura 187(c) se muestra la evolución del oxígeno disuelto, del caudal de aire y de los MLSS en el experimento 3 de la fase II; en este experimento se pretendió trabajar con más alta concentración en oxígeno disuelto, por lo que el aire suministrado a la membrana fue suplementado en exceso desde el principio con el

compresor, utilizando un caudal de 9.78 m3/h a lo largo de todo el experimento, como se observa en la figura la concentración de oxígeno disuelto en el reactor biológico casi siempre entorno a 4 mg/l, es decir, se estuvo trabajando con un gran exceso de aire en este experimento de la segunda fase.

En la Figura 188 se muestra la evolución del oxígeno disuelto, del aire suministrado a la instalación y de los MLSS a la largo de la fase III de la investigación. La Figura 188(a) muestra los parámetros medidos en el experimento 1 y se observa que en las concentraciones trabajadas en el experimento, una vez estabilizada la concentración de MLSS en 7023 \pm 774 mg/l, el caudal de aire suministrado a las membranas de 6.8 m³/h fue suficiente para mantener las condiciones óxicas de una forma aproximadamente constante en torno a 2 mg/l de oxígeno disuelto en el reactor biológico.



Figura 188. (a) Oxígeno disuelto en el BRM, caudal de aire utilizado en el BRM y MLSS del experimento 1 de la fase III. (b) Oxígeno disuelto en el BRM, caudal de aire utilizado en el BRM y MLSS del experimento 2 de la fase III.

En la Figura 188(b) se muestra el experimento 2 de esta tercera fase, se observa cómo hasta que la concentración de MLSS no superó los 8 g/l no empezó a disminuir el oxígeno disuelto, y entonces hubo que suplementar el aire que se proporcionaba a las membranas con el compresor, manteniéndose constante el caudal de aire en 163 m³/h para una concentración media de MLSS de 10371 \pm 973 mg/l.

Una vez expuesto cómo se consume el aire a lo largo de la investigación, se observa en los distintos experimentos que, para mantener las condiciones óxicas del proceso por encima de 1 mg/l de oxígeno disuelto cuando hay un aumento en la concentración de MLSS, es necesario aumentar el caudal de aire a suministrar. Considerando toda la investigación, se va a realizar un ajuste lineal de las necesidades de caudal de aire para mantener las condiciones aeróbicas en el reactor biológico en función de los MLSS. Este ajuste se ha realizado teniendo en cuenta los datos experimentales expuestos anteriormente considerando la aproximación de que los tiempos de retención hidráulicos y las temperaturas en la que se han realizado los distintos experimentos no han influido en la difusión del oxígeno en el reactor biológico; y aunque eso no es totalmente cierto, la concentración de MLSS el factor que más afecta a la eficiencia de difusión de aire en el tratamiento con aguas residuales debido al aumento de la viscosidad del medio (Gunder, 2001; Krampe and Krauth, 2003).

Realizando la anterior aproximación y considerando una relación lineal entre la concentración de MLSS y el caudal de aire empleado en proceso, se obtiene la relación experimental de consumo de aire para mantener la concentración de MLSS por encima de 1 mg/ que se muestra en la Figura 189.



Figura 189. Curva ajustada con los datos experimentales de las 3 fases de las necesidades de caudal de aire en función de los MLSS para mantener oxígeno disuelto en el biorreactor por encima de 1 mg/l.

Quedando por lo tanto una relación aproximada de consumo de aire en función de los MLSS de la siguiente forma:

$Q_{aire} = 0.5765 \cdot MLSS + 4.116$

Nota: relación experimental ajustada para concentraciones de MLSS entre 2 g/l y 16 g/l **Donde**:

Qaire.- Caudal de aire en m^3/h .

MLSS.- concentración de sólidos en suspensión en el licor mezcla en g/l.

Hay que tener en cuenta que esta relación encontrada del caudal necesario de aire para mantener las condiciones aeróbicas del proceso no es óptima dado que el aire que se le ha suministrado al reactor biológico en su mayor parte es de burbuja gruesa, y éste tiene una menor eficacia de difusión que el de burbuja fina; además, la altura del licor mezcla en el reactor biológico es de 82 cm, por lo tanto la eficacia en la transmisión del aire es muy baja.

Para lo que sirve la relación obtenida es para analizar de una forma cualitativa que un aumento excesivo en la concentración de MLSS implicaría un aumento del aire que aportar al proceso y, por lo tanto, un aumento de los costes del mismo. Como se ha comentado anteriormente, existen numerosas investigaciones que ratifican la relación propuesta de la necesidad de un mayor consumo de aire al aumentar la concentración de MLSS; por lo tanto, se debe operar en los sistemas de biorreactores de membrana con la concentración de MLSS mínima posible para evitar encarecer los costes de explotación.

6.7.2. Efecto de los tiempos de retención hidráulicos, de la temperatura y de la concentración de MLSS en la calidad del efluente en el biorreactor de membrana.

En el siguiente apartado se hará un análisis de las tres primeras fases de la investigación de fondo utilizando procedimientos estadísticos mediante el programa SPSS y se aplicaran distintos criterios para analizar los datos de la investigación, para ver cómo han influido distintas variables a la calidad del efluente en el sistema de biorreactores de membrana.

En primer lugar, se obtiene una concentración media de MLSS con las que se trabajó en las distintas fases de la investigación; se han considerado los datos de los experimentos en los que se estabilizó la planta para calcular las distintas medias.

La Tabla 22 muestra las concentraciones medias de los MLSS y de las temperaturas en las que se trabajó en las distintas fases con sus correspondientes desviaciones típicas

mvestigueion	•					
	Experimento	TRH	Ν	MLSS ± desv. Tip., mg/l	Ν	T ^a ± desv. Tip., ⁰C
	1	11.71	14	3070 ± 442	14	14.8 ± 2.3
	1	11.71	30	4315 ± 653	30	22.5 ± 2.0
FASE I	1	11.71	9	5048 ± 339	9	23.9 ± 1.1
	1	11.71	10	6204 ± 424	13	23.2 ± 1.7
	2	11.71	26	$6970 ~\pm~ 702$	26	16.4 ± 2.8
	1	8.05	15	7448 ± 956	16	10.9 ± 2.9
	1	8.05	19	14292 ± 1137	19	9.2 ± 1.6
FASE II	2	8.05	32	12264 ± 1404	31	18.9 ± 2.6
	3	8.05	24	9858 ± 725	24	8.3 ± 2.5
FASE III	1	15.27	25	7023 ± 774	29	23.4 ± 1.5
	2	15.27	17	10371 ± 973	20	16.4 ± 1.7
	-					

Tabla 22. Concentraciones medias de los MLSS, y de las temperaturas en las tres fases de la investigación.

N.- Número de muestras consideradas para el cálculo de la media y de la desviación típica

Como se observa en la Tabla 22, se trabajó con distintos tiempos de retención hidráulicos a distintas concentraciones de MLSS, y dependiendo de la época del año en la que realizara el experimento la temperatura oscila considerablemente, pasando de los 8 °C hasta los casi 24°C en el interior del reactor biológico.

A continuación se analiza cómo se vieron afectados los parámetros de salida del biorreactor de membrana con las concentraciones de MLSS estudiadas, por las temperaturas y por los tiempos de retención hidráulicos con los que se trabajó. Para realizar este estudio sólo se han tenido en cuenta los datos de los últimos siete días de cada uno de los intervalos de MLSS estudiados ya que se ha considerado que en los últimos días de cada intervalo estudiado es cuando la planta se encuentra en el estado estacionario, sus condiciones son reproducibles y en ellas, una vez realizada la puesta en marcha de un biorreactor de membrana, los parámetros de salida serán aproximadamente uniformes. De todas formas, cabe remarcar la gran capacidad de eliminación de materia orgánica que tiene el proceso de biorreactores de membrana, observada desde el principio de los distintos experimentos, debido a que se trata de un proceso de filtrado, que hace que elimine directamente la materia orgánica en suspensión en el agua de salida.

La Tabla 23 muestra los valores de DBO₅ y de DQO de cada uno de los intervalos de MLSS estudiados en las distintas fases de la investigación; para hacer la media de los valores, como se ha dicho anteriormente, se tuvieron en cuenta los datos de los últimos 7 días de cada escalón de MLSS considerado, calculándose el rendimiento de eliminación de ambos parámetros en estos días.

Tabla 23. Valores medios de DBO₅ y de DQO a la entrada y salida del BRM y sus rendimientos de eliminación correspondientes en la última semana de casa intervalo de concentración de MLSS estudiado.

	Cotuui	auoi					
	MLSS,			%eliminación			%eliminacion
TRH, h	mg/l	DBO5e, mg/l	DBO5s, mg/l	DBO_5	DQOe, mg/l	DQOs, mg/l	DQO
	3070	370.0 ± 54.8	23.0 ± 12	93.7 ± 3.7	453.0 ± 68.5	54.6 ± 29.6	87.2 ± 8.0
	4315	290.0 ± 53.4	8.6 ± 5.3	97.1 ± 1.5	467.4 ± 88.5	38.0 ± 26.3	92.1 ± 5.8
11.71	5048	313.3 ± 53.5	6.5 ± 2.6	$97.9 \hspace{0.2cm} \pm \hspace{0.2cm} 0.8$	397.8 ± 47	$22.3 \hspace{0.2cm} \pm \hspace{0.2cm} 8.99$	94.3 ± 2.4
	6204	318.0 ± 58.5	9.4 ± 3.2	$97.1 \hspace{0.2cm} \pm \hspace{0.2cm} 0.8$	$430.1 \hspace{0.2cm} \pm \hspace{0.2cm} 110$	36.2 ± 34.8	92.4 ± 5.5
	6970	$413.3 \ \pm \ 48.9$	8.7 ± 5.8	97.9 ± 1.4	$341.8 \hspace{0.2cm} \pm \hspace{0.2cm} 177$	38.8 ± 44.5	90.6 ± 7.3
	7448	336.7 ± 23.1	25.0 ± 22	92.7 ± 6.1	443.9 ± 33.9	52.1 ± 17.8	88.4 ± 3.6
8.05	14292	393.3 ± 114	7.8 ± 4.9	98.1 ± 1.0	635.4 ± 76.8	42.1 ± 21.3	93.3 ± 3.2
8.05	12264	395.5 ± 98.8	27.7 ± 15	92.0 ± 6.0	516.8 ± 13.4	82.9 ± 15.4	83.9 ± 3.2
	9858	$426.5 ~\pm~ 104$	20.3 ± 3.3	95.2 ± 0.4	541.1 ± 95.8	41.0 ± 12.7	92.3 ± 2.3
15.27	7023	251.2 ± 76	5.2 ± 1.8	97.6 ± 1.3	344.1 ± 83.7	29.5 ± 13.8	91.0 ± 4.3
13.27	10371	413.3 ± 65.9	4.2 ± 2.9	99.0 ± 0.7	482.3 ± 83.8	31.2 ± 10.5	93.0 ± 3.7

En la Figura 190 se representan los rendimientos de eliminación frente a las concentraciones medias de MLSS estudiadas y sus temperaturas correspondientes para observar mejor la relación existente entre la concentración de MLSS y su temperatura con el rendimiento de eliminación de DBO₅.



Figura 190. Rendimiento de eliminación de DBO5. (a) Rendimiento de eliminación de DBO₅ a TRH=8.05 h; (b) Rendimiento de eliminación de DBO₅ a TRH=11.71 h; (c) Rendimiento de eliminación de DBO₅ a TRH=15. h.

Como se aprecia en la Figura 190(a), para tiempos de retención hidráulicos de 8.05 h no se aprecia que exista una mejora significativa en los rendimientos de eliminación de DBO₅ al ir aumentando la concentración de MLSS; tampoco queda clara la influencia de la temperatura en esa fase de la investigación. Lo que sí se observa, tanto en la Figura 190(a) como en la Tabla 23, es que en la fase I de la investigación hubo una gran variación en los datos de salida de DBO₅, esto queda claro al ver las desviaciones típicas de la DBO₅; los valores se sitúan muchas veces por encima de lo que marca la legislación.

En la Figura 190(b) se representan los rendimientos de eliminación de DBO₅ para de los tiempos de retención hidráulicos de 11.71 h en las distintas concentraciones de MLSS estudiadas; se observa que para este tiempo de retención se consigue un aumento de rendimiento con valores de MLSS por encima de 4315 mg/l, pero permanece prácticamente estable el rendimiento para concentraciones de MLSS superiores, además tampoco se observa una relación directa en la eliminación de DBO₅ con la temperatura. En la Figura 190(c) se representan los rendimientos de eliminación de DBO₅ para distintas concentraciones de MLSS en el tiempo de retención hidráulico de 15.27 h; se observa un ligero aumento en el rendimiento de eliminación de DBO₅ al aumentar la concentración de MLSS 7023 mg/l a 10371 mg/l.

Además de la DBO₅, otro parámetro que indica la capacidad de eliminación de materia orgánica del sistema es la DQO. Al igual que en el caso, anterior en la Figura 191 se representan los valores del rendimiento de eliminación de la DQO del biorreactor de membrana. En la Figura 191(a) se muestran los rendimientos de eliminación del sistema para tiempos de retención hidráulicos de 8.05 h, y no se ve una tendencia clara en el rendimiento de eliminación al ir aumentando la concentración de MLSS, ni se puede observar una tendencia clara del efecto de la temperatura. En la Figura 191(b) se muestra los rendimientos de eliminación de T1.71 h; se obtienen rendimientos ligeramente superiores al aumentar la concentración de MLSS por encima de 4315 mg/l. En la Figura 191(c) se muestran los rendimientos de eliminación de DQO para el tiempo de retención hidráulico de 15.27 h;



se observan rendimientos superiores a los dos casos anteriores, pues aumenta el rendimiento ligeramente al aumentar la concentración de MLSS.

Figura 191. Rendimiento de eliminación de DQO. (a) Rendimiento de eliminación de DQO a TRH=8.05 h; (b) Rendimiento de eliminación de DQO a TRH=11.71 h; (c) Rendimiento de eliminación de DQO a TRH=15 h.

A continuación se procederá a realizar un análisis estadístico de los rendimientos de eliminación; se utilizará para ello el procedimiento ANOVA de un factor para ver si existen diferencias significativas entre en los rendimientos de eliminación de DBO₅ y de DQO, tanto para los distintos tiempos de retención hidráulicos, como para las diferentes temperaturas estudiadas y los distintos MLSS ensayados.

El procedimiento de comparaciones múltiples de ANOVA de un factor genera un análisis de varianza de un factor para una variable dependiente cuantitativa respecto a una única variable de factor (la variable independiente). El análisis de varianza se utiliza para contrastar la hipótesis de que varias medias son iguales. Esta técnica es una extensión de la prueba *t* para dos muestras. Además de determinar que existen diferencias entre las medias, es posible observar qué medias difieren. En concreto, se realizará el análisis de Scheffé que realiza comparaciones múltiples conjuntas por parejas para todas las parejas de combinaciones de las medias posibles, utilizando la distribución muestral F.

La Tabla 24 muestra la ANOVA para el análisis de los distintos tiempos de retención hidráulicos estudiados a lo largo de la investigación, este análisis se ha realizado para un intervalo de confianza del 95%.

Variable dependiente	(I) TRH	(J) TRH	Diferencia de medias (I-J)	Error típico	Sig.	Intervalo de conf	ianza al 95%
						Límite inferior	Límite superior
%eliminación DBO5	8.05	11.71	-2.03806	.99570	.133	-4.5445	.4683
		15.27	-3.66418	1.22098	.016	-6.7377	5907
	11.71	8.05	2.03806	.99570	.133	4683	4.5445
		15.27	-1.62611	1.11734	.354	-4.4387	1.1865
	15.27	8.05	3.66418	1.22098	.016	.5907	6.7377
		11.71	1.62611	1.11734	.354	-1.1865	4.4387
%eliminación DQO	8.05	11.71	-2.12565	1.49205	.369	-5.8777	1.6264
		15.27	-2.48470	1.82089	.400	-7.0637	2.0943
	11.71	8.05	2.12565	1.49205	.369	-1.6264	5.8777
		15.27	35905	1.80783	.980	-4.9052	4.1871
	15.27	8.05	2.48470	1.82089	.400	-2.0943	7.0637
		11.71	.35905	1.80783	.980	-4.1871	4.9052

Tabla 24. Comparaciones múltiples mediante procedimiento ANOVA utilizando análisis de Scheffé de los tiempos de retención de las tres fases de la investigación

En la Tabla 25 se muestran las comparaciones de los rendimientos para los distintos tiempos de retención hidráulicos para la DBO₅ y para la DQO; se observa cómo para la DBO existen diferencias estadísticamente significativas para los tiempos de retención de 8.05 y 15.27, pero no existen diferencias estadísticamente significativas entre las dos anteriores y el tiempo de retención de 11.71. En cambio, para la DQO no existieron diferencias estadísticamente significativas entre ninguno de los tres tiempos de retención hidráulicos considerados.

Tabla 25. Tabla de comparaciones múltiples mediante análisis Sheffé para el rendimiento de eliminación de DBO₅ y de DQO en función de los tiempos de retención hidráulicos.

	Ren	dimiento de elir	minación DBO5	Rendimiento de eliminación de DQO				
			Subconjunto para alfa = .05					Subconjunto para alfa = .05
TRH		N	1	2	TRH		Ν	1
	8.05	17	94.6501			8.05	23	89.5143
	11.71	28	96.6882	96.6882		11.71	24	91.6399
	15.27	12		98.3143		15.27	12	91.999
Sig.			0.198	0.352	Sig.			0.356

La Tabla 26 muestra las comparaciones múltiples de las medias de los rendimientos de eliminación para las distintas temperaturas realizadas durante las tres fases de la investigación y se observa que no existen diferencias estadísticamente significativas en ninguna de las temperaturas estudiadas, tanto para la DBO como para la DQO.
Rendimie	on de DQO				
		Subconjunto para alfa = .05			Subconjunto para alfa = .05
T ^a media	Ν	1	T ^a media	Ν	1
18.86	6	92.0231	18.86	6	83.9107
10.93	3	92.6851	14.75	3	87.187
14.75	6	93.6551	10.93	5	88.3664
8.25	2	95.1904	16.38	6	90.596
23.15	5	97.0543	23.43	6	90.9505
22.47	5	97.0591	22.47	5	92.1241
23.43	6	97.6389	8.25	6	92.3031
16.38	6	97.8846	23.15	5	92.4351
23.88	6	97.9108	16.43	6	93.0474
9.16	6	98.0796	9.16	6	93.2856
16.43	6	98.9898	23.88	5	94.285
Sig.		0.206	Sig.		0.254

Tabla 26. Tabla de comparaciones múltiples mediante análisis Sheffé para el rendimiento de eliminación de DBO₅ y de DQO en función de las temperaturas.

La Tabla 27 muestra las comparaciones múltiples de las medias de los rendimientos de eliminación para las distintas concentraciones de MLSS realizadas durante las tres fases de la investigación; se observa que no existen diferencias estadísticamente significativas en ninguna de las concentraciones de MLSS estudiadas, tanto para la DBO como para la DQO.

Tabla 27. Tabla de comparaciones múltiples mediante análisis Sheffé para el rendimiento de eliminación de DBO₅ y de DQO en función de las concentraciones de MLSS.

Rendimie	nto de eliminac	ión DBO5	Rendimiento de eliminación de DQO				
		Subconjunto para alfa = .05			Subconjunto para alfa = .05		
gruposMLSS	N	1	gruposMLSS	N	1		
12261.94	6	92.0231	12261.94	6	83.9107		
7448	3	92.6851	3069	3	87.187		
3069	6	93.6551	7448	5	88.3664		
9858	2	95.1904	6970	6	90.596		
6204	5	97.0543	7023	6	90.9505		
4314	5	97.0591	4314	5	92.1241		
7023	6	97.6389	9858	6	92.3031		
6970	6	97.8846	6204	5	92.4351		
5048	6	97.9108	10370	6	93.0474		
14292	6	98.0796	14292	6	93.2856		
10370	6	98.9898	5048	5	94.285		
Sig.		0.206	Sig.		0.254		

Tras realizar el tratamiento estadístico de los datos, queda claro que el tiempo de retención hidráulico es la variable que más afecta al rendimiento de eliminación de la DBO₅, ya que se han encontrado diferencias estadísticamente significativas entre los tiempos de retención estudiados. La Figura 192 muestra la relación existente entre el tiempo de retención hidráulico y el rendimiento de eliminación de DBO estudiado a lo largo de toda la investigación, con su respectiva temperatura media obtenida de todos los experimentos de cada fase.



Figura 192. Relación de tiempos de retención hidráulica y el rendimiento de eliminación de la DBO5, de las tres fases de la investigación.

Quedando la expresión de la influencia de los tiempos de retención hidráulicos frente al rendimiento de eliminación de DBO₅ de la siguiente forma:

$$\eta_{DBO5_{E \text{ lim}}} = 0.5077 \cdot TRH + 90.622$$

Donde:

 $\eta_{DBO5_{Flim}}$.-Rendimiento de eliminación de DBO₅ en %.

TRH.- Tiempo de retención hidráulico en horas.

En la Figura 193 muestra la misma relación anterior pero en este caso para la DQO. Al igual que en el caso anterior, se muestra que existe una mejora del rendimiento de eliminación conforme se aumentan los tiempos de retención.



Figura 193. Relación de tiempos de retención hidráulica y el rendimiento de eliminación de la DQO, de las tres fases de la investigación.

Quedando la expresión de la influencia de los tiempos de retención hidráulicos frente al rendimiento de eliminación de DQO de la siguiente forma:

$$\eta_{DOO_{Elim}} = 0.3452 \cdot TRH + 87.02$$

Donde:

 $\eta_{DQO_{Elim}}$.-Rendimiento de eliminación de DQO en %.

TRH.- Tiempo de retención hidráulico en horas.

Rosenberger et al. (2002), realizaron una investigación con tiempos de retenciones hidráulicos de 15.6 h, 14h y 10.4 h, alcanzando rendimientos de eliminación de DQO de hasta el 95%, y no se apreciaba una tendencia de mejora del rendimiento de la eliminación de materia orgánica al ir aumentando el tiempo de retención hidráulico; por ello Rosenberger recomendaba en las conclusiones de su investigación el probar con tiempos de retención menores, como se ha realizado en el presente trabajo de investigación; se observa, como muestran la Figura 192 y la Figura 193, una clara tendencia en los rendimientos de eliminación de la materia orgánica al ir aumentando el TRH. En la investigación de Rosenberger et al. (2002), se trabajó principalmente en 2 intervalos de concentración de MLSS en torno a 11 g/l y en torno a 18g/l sin apreciar ninguna mejora en la eliminación con la temperatura pues sólo indica que se trabajó a temperaturas estables en el reactor entre 20-27 °C.

Nanqi et al. (2005), trabajaron con TRH considerablemente menores a los que se ha trabajado en esta investigación pero con un agua sintética y consiguieron, para tiempos de retención hidráulicos de 3 h, rendimientos superiores al 90%. Aunque no se puede extrapolar esta investigación a condiciones reales, nos da una idea de la gran capacidad de eliminación de materia orgánica que tienen los biorreactores de membrana a relativamente bajos TRH. Otra de las conclusiones a la que llegan Nanqi et al. (2005), en su estudio, es que hay una mejora de rendimiento de eliminación de DQO a partir de 6000 mg/l de MLSS, es decir, para tiempos de retención bajos se favorece la eliminación de materia orgánica a partir de 6 g/l de MLSS; no encuentran mejoras significativas para concentraciones mayores, lo que en principio es similar a lo obtenido en esta investigación, como se aprecia en la Figura 190 y Figura 191; cuando se analiza cómo afectan a los rendimientos de eliminación de materia orgánica a partir de concentraciones de 4315 mg/l para un TRH de 11.71 h.

Aumentando los MLSS normalmente se consigue una pequeña mejora en los rendimientos de eliminación de materia orgánica, pero el consumo de aire al ir aumentando la concentración de MLSS fue aumentando también (Figura 189); para concentraciones superiores a 4000 mg/l se empieza a necesitar un mayor consumo de aire, aumentando este incremento en concentraciones superiores a 7500 mg/l y resultando muy complicado mantener los condiciones óxicas adecuadas del proceso para concentraciones superiores a 12 g/l de MLSS, con el sistema de aireación con el que se trabajó.

Yoon et al. (2004) hicieron un estudio teórico de las condiciones optimas de aireación de los biorreactores de membrana, teniendo en cuenta los rendimientos de eliminación de materia orgánica, los tiempos de retención hidráulicos y la necesidad de aire de los biorreactores de membrana; obtuvieron como condiciones óptimas, trabajar en tiempos de retención hidráulica de 16h en concentraciones no superiores a 11000 mg/l en sólidos en suspensión. Estos resultados se pueden extrapolar al presente estudio donde se observa cómo para concentraciones de MLSS superiores de 12000 mg/l el consumo de

oxígeno aumenta, además de tener numerosos problemas operacionales debido al incremento de la concentración de MLSS. Además existe otra investigación (Schwarz et al., 2006) donde se pone de manifiesto que no es recomendable trabajar a concentraciones de MLSS muy altas porque se reduce la carga hidráulica de la membrana y disminuye el coeficiente de transmisión de oxígeno al licor mezcla, por lo tanto y teniendo en cuenta los rendimientos de eliminación de materia orgánica, no interesa trabajar en concentraciones de sólidos en suspensión por encima de 12000 mg/l; incluso, considerando los consumos de oxígeno comentados anteriormente, no interesaría trabajar en concentraciones de MLSS superiores a 7000 mg/l debido al aumento en el consumo de aire necesario en el proceso, y además no se observa una mejora significativa en los rendimientos de eliminación de materia orgánica.

En definitiva, de entre los tres parámetros analizados en este apartado como son tiempo de retención hidráulico, concentración de MLSS y temperatura, el que más influencia tiene sobre la capacidad de eliminación de materia orgánica es el TRH.



Figura 194. DBO₅ media de salida del BRM en función del TRH y de la temperatura de las tres fases de la investigación.

En la Figura 194 se muestra una represtación de la influencia de la temperatura y de los tiempos de retención hidráulicos en las concentraciones de DBO₅ del agua de salida del BRM a lo largo de la investigación, sin tener en cuenta la concentración de MLSS en el reactor biológico. La Figura 195 muestra una representación de la influencia de la concentración de los MLSS en el reactor biológico y de los tiempos de retención hidráulicos en las concentraciones de DBO₅ del agua de salida del BRM a lo largo de la investigación, sin tener en cuenta la temperatura en el reactor biológico; se observa cómo al ir aumentando los tiempos de retención la calidad del agua de salida era cada vez mejor.



Figura 195. DBO $_5$ media de salida del BRM en función del TRH y de la concentración de MLSS de las tres fases de la investigación

Tanto en la Figura 194 como en la Figura 195 se observa claramente cómo al ir aumentando los tiempos de retención hidráulicos aumentaba la calidad del efluente obtenido en el proceso. Por otra parte, la relación de la temperatura con el aumento del rendimiento en eliminación de materia orgánica no queda muy clara. La temperatura no afectó considerablemente a los rendimientos de eliminación de materia orgánica, según se ha visto es la presente investigación.

Con respecto a la concentración de sólidos en suspensión, no existen mejoras significativas al ir aumentando la concentración a partir de 4315 mg/l con un tiempo de retención hidráulico de 11.71 h; si el agua residual no va a ser reutilizada no interesaría ni aumentar la concentración de MLSS ni los tiempos de retención hidráulicos.

Si el agua residual necesitara ser reutilizada, se observa en la Figura 194 y Figura 195 cómo se consigue una práctica eliminación de la materia orgánica para TRH de 15.27 h para cualquiera de las dos concentraciones de MLSS estudiadas. Además, cabe destacar que al trabajar a concentraciones de sólidos en suspensión por encima de 7500 mg/l empezaron a aparecer problemas operacionales como eran el ensuciamiento rápido los medidores de nivel, aparición de espumas superficiales en el reactor biológico y el incremento en el consumo del aire cuando se incrementaba la concentración de MLSS.

Aparte de la eliminación de la materia orgánica ampliamente comentada anteriormente, otros parámetros que afectan a la calidad del agua de salida del sistema de biorreactores de membrana y que han sido estudiados a lo largo del presente trabajo de investigación son la eliminación de *E.coli*, colifagos, turbidez y color. Como queda de manifiesto a lo largo de la investigación, existe una eliminación prácticamente total de *E.coli* y colifagos, sin que se pueda observar relación de esta eliminación con la influencia de los TRH, ni de la temperatura, ni de la concentración de MLSS.

Con respecto a *E.coli* se atribuye su eliminación principalmente al filtrado que ocurre en la membrana como se comenta en el planteamiento del problema del presente documento. Existen numerosos estudios que han demostrado la eficiencia de eliminación de coliformes fecales usando sistemas de membrana de ultrafiltración (Till et al., 1998; Gander et al., 2000); incluso hay estudios que demuestran una eliminación del 100% de las bacterias en el permeado (Arrojo et al., 2005) similar a lo que ocurre en el presente trabajo debido a que se han estado utilizando membranas de

ultrafiltración con tamaño de poro de 0.04μ m., aunque a veces se han detectado *E.coli* a la salida del BRM tras las limpieza química (Figura 108, Figura 137 y Figura 138) o por alguna fuga que ha tenido lugar durante el experimento (Figura 108), pero en condiciones normales de operación la eliminación de *E.coli* es prácticamente del 100%.

En relación con la eliminación de virus, se observa en la presente investigación que existe una eliminación prácticamente del 100% (Figura 109, Figura 110, Figura 139 y Figura 140); sólo aparecen, al igual que el *E.coli*, tras las limpiezas químicas. Este alto rendimiento en eliminación de virus se explica según Ueda y Horan (2000) por tres mecanismos, uno físico debido al tamaño de poro de la membrana, otro de tipo químico debido a la adsorción de los virus por la biopelícula formada en la membrana y por último un componente biológico como resultado de la depredación de los virus por otros microorganismos.

Con respecto a la eliminación de la turbidez, sólo se hizo la medida de este parámetro en la tercera fase (Figura 135 y Figura 136), y se observó que hay una completa eliminación de la turbidez; en cambio, por lo que respecta al color, cuya medida se realizó también en la tercera fase (Figura 133 y Figura 134), se observa que existe una gran eliminación del mismo, pero queda un pequeño color residual.

Resumiendo el presente epígrafe, de los sistemas de biorreactores de membrana se puede obtener un efluente de gran calidad trabajando con tiempos de retención superiores a 11.71 h pues se elimina prácticamente toda la materia orgánica presente en tiempo de retención hidráulicos de 15.27 h; con concentraciones de MLSS mayores de 4315 mg/l se consiguen rendimientos de eliminación bastante buenos, en relación a la materia orgánica sin que se vea una necesidad de aumentar la concentración de los MLSS debido a que se incrementaría el consumo de oxígeno. Además y debido a procesos físicos fundamentalmente, hay una eliminación prácticamente del 100% de los parámetros microbiológicos estudiados y de la turbidez; sólo queda como inconveniente para la reutilización directa del agua residual tratada la pequeña cantidad de color residual encontrada en el efluente.

6.7.3. Influencia de los tiempos de retención de fangos y la temperatura en la digestión y producción de fangos en el biorreactor de membrana.

En este apartado se analizará la producción de fangos que ha tenido lugar en las tres primeras fases de la investigación de fondo.

Como se ha descrito anteriormente, se ha trabajado con distintos tiempos de retención hidráulicos; esto, a su vez, al ser el volumen del reactor constante, ha hecho que al disminuir el tiempo de retención hidráulica se aumentase el caudal que tratar, por lo tanto la acumulación de biomasa en el reactor biológico aumenta de forma más rápida. Dependiendo de la concentración de los MLSS a la que se pretendiera trabajar se realizaba una purga que venía marcada por la puesta en marcha de cada experimento. Esta purga se realizaba aplicando un balance de materia total al sistema de biorreactores de membrana durante la puesta en marcha viendo experimentalmente como se acumulaban los sólidos. A partir de ahí, en función de la acumulación calculada, se realizaba una purga para mantener la concentración de MLSS constante en los valores establecidos previamente para cada experimento; al ser la purga de fangos constante la concentración de MLSS se estabilizará aproximadamente en el valor requerido previamente, ya que teniendo en cuenta que para un experimento las condiciones eran constantes, la producción de fango tenía que ser aproximadamente constante.

Para realizar los cálculos de la influencia de los tiempos de retención celular y de la temperatura en la digestión y producción de fangos del biorreactor de membrana no se han tenido en cuenta los datos del experimento 1 de la primera fase, debido a que en ésta se tuvieron muchos problemas con generación de espumas superficiales, que fueron retiradas puntualmente; además, la purga de los fangos se hacía de una forma discontinua (Figura 196), sin poder estimar una purga de fango media, por lo que para los cálculos del presente apartado se ha considerado el resto de los experimentos.



Figura 196. Volumen de purga realizado en el experimento 1 de la fase 1.

Para el cálculo del tiempo de retención celular de forma experimental se consideraba que la planta trabajaba a una concentración de MLSS media constante realizando una purga constante diariamente del fango, como se indica en la Tabla 28. Esta purga se mantiene a lo largo del experimento estabilizándose la concentración de MLSS dependiendo del caudal retirado.

Por lo tanto se puede calcular experimentalmente el tiempo de retención celular medio (TRC):

Donde:

V.- Volumen del reactor biológico.

Qp.-Caudal de purga del reactor biológico

Sólo considerando este tiempo de retención medio como una aproximación en el estado estacionario.

Además, también se puede calcular la cantidad de fango de entrada en el reactor biológico con un balance de materia total a la entrada del reactor de la siguiente manera:

Fango de entrada = Qe* SSe

Donde:

Qe.- caudal de entrada de agua residual al biorreactor

SSe.- Concentración de sólidos en suspensión media a la entrada al biorreactor

Calculándose también el fango producido experimentalmente de la siguiente forma (Se desprecia la salida de sólidos en suspensión en el efluente):

Donde:

Qp.- Caudal de purga en el biorreactor.

MLSS.- Concentración de sólidos en suspensión media en el biorreactor.

Y por lo tanto se puede calcular experimentalmente el fango eliminado en el proceso biológico debido al metabolismo microbiano de la siguiente manera:

Fango eliminado = Fango de entrada – Fango Producido

El factor de fango eliminado es realmente importante ya que el fango es una de los grandes problemas de las instalaciones de tratamiento de aguas residuales, por lo que siempre que sea viable económicamente interesan instalaciones que produzcan la menor cantidad de fangos.

Además de ver la cantidad de fango producido en el proceso, otro factor interesante a tener en cuenta es el grado de estabilización con la que sale el fango del biorreactor, expresándolo como una relación entre los sólidos en suspensión en el reactor biológico y los sólidos en suspensión volátiles en el reactor biológico en tanto por ciento; con esto se puede ver el grado de estabilización del fango y la necesidad o no de un tratamiento del fango posterior al reactor biológico para estabilizarlo.

La Tabla 28 muestra las concentraciones medias de los distintos parámetros comentados anteriormente para cada uno de los experimentos, teniendo en cuenta que para el cálculo

de la relación de MLSSV/MLSS sólo se contabilizaron los últimos siete días de cada experimento por considerar que estos se encuentran en el estado estacionario de la instalación y ser los que realmente son significativos.

								Fango	Fango	Fango
	MLSS,	T ^a ,	0/0	SSe,	Qe,	Qp,	TRC,	producido,	entrada	eliminado,
	mg/l	°C	MLSSV/MLSS	mg/l	l/h	l/h	días	Kg/día	Kg/día	Kg/día
	3070	14.8	79.2	96.6	19.1	-	-	-	0.0443	-
	4315	22.5	88.6	116.2	19.1	-	-	-	0.0533	-
FASE I	5048	23.9	85.6	79.7	19.1	-	-	-	0.0366	-
	6204	23.2	88.4	90.9	19.1	-	-	-	0.0417	-
	6970	16.4	85.7	133.0	19.1	0.20	46.7	0.0335	0.0611	0.0276
FASE II	7448	10.9	88.1	107.6	27.8	0.35	26.9	0.0620	0.0719	0.0099
	9858	8.3	80.9	181.7	27.8	0.51	18.4	0.1199	0.1213	0.0014
	12264	18.9	78.1	163.6	27.8	0.33	28.0	0.0981	0.1093	0.0111
	14292	9.2	87.2	187.1	27.8	0.35	26.7	0.1197	0.1249	0.0052
FASE III	7023	23.4	70.4	216.1	14.7	0.11	84.8	0.0186	0.0761	0.0575
	10371	16.4	73.7	197.2	14.7	0.20	46.6	0.0499	0.0694	0.0196

Tabla 28. Parámetros de caracterización del fango del proceso de biorreactores de membrana de las tres primeras fases de la investigación.

En la Tabla 28 queda patente la relación existente entre la temperatura y el fango eliminado. Para observarla de una forma más clara se ha representado en la Figura 197 el fango de entrada de los distintos experimentos y el fango producido, se observa que conforme disminuye la temperatura el fango de entrada y el producido tienden a ser el mismo, por lo tanto el fango eliminado incrementa en el reactor biológico con la temperatura. Para los cálculos de la recta de regresión no se tuvo en cuenta uno de los valores de la segunda fase (T^a= 18.9 °C), debido a que es el único dato que se desvía de la tendencia claramente marcada de eliminación de fango con el aumento de la temperatura.



Figura 197. Influencia de la temperatura en la eliminación de fango

Para ver cómo afecta la temperatura al TRC se aplicará la definición de TRC_{teórico}, que es el tiempo de retención celular calculado para mantener constante la concentración de biomasa en el reactor biológico sin tener en cuenta la eliminación de biomasa en el biorreactor, es decir, es el tiempo necesario para mantener el fango en el biorreactor a unas concentraciones determinadas de MLSS teniendo sólo en cuenta el fango acumulado en la entrada.

Por lo tanto el TRC_{teórico} se puede calcular de la siguiente forma:

$$TRC_{Teórico} = \frac{V_{reactor}}{Qp_{Teórico}} = \frac{V_{reactor}}{\frac{Qe \cdot SSe}{MLSS}} = \frac{V_{reactor} \cdot MLSS}{Qe \cdot SSe}$$

Siendo.-

TRC_{Teórico}.- Tiempo de retención celular teórico

V_{reactor}.- Volumen del reactor biológico.

MLSS.- Concentración del reactor biológico a la que se va a trabajar en el estado estacionario.

Qe.- Caudal de entrada al biorreactor.

SSe.- Concentración de Sólidos en suspensión a la entrada del biorreactor.

Comparando el TRC_{teórico} calculado con los datos de la Tabla 28 con el experimental que aparece en la misma tabla, se observa en la Figura 198 cómo se afecta la diferencia entre el TRC experimental y el TRC teórico con la temperatura; es decir, debido al efecto de la temperatura se incrementa el TRC experimental, debido al metabolismo microbiano dado que la materia asimilada queda completamente oxidada quedando como productos CO_2 y H_2O (Ronzano y Dapena, 2002).



Figura 198. Relación experimental existente entre el TRC teórico y el TRC experimental en función de la temperatura.

Haciendo un ajuste lineal a los datos de la diferencia del $TRC_{teórico}$ y del $TRC_{experimental}$ frente a la temperatura que aparecen en la Figura 198 queda la siguiente expresión:

$$TRC_{exp \ erimental} - TRC_{teórico} = 3.985 \cdot T^{a} - 38.585$$

Siendo:

TRC.- tiempo de retención celular en días.

T^a.- Temperatura en °C

Lo que nos dice que con temperatura en el reactor de 10±2 °C prácticamente no hay diferencia entre los tiempos de retención celular.

Una vez visto cómo se desvía el TRC experimental del teórico, se representa en la Figura 199 el rendimiento de eliminación de fango que se ha dado en los distintos experimentos de las tres fases consideradas frente al tiempo de retención experimental.

Se entiende como rendimiento de fango eliminado:

$$\eta_{fangoe \ \text{lim} inado} = \frac{Fango_{entrada} - Fango_{producido}}{Fango_{entrada}} = \frac{Qe \cdot SSe - Qp \cdot MLSS}{Qe \cdot SSe}$$

Siendo:

Qp.- Caudal de Purga.

MLSS.- Concentración del reactor biológico a la que se va a trabajar en el estado estacionario.

Qe.- Caudal de entrada al biorreactor.

SSe.- Concentración de Sólidos en suspensión a la entrada del biorreactor.



Figura 199. Rendimiento de eliminación de fango del sistema en función de el TRC real.

Se observa que hay una linealidad entre el rendimiento de eliminación de fango y el tiempo de retención celular, quedando la expresión expresada en tanto por uno de la siguiente manera:

$$\eta_{fangoe \, lim \, inaco} = 0.0116 \cdot TRC_{Experimental} - 0.2064$$

Siendo,

TRC.- tiempo de retención celular en días.

Despejando de la ecuación que relaciona el tiempo de retención celular experimental, y el teórico con la temperatura, el tiempo de retención celular experimental es:

$$TRC_{exp \ erimental} = TRC_{teórico} + 3.985 \cdot T^{a} - 38.585$$

Y sustituyendo la definición en la ecuación del rendimiento de eliminación, queda la siguiente expresión:

$$\eta_{fangoe \ \text{lim}\ inado} = \frac{Qe \cdot SSe - Qp \cdot MLSS}{Qe \cdot SSe} = 0.0116 \cdot (TRC_{teórico} + 3.985 \cdot T^a - 38.585) - 0.2064$$

Teniendo en cuenta que se definió el tiempo de retención teórico como:

$$TRC_{Teórico} = \frac{V_{reactor} \cdot MLSS}{Qe \cdot SSe}$$

Sustituyendo en la expresión del rendimiento del fango y desarrollándola queda una ecuación de diseño con la cual se puede calcular el fango que produciría un reactor biológico de membrana en función de la temperatura, de los MLSS a los que se pretenda trabajar, del caudal de entrada y de los sólidos en suspensión a la entrada para aguas residuales urbanas:

$$\frac{Qe \cdot SSe - Qp \cdot MLSS}{Qe \cdot SSe} = 0.0116 \cdot (\frac{V_{reactor} \cdot MLSS}{Qe \cdot SSe} + 3.985 \cdot T^{a} - 38.585) - 0.2064$$

El fango producido será:

$$F_{angoproducido} = Qp \cdot MLSS = -0.0116 \cdot V_{reactor} \cdot MLSS + Qe \cdot SSe(-0.04623 \cdot T^{a} + 1.6540)$$

Siendo el caudal de purga de:

$$Qp = \frac{Qe \cdot SSe}{MLSS} (1.6540 - 0.04623 \cdot T^{a}) - 0.0116 \cdot V_{reactor}$$

Donde:

V_{reactor}.- Volumen del reactor en litros.

- Qp.- Caudal de purga en l/día.
- Qe.- Caudal de entrada en l/día.
- SSe.-Sólidos en suspensión a la entrada, mg/l.

MLSS.- Sólidos en suspensión en el licor mezcla a la que se quiere trabajar en mg/l.

En la Figura 200 se muestra una comparativa entre el caudal de purga y el fango producido calculado con la ecuación anterior y los que realmente se produjeron en la investigación. Se observa cómo la ecuación se ajusta muy bien a los datos experimentales, excepto en el dato de tiempo de retención celular de 28 días, donde como ya se comento anteriormente se desviaba del resto de los datos obtenidos.



Figura 200. Comparativa del caudal de purga real y producción de fango real con los calculados a partir de la ecuación de caudal de purga obtenida.

Unificando tiempos de retención celular semejantes como son los de 46.7 h de la primera fase y 46.6 h de la tercera fase, y los de 26.9, 28, y 26.7 h de la segunda fase, la relación existente entre los valores de caudal de purga calculado y el obtenido experimentalmente se muestra en la Figura 201, donde se observa la gran similitud entre la expresión obtenida y los datos experimentales.



Figura 201. Comparativa del caudal de purga real y producción de fango real con los calculados a partir de la ecuación de caudal de purga obtenida.

Por lo tanto, se aprecia que hay una disminución significativa en la producción de fango al ir aumentando el tiempo de retención celular, además esta reducción de fango, según Ghyoot y Verstraete (1999), en los sistemas de biorreactores de membrana es de entre un 20-30% menor que en los sistemas de fangos activos convencionales trabajando en similares tiempos de retención celular y carga hidráulica debido al incremento en la cantidad de predadores existente en los BRM al trabajar a mayores concentración de MLSS.

Este es un factor muy importante a tener en cuenta ya que el exceso de fangos en las depuradoras presenta uno de los grandes problemas tanto a nivel medioambiental como económico. Además de las evidencias mostradas en la presente investigación de la capacidad de eliminación de fango en los sistemas de membrana sumergida, existen

autores como Wei et al. (2003) que señalan al sistema de membrana sumergida como uno de los sistemas capaces de producir menor cantidad de fango al trabajar a edades de fango altas. En el estudio que se ha realizado se ha encontrado una relación directa entre el tiempo de retención celular y la temperatura, con la capacidad de eliminar el fango en el proceso de biorreactores de membrana.

Otro de los factores a tener en cuenta, además del fango producido en el reactor biológico, es lo estabilizado que sale el fango para ver si es necesario un tratamiento posterior del fango tras el tratamiento secundario realizado en el reactor biológico de membranas. En la Figura 202 se muestra la relación existente entre la edad del fango (TRC) en el reactor biológico y la relación de MLSSV/MLSS en tanto por ciento; cuanto menor es esta relación menor cantidad de sólidos volátiles existen en el reactor biológico, por lo que existirá menor cantidad de materia orgánica y más inerte y el fango estará más estabilizado.

En la Figura 202 se observa cómo, tras los distintos experimentos al aumentar la edad del fango, se tiende a una mayor estabilización del mismo, y se consiguen valores de 70.4% con tiempos de retención celular de 84.8 días. Este valor se podría considerar todavía alto para ser un fango estabilizado, pero se tiene que tener en cuenta que el fango existente a lo largo de la investigación es solamente fango biológico sin fango de tratamiento primario que normalmente tiene un porcentaje mayor en compuestos de naturaleza inorgánica; de ahí que cuando se considera un fango estabilizado se suela referir a fangos mixtos que son los procedentes tanto del reactor biológico como del decantador primario y éstos se suelen considerar estabilizados cuando la relación MLSSV/MLSS está en torno al 50-55%.



Figura 202. Relación de MLSSV/MLSS en función del TRC a lo largo de las tres primeras fases de la investigación de fondo.

Además del hecho de que el fango analizado no tenga fango primario, existen numerosas investigaciones que ponen de relieve que la relación existente entre los MLSSV y los MLSS en los biorreactores de membrana en relativamente alta, comparada con el proceso convencional de fangos activos. Por ejemplo, Xing et al. (2000) observaron en su investigación que la relación MLSSV/MLSS no disminuía en ningún momento por debajo del 60 %.

Otra investigación donde se corrobora que en los procesos de biorreactores de membrana al trabajar a concentraciones de MLSS altas la relación MLSSV/MLSS es mayor que en los procesos de fangos activos es la de Rosenberger et al. (2002), donde tras operar con un biorreactor de membrana en concentraciones de MLSS de hasta 20 g/l durante más de 500 días se estabilizó la relación de MLSSV/MLSS en torno al 70%, valor similar al obtenido en la presente investigación. Por lo que con esto se puede ver que no es que el fango de los biorreactores de membrana no esté estabilizado, sino que el valor típico del criterio de estabilización aplicado hasta ahora en plantas de tratamiento de aguas convencionales no puede ser aplicado cuando se trabaje con un sistema con altas concentraciones de MLSS.

Además, otro indicativo de que se puede considerar estabilizado el fango procedente del biorreactor de membrana a mayores porcentajes de la relación MLSSV/MLSS es que en el experimento 3 de la fase 2 se estuvo trabajando con un digestor aeróbico paralelo al biorreactor biológico con 14 días de tiempo de retención celular sin que la relación existente de MLSSV/MLSSS (Figura 79) disminuyera por debajo del 80%.

Considerando todo lo anterior, se puede concluir que una de las ventajas potenciales de los biorreactores de membrana es la disminución de la cantidad de fangos con la consecuencia directa de una disminución de costes en la línea de fangos; esta disminución de fangos está íntimamente relacionada con el TRC con que se está trabajando; se obtiene, para edades del fango (TRC) por encima de 40 días, una reducción significativa en la producción se consigue un fango estabilizado y se logra un rendimiento de eliminación de fango del 70% para edades de fango de 85 días. Por lo tanto, al poder trabajar el sistema de biorreactores de membrana con TRH y TRC independiente (Melin et al., 2006), conviene diseñar el reactor biológico con el mayor tiempo de retención celular posible para reducir al máximo la línea de fangos.

6.7.4. Influencia de los tiempos de retención hidráulicos, de la temperatura y de la concentración de MLSS en la capacidad nitrificante de los biorreactores de membrana.

En este apartado se pretende analizar la capacidad nitrificante de los biorreactores de membrana que ha tenido lugar a lo largo de la investigación y analizar en que condiciones se puede lograr una mejor nitrificación en los biorreactores de membrana como fase previa a una desnitrificación.

Como queda reflejado en la presentación de resultados, no en todas las fases de la investigación se logro una nitrificación completa en el agua de salida del sistema BRM. Hubo una gran nitrificación en el experimento 1 de la fase 1^a (Figura 65) llevado a cabo con un TRH de 11.71 h por otra parte fue el experimento más extenso en el tiempo, dándole tiempo a los bacterias nitrificantes a su crecimiento, la temperatura media de todo el experimento fue de 21,2 °C observándose como empezaba a aumentar la

concentración de nitratos a partir del día 45. En el experimento 2 de la primera fase también se produjo una gran nitrificación (Figura 66) en esta ocasión se detecto un incremento de nitratos en el efluente a partir del día 8 del experimento, siendo la temperatura a lo largo del experimento de 16.38 °C y el mimo tiempo de retención hidráulico que el primer experimento. En ambos experimentos de la primera fase se observa que existe eliminación de nitrógeno parcial, que puede ser debida a la presencia de alguna zona en el interior del reactor biológico que no estuviese convenientemente aireada y favoreciera la desnitrificación, aunque es difícil que se produjese dado el tipo y volumen del reactor utilizado. Por lo que se observa en esta primera fase que con tiempos de retención hidráulica de 11.71 h con las concentraciones de MLSS en las que se trabajó (Tabla 22) se puede lograr una gran nitrificación en los biorreactores de membrana.

En la fase 2 cuyo tiempo de retención hidráulico es de 8.05 h se observa que de los tres experimentos realizados, sólo en el experimento 1 existe una nitrificación completa, debido a que éste experimento es continuación del experimento 2 de la primera fase, y es este experimento ya habían microorganismos nitrificantes, se observa como tras cambiar el TRH entre el experimento 2 de la primera fase (Figura 66) y el experimento 1 de la segunda fase (Figura 98) la actividad nitrificante continua, aunque se aprecia la existencia de algunos problemas ya que hay ciertos días en que no aparece nitratos en el agua de salida del reactor biológico. En el experimento 2 de la segunda fase no se aprecia que se llegará a conseguir una nitrificación completa (Figura 99), a los 25 días de operación se observa una nitrificación parcial, solo apareciendo nitritos en cantidades considerables, sin llegarse a producir una nitrificación completa a nitrato, aunque se aprecia en la Figura 99 un ligero incremento en la concentración de nitratos al final del experimento pero siendo este muy leve en cualquier caso. Por otro lado cabe remarcar que a medida que transcurre el experimento existe una eliminación de nitrógeno total en el biorreactor, mayor a la detectada en la fase I comentado anteriormente.

En el experimento 3 de la segunda fase (Figura 100)se aprecia al igual que en el experimento 2, que existe una nitrificación parcial sólo apareciendo nitrito a la salida en concentraciones considerables, se observa también como a medida que el experimento

evoluciona se produce una mayor eliminación de nitrógeno total el reactor biológico de membrana. Cabe remarcar que tanto en el experimento 2 como en el 3 las concentraciones medias de MLSS fueron de 12264 y 9858 mg/l respectivamente, por lo que cabe la posibilidad de que estuviera inhibida la nitrificación por la alta concentración en sólidos en suspensión, de hecho en el experimento 1 de la segunda fase (Figura 98) existe una caída de concentración de NO₃⁻ a la salida del reactor biológico en el momento que se aumenta la concentración de MLSS.

En la tercera fase se trabajó con mayores tiempos de retención hidráulicos (TRH =15.27 h), en el experimento 1 de la tercera fase se trabajó con una concentración media de MLSS de 7023 mg/l a una temperatura media en el experimento de 23.4 °C, en este experimento se aprecia perfectamente como existe una nitrificación completa a nitrato (Figura 125), se aprecia como disminuye la concentración de amonio, empezando un aumento en la concentración de nitrito y al empezar a aparecer nitrato en el efluente disminuye la concentración de nitrito, esta evolución de los compuestos nitrogenados se adapta al modelo de crecimiento bacteriano desarrollado en el planteamiento del problema. Además este tipo de crecimiento fue descrito también por Chandran and Smets, (2000) donde el mecanismo de nitrificación pasa por dos fases $(NH_4^+ - NO_2^-)$; NO₂-NO₃), el crecimiento de las bacterias nitrificantes en fase I que son las responsables de originar NO2, es más rápido que el crecimiento de las bacterias nitrificantes en fase II que son las responsables de producir el NO₃⁻, por lo tanto como se observa en la Figura 125 como existe una acumulación de NO₂⁻ hasta que le de tiempo suficiente a las bacterias nitrificantes en fase II a su desarrollo y por lo tanto pasar ese NO₂⁻ a NO₃⁻,

En cambio en el experimento 2 de la tercera fase (Figura 126) se trabajó con una concentración media de MLSS de 10371 mg/l y una temperatura media de 16.4°C, observándose que no se produce una nitrificación completa, apareciendo nitritos desde el día 7 de experimentación aumentando su concentración, pero en el momento que se alcanza la concentración máxima en el biorreactor se inhibe el proceso de nitrificación comenzando a disminuir la cantidad de nitrito presente en el agua de salida sin que se llegue a formar nitrato.

En resumen y para ver la capacidad de nitrificación en los biorreactores de membrana, en la Tabla 29 se muestra las concentraciones medias de MLSS con las que se trabajó en cada uno de los experimentos con sus respectivas temperaturas, y las concentraciones medias de nitrato que existían en los últimos 7 días de cada experimento.

Tabla 29. Valores medios de nitrato en los últimos 7 días de cada experimento, concentración y temperatura media de trabajo de cada experimento.

	Experimento	MLSS, mg/l			Tª, ⁰C			NO ₃ ⁻ _s , mg-N/l		
FASE I	1	4442.7	±	1126.2	21.2	±	3.9	29.1	±	20.7
TRH= 11.71 h	2	6970.3	±	701.6	16.4	±	2.8	32.6	±	8.9
EACEII	1*	11272.5	±	3604.2	10.0	±	2.4	25.8	±	13.7
$\frac{\Gamma ASE \Pi}{TRH = 8.05 h}$	2	12263.9	±	1403.6	18.9	±	2.6	1.7	±	4.1
1 KH = 0.05 H	3	9858.3	±	725.4	8.3	±	2.5	1.7	±	0.9
FASE III	1	7023.3	±	773.7	23.4	±	1.5	27.8	±	19.7
TRH = 15.27 h	2	10370.6	±	973.2	16.4	±	1.7	0.4	±	0.4

*Experimento que fue continuación del experimento 2 de la fase I.

Como se puede observar en la Tabla 29, existió una buena nitrificación en los experimentos donde las concentraciones de sólidos en suspensión no fueron mayores de 7 g/l, inhibiéndose la nitrificación para concentraciones mayores. Esto se puede observar con mayor claridad en la Figura 203, donde se ve que se consiguió una nitrificación completa en tiempos de residencia hidráulica de 11.71 h y de 15.27 h en concentraciones alrededor de 7 g/l.



Figura 203. Concentración media de nitrito los últimos 7 días de cada experimento en función de la concentración de MLSS y de los tiempos de retención hidráulicos.

Existen numerosas investigaciones en las que se puede ver la nitrificación existente en los biorreactores de membrana, en la investigación Rosenberger et al. (2002) se observa que se produce una nitrificación en un sistema de BRM, el crecimiento de las bacterias nitrificantes se produce a concentraciones de MLSS por debajo de 6000 mg/l, una vez con tiempos de residencia hidráulicos superiores a 10 h, una vez que consigue un correcta nitrificación en el proceso antes de los 50 días de operación de su experimento incrementa la concentración de MLSS hasta valores por encima de 18000mg/l continuando el proceso de nitrificación sin problemas, en esta investigación se introdujo una zona anóxica con la que se logro un gran eficacia de desnitrificación es mediante aireación intermitente del reactor biológico de membrana, es decir en el mismo biorreactor, originar la nitrificación y la desnitrificación, trabajando siempre en concentraciones de MLSS por debajo de 10000 mg/l.

Otro de los aspectos que cabe remarcar es que existe una pequeña desnitrificación en prácticamente todas las fases de la investigación, como he señalado anteriormente esto es debido a la posible existencia de zonas en el reactor biológico que no estuvieran convenientemente aireadas, aunque difícil de ocurrir, actuando así como zonas anóxicas favoreciendo la desnitrificación. Como se describió en el planteamiento del problema en el ciclo del nitrógeno el proceso de la desnitrificación sería el siguiente:

$$NH_4^+ \rightarrow NO_2^- \rightarrow NO_3^- \rightarrow NO_2^- \rightarrow NO \rightarrow N_2O \rightarrow N_2$$

Pero en el presente trabajo de investigación se ha dado el caso en el que no se estaba detectando concentraciones considerables de nitrato en el efluente y se estaba produciendo desnitrificación anteriormente descrita, existen investigaciones que como la de Ghyoot et al. (1999) proponen un mecanismo alternativo para la desnitrificación sin la necesidad de la presencia de nitrato, éste sería el siguiente:

$$NH_4^+ \rightarrow NO_2^- \rightarrow N_2$$

Que podría explicar la desnitrificación parcial que ha existido en las fases donde no se ha llegado a producir nitrato, de todas formas cabe la posibilidad que se este produciendo una desnitrificación normal y que no se detecte el nitrato por que la velocidad de generación de este sea igual a la de eliminación por el mecanismo de desnitrificación, y además parte del nitrógeno puede estar siendo asimilado por la biomasa.

En definitiva cabe concluir que en las condiciones estudiadas y visto la revisión bibliográfica realizada y los resultados obtenidos, el proceso de biorreactores de membrana es adecuado para la nitrificación de un influente con amonio, y por lo tanto para una eliminación de nitrógeno del efluente, encontrándose en la presente investigación que la nitrificación esta inhibida cuando las concentraciones de sólidos en el reactor biológico se encuentran en valores por encima de 7 g/l, esto no quiere decir que no se pueda dar la nitrificación en concentraciones mayores, si no que al sistema le costaría más tiempo conseguir una nitrificación adecuada, además se observa que para

tiempo de residencia de 11.71 h se consiguen una nitrificación más efectiva en el proceso que para TRH menores, no mejorándose ya para mayores TRH.

Es posible que para mejorar la nitrificación a mayores concentraciones de MLSS se tendría que disponer de un sistema de difusión más adecuado al utilizado en la investigación, ya que como he comentado anteriormente se trataba de un sistema de aporte de oxígeno de burbuja gruesa.

Por último comentar que el aunque el aumento de temperatura en los intervalos estudiados debe aumentar el rendimiento de nitrificación existente, este efecto no se aprecia muy claramente por el efecto de inhibición de los MLSS.

6.7.5. Influencia de la carga hidráulica en el ensuciamiento de la membrana.

A lo largo de la investigación se ha visto cómo ha ido incrementando la presión transmembrana a lo largo del tiempo en los distintos experimentos realizados, este incremento se produce debido que al trabajar a caudal constante la membrana al ir ensuciándose opone mayor resistencia a la filtración.

Como se comenta en el planteamiento del problema, las causas del ensuciamiento son muy diversas, y existen numerosas investigaciones (Wisniewski and Grasmick, 1998; Bouhabila et al., 2001; Defrance et al., 2000), al respecto.

A la hora de realizar el presente estudio se ha considerado que el efecto de la concentración de MLSS en el ensuciamiento de la membrana es constante como demostraron Defrance et al. (2000), en sus experimentos realizados con concentraciones de MLSS de hasta 6 g/l; tampoco se observaron diferencias significativas en el efecto de los MLSS entre 4-8 g/l en el ensuciamiento de la membrana en el estudio realizado por Le-Clech et al. (2003). Es decir, se ha considerado que un aumento en la concentración de MLSS en los rangos estudiados no hace que se incremente el ensuciamiento de la membrana. Por lo tanto, se va a ver el efecto del ensuciamiento para distintas cargas

hidráulicas en las que se ha trabajado considerando que el efecto de la concentración de MLSS es constante a lo largo de los distintos experimentos.

A lo largo de la investigación, como ya se ha descrito anteriormente, se ha trabajado con distintos caudales, ampliando la superficie de membrana en la fase II. Esto hace que se haya trabajado con distintas cargas hidráulicas netas (Jnet); teniendo en cuenta esto, se ha calculado la velocidad con la que se ha incrementado la presión transmembrana con respecto al tiempo (dPTM/dt) en cada intervalo de los experimentos donde la carga hidráulica era distinta, realizando una regresión lineal de la presión transmembrana en función del tiempo en cada uno de dichos intervalos donde la carga hidráulica fue diferente. Los datos de las regresiones se pueden ver en la Tabla 30, donde la pendiente de la recta obtenida es la velocidad de ensuciamiento (dPTM/dt) y el origen de ordenadas es la presión transmembrana inicial calculada (Po) de cada experimento; con esto se puede ver la velocidad de ensuciamiento respecto a la carga hidráulica utilizada en cada uno de los experimentos; esto se ha realizado tanto para la evolución de la presión transmembrana de contralavado como para la evolución de la presión transmembrana de filtrado, haciendo las regresiones en este último caso siempre para la presión final de filtrado de cada uno de los experimentos por ser siempre mayor que la inicial de filtrado.

			contralavado			Filtrado			
		Jnet,	dPTM/dt,	Po,		dPTM/dt,	Po,		
	Experimento	l/(m ² *h)	Kpa/día	Кра	r ²	Kpa/día	Кра	r ²	
fase I	1	20.57	0.742	13.038	0.8452	-0.6054	-2.3786	0.8856	
	1	20.57	0.201	14.182	0.8772	-0.1362	-4.9974	0.7730	
	2	20.57	0.242	10.409	0.9308	-0.1699	-4.9887	0.9211	
fase II	1	29.90	1.217	32.951	0.9427	-1.2332	-22.0170	0.9194	
	1	14.95	0.062	10.962	0.1742	-0.0337	-4.2773	0.3766	
	2	14.95	0.260	9.814	0.9011	-0.1466	-5.4075	0.8455	
	3	14.95	0.360	20.874	0.6780	-0.2842	-15.4750	0.5225	
fase III	1	7.88	0.034	4.700	0.4805	-0.0127	-2.2289	0.1343	
	2	7.88	0.116	6.895	0.5287	-0.0692	-3.9657	0.5453	

Tabla 30.Velocidad de ensuciamiento (dPTM/dt)de las membranas y presión transmembrana inicial (Po)para distintas cargas hidráulicas neta (Jnet) a lo largo de la investigación.

Calculando el promedio de las velocidades con que se incrementa la presión transmembrana con respecto al tiempo para distintas cargas hidráulicas y

representándolo frente a la carga hidráulica correspondiente, se puede ver cómo afecta la carga hidráulica con la que se ha estado trabajando a la velocidad de ensuciamiento de las membranas a lo largo de la investigación.

En la Figura 204 se muestran los valores promedio de la velocidad de incremento de la presión transmembrana medida en el ciclo de contralavado frente a las distintas cargas hidráulicas netas con las que se ha trabajado. En la figura se ve claramente cómo va aumentando la velocidad de ensuciamiento de las membranas al incrementarse la carga hidráulica neta, este incremento es prácticamente lineal hasta Jnet de 20.57 l/(m²*h) y aumenta bruscamente para Jnet=29.9 l/(m²*h). En la Figura 204(b) se ha representado en escala logarítmica el incremento de presión transmembrana con respecto al tiempo observándose que se comporta de forma lineal.



Figura 204. (a) Efecto de la carga hidráulica neta a la velocidad de ensuciamiento de la membrana medida en el contralavado. (b) representación en escala logarítmica de la velocidad de ensuciamiento medida en el contralavado frente a la carga hidráulica neta.

Realizando una regresión lineal en la Figura 204 (b), obtenemos la ecuación de cómo ha influido la carga hidráulica a la velocidad del incremento de presión transmembrana con respecto al tiempo medida en el ciclo de contralavado, siendo esta ecuación la siguiente:

$$Log(\frac{d(PTM_c)}{dt}) = 0.054 \cdot Jnet - 1.5123$$
 r²=0.9925

Siendo:

 $d(PTM_c)/dt$.- Incremento de la presión transmembrana en el contralavado con respecto al tiempo (velocidad de ensuciamiento medida en el ciclo de contralavado) en Kpa/día. Jnet.- Carga hidráulica neta en l/(m²h).

Al igual que en el caso anterior se ha realizado la representación del incremento de presión transmembrana con respecto al tiempo medido en el ciclo de filtrado frente a las distintas cargas hidráulicas en las que se ha trabajado en los distintos experimentos.

En la Figura 205 se representa el valor absoluto de la velocidad de incremento de la presión transmembrana con respecto al tiempo frente a los valores de carga hidráulica correspondientes, observándose, cómo no, al igual que en el caso anterior la misma tendencia, y se verifica que el ensuciamiento afecta de forma proporcional tanto al incremento de presión en el ciclo de contralavado como al incremento de presión en el ciclo de filtrado y, al igual que en el caso anterior, al ir incrementándose la carga hidráulica, la velocidad de ensuciamiento incrementa proporcionalmente hasta valores de Jnet=20.57 l/(m²*h), aumentando bruscamente para la carga hidráulica de Jnet=29.9 l/(m²*h).



Figura 205. (a) Efecto de la carga hidráulica neta a la velocidad de ensuciamiento de la membrana medida en el filtrado. (b) representación en escala logarítmica de la velocidad de ensuciamiento medida en el filtrado frente a la carga hidráulica neta.

Realizando como en el caso anterior una regresión lineal en la Figura 205(b), obtenemos la ecuación de cómo ha influido la carga hidráulica a la velocidad del incremento de

presión transmembrana con respecto al tiempo medida en el ciclo de filtrado, siendo esta ecuación la siguiente:

$$Log(\frac{d(PTM_f)}{dt}) = 0.066 \cdot Jnet - 1.8653$$
 r²=0.9939

Siendo:

 $d(PTM_f)/dt.$ -incremento de la presión transmembrana en el filtrado con respecto al tiempo (velocidad de ensuciamiento medida en el ciclo de filtrado) en Kpa/día Jnet.- Carga hidráulica neta en l/(m²h)

En la Figura 206 se representan las presiones iniciales calculadas a partir de la recta de regresión realizada (Tabla 30) frente a las distintas cargas hidráulicas, tanto para el ciclo de contralavado (Figura 206(a)) como para el ciclo de filtrado (Figura 206(b)).



Figura 206. (a) Presión inicial calculada para cada experimento en función del flujo neto aplicado en el medido en el ciclo de contralavado. (b) Presión inicial calculada para cada experimento en función del flujo neto aplicado en el medido en el ciclo de filtrado

Se observa en la Figura 206 que, independientemente de la velocidad de ensuciamiento que como se ha visto anteriormente es mayor conforme se aumenta la carga hidráulica, al aumentar la carga hidráulica la presión inicial tanto en el ciclo de filtrado como en el ciclo de contralavado, aumenta debido a la resistencia que opone la membrana, y se observa cómo se incrementa de una forma mayor cuando se trabajó con una carga

hidráulica de 29.9 l/(m²h). Teniendo en cuenta que según especificaciones del fabricante, la presión transmembrana de rotura de la membrana o la posibilidad de crear un ensuciamiento irrecuperable de la misma se encuentra a partir de valores de 50Kpa en el ciclo de filtrado y de 75 Kpa en el ciclo de contralavado, puesto que conforme aumentamos las cargas hidráulicas aumenta la presión transmembrana inicial y la velocidad con la que se ensucia la membrana, por eso las limpiezas químicas aumentarán considerablemente al trabajar con cargas hidráulicas altas.

Teniendo en cuenta el concepto de carga hidráulica crítica (Field et al., 1995) que es la carga hidráulica a la cual en la membrana se produce un incremento de presión transmembrana muy rápido, dejando de ser proporcional al incremento de presión, vistos los resultados experimentales, se considera que al trabajar por cargas hidráulicas de 29.9 l/(m²*h) se está por encima de la carga hidráulica crítica que tiene la membrana y no es viable operar correctamente debido a que el ensuciamiento se produce a una velocidad que provoca una necesidad de limpiezas químicas mayor, aumentando así el gasto de explotación por reactivos químicos y reduciendo el tiempo de vida útil de la membrana, y por lo tanto aumentando los costes de amortización de las mismas.

Por otro lado, tampoco interesa trabajar con cargas hidráulicas muy pequeñas debido a que éstas encarecerían los costes de instalación ya que para un mismo caudal a tratar se necesitaría más superficie de membrana y, lo que no es menos importante, el coste de explotación debido al consumo de aire asociado a esa membrana para crear una corriente de aire tangencial a la misma ya que este consumo de aire es constante e independiente del caudal a tratar, pues depende sólo de la superficie de membrana instalada.

Por lo tanto considerando todo lo anterior, se recomienda trabajar a una carga hidráulica lo mayor posible para disminuir los costes de aireación de la membrana, que pueden llegar a ser hasta del 38% de los costes energéticos asociados al proceso, siendo los costes energéticos un 37 % de los costes totales (Judd, 2006) y a cargas hidráulicas por debajo de la carga hidráulica crítica para reducir los costes de productos químicos que pueden encontrarse en torno al 15% de los costes totales (Judd, 2006) y también para

reducir los costes de sustitución de la membrana que están alrededor de un 15% de los costes totales (Judd, 2006).

En consecuencia, se considera que la carga hidráulica de 20.57 $l/(m^{2}*h)$ es aproximadamente la óptima para operar en el proceso de biorreactores de membrana utilizando las membranas Zenon[®] con las que se ha realizado la investigación y para las características del agua estudiada.

6.7.6. Estudio del ensuciamiento de la membrana mediante análisis de la distribución y tamaño de partículas en el permeado del biorreactor de membrana.

En este apartado del análisis y discusión de resultados se analizará el permeado que ha pasado a través de la membrana a lo largo de la investigación, de este modo se podrá ver el comportamiento de la membrana y la capacidad de filtración que tiene a lo largo del tiempo.

En la Figura 207 se muestra la evolución que han sufrido las partículas de 2 y 5 μ m a lo largo de los distintos experimentos donde fueron analizadas., se representan los análisis realizados en las sucesivas semanas de experimentación; los experimentos estan dispuestos en la gráfica según su evolución temporal.



Figura 207. Análisis de las partículas de 2 y 5 μm en el permeado a lo largo de las distintas fases de la investigación.

Hay que señalar que entre los distintos experimentos que se muestran en Figura 207 se realizó una limpieza química de la membrana mediante una disolución 1000 mg/l de HCLO durante 5 h. Se aprecia en la figura que tras cada limpieza química, es decir, entre cada uno de los experimentos, existe un pico en la concentración de partículas detectadas en el permeado.

Se observa en la Figura 207 la concentración de partículas de 2-5 µm a lo largo de las distintas fases de la investigación; hay que indicar que se instaló el módulo nuevo de membrana para el experimento 1 de la primera fase.

Se observa cómo en el experimento 1 de la fase 1 existe una mayor concentración de las partículas estudiadas durante las primeras semanas de operación para después descender la concentración en la semana 5, a partir de ahí la concentración de partículas en el permeado aumenta a medida que evoluciona el experimento. El comportamiento del experimento dos de la fase 1 es muy similar, hay una mayor cantidad de partículas en el permeado tras la limpieza química realizada entre los experimentos, disminuye la

concentración a la semana siguiente y empieza a incrementarse la concentración de partículas de 2 a 5 μ m en el permeado a medida que transcurre el experimento; en esta ocasión se detecta menos cantidad de partículas en el permeado al final del experimento; se indica que este experimento fue sensiblemente más corto de duración.

En estos dos primeros experimentos se observa que aun siendo nueva la membrana deja pasar cierta cantidad de partículas de pequeño tamaño aun con el paso de poro medio de 0.04 µm, menor al tamaño analizado mediante los experimentos; la pauta seguida por ambos experimentos fue la misma, es decir, mayor concentración de partículas al inicio para después disminuir la concentración e incrementarse nuevamente; esto puede ser debido a que al principio no existe ninguna biopelícula formada en la cara externa de la membrana(en contacto con el licor mezcla), de ahí que los datos que se muestran en las presiones transmembrana sean bajos (Figura 55, Figura 56). Esta relación entre formación de biopelícula con el aumento de la presión transmembrana ha sido demostrada por Miura et al. (2006). Otra investigación donde se asocia mediante el análisis de la distribución y tamaño de partículas en el permeado con la formación de una biopelícula es la de Leiknes y Odegaard (2007), que asocia la biopelícula formada en la membrana con el incremento de presión transmembrana, de modo que existen diferentes comportamientos en el análisis del tamaño y distribución de partículas dependiendo del ensuciamiento de la membrana.

Al formarse una biopelícula en la superficie externa de la membrana la capacidad filtrante de la misma aumenta, el posterior incremento en la concentración de partículas en el permeado puede ser debido un ensuciamiento en la cara limpia de la membrana, que crece con el tiempo.

El siguiente periodo de investigación que muestra la Figura 207 es el experimento 2 de la 3^{a} fase, Hay que señalar que en medio del experimento 2 de la fase III hubo una pequeña fuga en la conexión de las membranas con la bomba de permeado que se puede ver en la Figura 207; en la semana 3 aparece un incremento brusco en la cantidad de partículas detectadas en el efluente. Esto también se puede observar en la Figura 208 donde se ve un incremento de *E.coli* en medio de la experimentación.



Figura 208. *E.coli* a la salida, entrada y reactor biológico a en los experimento realizados en las fases II y III.

En el experimento 1 de la fase III se observa en la Figura 207, al igual que en experimentos anteriores, que existe una mayor concentración de partículas en la primera semana de experimentación para después disminuir y empezar a incrementarse de nuevo con el tiempo; el mecanismo de ensuciamiento propuesto para los dos primeros experimentos de la primera fase se cumple aquí también, además en esta ocasión está corroborado pues, como se aprecia en la Figura 208, al igual que en la primera semana de experimentación de la fase III, se detectó *E.coli*, que no se detectó en las semanas sucesivas de esta fase; de ahí que el incremento de partículas después de la primera semana existente en este experimento no puede deberse a partículas procedentes del interior del reactor biológico dado que se detectan coliformes pero no se detectan *E.coli*, por lo tanto esto sólo se puede deber a la formación de ensuciamiento en la cara limpia de la membrana.

En el experimento 2 de la fase III, ocurre exactamente igual que en el caso anterior, existe un incremento en la concentración de partículas en la primera semana de experimentación (Figura 207) que vino acompañado de la detección de *E.coli* (Figura
208); posteriormente disminuye la cantidad de partículas existentes en el permeado, para después empezar a incrementarse de nuevo, sin que aparezca más *E.coli* aunque la concentración de partículas aumente en el permeado, de ahí que ese incremento sólo pueda ser debido, como se ha comentado anteriormente, a un ensuciamiento en la cara limpia de la membrana, la que no está en contacto con el licor mezcla.

En el experimento 3 de la fase II, que fue el último realizado cronológicamente, se observa el mismo comportamiento en la evolución de las partículas en el permeado que en los experimentos previos. Existe una mayor concentración de partículas en la primera semana de experimentación para después disminuir e incrementarse nuevamente.

Por lo tanto, se observa un comportamiento repetitivo donde tras las limpiezas químicas existe un incremento en el número de partículas detectado en el permeado debido a que se elimina la biopelícula existente en la cara de la membrana que está en contacto con el licor mezcla; además, se observa que tras la primera fase de la investigación existe una mayor concentración de partículas inicial a partir del experimento 2 de la fase II, esto indica un deterioro de la membrana que no es muy significativo pero que hace que pueda pasar una cierta cantidad de E.coli tras las limpiezas químicas. Tras este pico inicial de concentración de partículas existe una disminución de las mismas, asociada a la creación de la biopelícula, esto hace que no pase más *E.coli* a través de la membrana. Posterior a este descenso en la concentración de partículas existente en todos los experimentos, hay un incremento en la cantidad de partículas en semanas sucesivas, sin que se detecte *E.coli*, esto indica que este ensuciamiento se ha estado dando en la cara limpia de la membrana ya que el tamaño del *E.coli* oscila entre los tamaños analizados y sólo podría venir del licor mezcla, al no detectarse este incremento en el número de partículas sólo se asocia a un ensuciamiento en la cara limpia de la membrana la que no está en contacto con el licor mezcla.

Por otro lado cabe remarcar que se fue disminuyendo la carga hidráulica aplicada a la membrana (Tabla 30) de los diferentes experimentos que aparecen en la Figura 207, sin que se aprecie que esta reducción de carga hidráulica hiciera que se detectaran menos

partículas en el efluente, como cabría esperar ya que se disminuye la presión transmembrana que se aplicó.

Tampoco se detecta que el incremento en la concentración de partículas en el permeado afecte a los parámetros físicos químicos analizados a lo largo del trabajo de investigación (DBO₅, DQO, SS, color, turbidez), obteniendo un efluente de gran calidad.

Otro aspecto muy importante a tener en cuenta, a parte del ensuciamiento de la cara limpia de la membrana, es el del efecto positivo que tiene la biopelícula a la hora de obtener un efluente de gran calidad. En un reciente estudio (Kang et al., 2007), se demuestra cómo una membrana con biopelícula formada era capaz de retener mayor cantidad de moléculas que cuando la membrana estaba nueva, pues elimina casi completamente las moléculas de alto peso molecular (>100kDa), y existe también reducción en la cantidad en compuestos con menor peso molecular; ésto es lógico y en otro nivel ocurre lo mismo en la macrofiltración.

Los resultados de la presente investigación, realizados mediante el análisis del tamaño y distribución de partículas en el efluente, confirman los obtenidos por Kang et al. (2007). Además, como se ha demostrado que hay una mayor eliminación de partículas cuando se forma la biopelícula en la membrana, el aspecto más importante a tener en cuenta es que esta biopelícula no deja el paso de *E.coli*, que es un indicador de contaminación fecal, este hecho es imprescindible para la posible reutilización del agua residual.

6.7.7. Efecto del ensuciamiento en la recuperación de la permeabilidad y efecto del influente en membranas de fibra hueca aplicadas a los BRM para tratamiento de aguas residuales urbanas.

En este apartado se analizarán los datos obtenidos en la cuarta fase de la investigación realizada en la universidad de Cranfield (Inglaterra).

Como se definió anteriormente la recuperación de la permeabilidad se puede expresar de la siguiente forma:

$$\% R = \frac{Kf - Ki}{Kf} \cdot 100$$

%R.- tanto por cien de recuperación de la membrana

Kf.- Permeabilidad final medida tras limpieza química.

Ki.- Permeabilidad inicial medida

Teniendo en cuenta los datos de permeabilidades obtenidos en los experimentos que se muestran en la Tabla 21, se realiza el cálculo de la recuperación de la permeabilidad de las distintas secciones del módulo analizado, tras la primera limpieza química con NaOH y NaOCl y tras la segunda limpieza química con ácido cítrico como se muestra en la Figura 209.





En la Figura 209 se observa cómo el tanto por cien de la recuperación de la membrana fue uniforme tanto para la primera limpieza química llevada cabo como para la segunda, siendo de un 61.16 ± 8.22 % tras la limpieza con 1% de NaOH y 0.1% NaOCl y de un 70.31 ± 6.16 % tras la limpieza con ácido cítrico. Como las limpiezas químicas fueron consecutivas, como se muestra en la Figura 153, estos porcentajes obtenidos quieren decir que el 61.16 % de la suciedad eliminada en el módulo era de naturaleza orgánica ya que la limpieza con NaOH y NaOCl está enfocada a eliminar este tipo de compuestos, y que el 9.15 % de la suciedad eliminada era de naturaleza fundamentalmente inorgánica ya que el ácido cítrico se usa para eliminar este tipo de suciedad; quedó sin poder eliminarse un 29.69 % de suciedad tras las dos limpiezas químicas, asociando ésta a suciedad irrecuperable con la limpieza realizada.

Una forma de ver más claramente la recuperación de la permeabilidad de la membrana tras las limpiezas químicas, es considerando la permeabilidad virgen de la membrana; como ya se comentó anteriormente se puede expresar la recuperación de la siguiente forma:

$$\% Rv = \frac{Kf - Ki}{Kv - Ki} \cdot 100$$

%Rv.- tanto por cien de recuperación de la membrana considerando la permeabilidad de la membrana nueva.

Kf.- Permeabilidad final medida tras limpieza química.

Ki.- Permeabilidad inicial medida

Kv.- Permeabilidad virgen de la membrana

Siendo la permeabilidad virgen para las membranas estudiadas de **562** $l/(m^2 h bar)$, y teniendo en cuenta los valores de permeabilidad obtenidos en los experimentos que se muestran en la Tabla 21, se puede calcular el tanto por cien que recupera la membrana tras las sucesivas limpiezas químicas realizadas (Tabla 31).

	Ka, l/(m ² h bar)	Kb, l/(m ² h bar)	$\Delta Kab,$ l/(m ² h bar)	% Rv _a	Kc, l/(m ² h bar)	$\Delta Kac,$ l/(m ² h bar)	$\Delta Kbc,$ l/(m ² h bar)	%Rv _b
Alper1	358.43	740.24	381.82	187.52	873.62	515.20	133.38	253.02
A2per1	115.15	403.49	288.34	64.52	505.31	390.16	101.82	87.31
B1per1	105.81	319.89	214.08	46.92	446.01	340.20	126.12	74.57
B2per1	61.66	203.74	142.08	28.39	240.19	178.53	36.45	35.68
C1per1	114.52	262.31	147.79	33.03	367.40	252.88	105.09	56.51
C2per1	73.35	224.41	151.06	30.91	300.21	226.86	75.80	46.42
A1per2	57.49	110.26	52.77	10.46	153.05	95.57	42.80	18.94
A2per2	72.54	220.42	147.89	30.21	285.43	212.90	65.01	43.49
B1per2	52.59	102.46	49.87	9.79	137.00	84.42	34.55	16.57
B2per2	75.62	209.63	134.01	27.55	258.69	183.07	49.05	37.64
C1per2	79.88	211.36	131.47	27.27	286.79	206.91	75.44	42.91
C2per2	75.80	193.31	117.51	24.17	260.86	185.06	67.55	38.06

Tabla 31. Recuperación de la permeabilidad con respecto a la permeabilidad virgen de las membranas en la fase IV.

En la Tabla 31 se muestra que la recuperación de la permeabilidad de la sección A1-1 es mayor del 100 % tanto para la primera limpieza química como para la segunda, esto quiere decir que la permeabilidad obtenida tras las limpiezas químicas es mayor que la permeabilidad virgen de la membrana, esto sólo puede ocurrir en caso de que la membrana esté dañada.

En la Figura 210 se muestra el tanto por cien de la recuperación de la permeabilidad de la membrana teniendo en cuenta la permeabilidad virgen tras la limpieza química realizada con NaOH y NaOCl; se han representado los valores en función de su permeabilidad inicial.



Figura 210. Recuperación de la permeabilidad con respecto a la permeabilidad virgen de la membrana, en función de la permeabilidad inicial tras la limpieza con 1% NaOH+0.1% NaOCl en la fase IV de la investigación.

Y en la Figura 211 se muestra la recuperación de la membrana teniendo en cuenta la permeabilidad virgen de la membrana tras la limpieza con ácido cítrico; se representan los datos, al igual que en caso anterior, de menor a mayor permeabilidad inicial.



Figura 211. Recuperación de la permeabilidad con respecto a la permeabilidad virgen de la membrana, en función de la permeabilidad inicial tras la limpieza con 1% de ácido cítrico en la fase IV de la investigación.

Tanto en la Figura 210 como en la Figura 211 se observa que la recuperación de la permeabilidad de la membrana está en función de la permeabilidad inicial, de modo que cuanto más sucia está la membrana más le ha costado recuperarse tras las sucesivas limpiezas químicas.

Esto da una idea de cómo ha estado funcionando el módulo de membrana real. Como se ha comentado anteriormente, se observa que la sección A1-1 está dañada, esto es corroborado por los análisis de integridad realizados (Figura 157; Figura 163), los análisis de SEM (Figura 165;Figura 166;Figura 167) y los de SEM/EDX (Figura 181). En estos últimos se ve que el causante de los daños en la membrana fueron pequeñas piedras de material siliceo que rayaron la superficie de la membrana; estas piedras también fueron detectadas en la sección B1-1 (Figura 183;Figura 184) del módulo de membrana, pero sin que se vea tanto en los análisis de permeabilidad como en los de integridad que esté tan dañada como la sección A1-1.

Como se observa en el esquema de distribución de los módulos de membrana (Figura 143), la sección A1-1 es la más cercana a la toma del efluente, además esa cara del

módulo de membrana no estaba protegida por la pared del biorreactor como lo está la cara 2. Observando la Tabla 31 se aprecia que las secciones alrededor del la parte A1-1 del módulo tienen una permeabilidad mayor, esto quiere decir que están menos sucias que las secciones del módulo que se encuentran más alejadas; se observa claramente cómo la permeabilidad de las membranas situadas en la cara 2 del módulo es menor que las de la cara1, también se observa cómo las secciones de la cara 1 que se encuentran más retiradas (B2-1; C2-1) de la sección dañada (A1-1), también tienen menor permeabilidad.

La media de las permeabilidades iniciales que se muestran en la Tabla 31 es de $103.57\pm82.95 \text{ l/(m}^2 \text{ h bar})$. Con esta permeabilidad, según la ecuación que se muestra en la Figura 211, se recuperaría el módulo un 62% tras las limpiezas químicas, sin embargo una mala distribución de flujos en el módulo a causa del deterioro de la membrana en la sección A1-1 hace que se encuentren secciones que recuperen sólo el 16 % y el resto es un ensuciamiento irrecuperable.

Por lo tanto, con los datos obtenidos anteriormente, se pone de manifiesto la gran importancia que tiene el que no se dañe la membrana en ninguna de sus partes porque esto hace que haya una mala distribución de flujos en el interior y se ensucian algunas partes dentro del módulo más que otras; como se ha comentado anteriormente, la capacidad de recuperación de la membrana está en función de la permeabilidad inicial, en consecuencia cuando una de las secciones del módulo se encuentra muy sucia disminuye drásticamente la capacidad de recuperar la permeabilidad debido a ensuciamientos irrecuperables en la membrana, que hacen que la vida útil del módulo disminuya, tanto por ser dañado por partículas como por el consecuente mal funcionamiento posterior.

En consecuencia a lo anteriormente comentado, se pone de manifiesto la gran necesidad de pretratamientos muy eficaces en la tecnología de los biorreactores de membrana para así aumentar la vida útil de las membranas o incluso trabajar con un decantador primario previo al biorreactor de membrana que es como se ha estado trabajando en las tres primeras fases de la investigación.

CONCLUSIONES

7. CONCLUSIONES

Después de terminar las interrelaciones entre las variables, habiéndose hecho el estudio sistemático de los parámetros, así como la comprobación de muchos datos con el barrido bibliográfico realizado y dadas las características de variaciones térmicas que se han tenido durante la investigación, se ha considerado oportuno para clasificar los resultados separarlos en 3 apartados.

Uno donde se comprueba la concordancia, o no, con otras investigaciones, otro los aspectos donde no se han encontrado estudios definitivos de este sistema y por último el establecimiento de unas recomendaciones previas para las pocas plantas del sistema de biorreactores de membrana que actualmente están en servicio en nuestro país y para los nuevos diseños; a partir sobre todo de este último apartado, pero también de las dudas de los dos anteriores, nacen las nuevas líneas de investigación que se expondrán al final, tras las conclusiones.

7.1. CONCLUSIONES CONTRASTADAS.

Como se acaba de decir se hace aquí hincapié en la confirmación de muchos de los resultados que han sido referenciados de forma similar con el estudio sistemático realizado.

 El consumo de aire en el reactor biológico es directamente proporcional al incremento de los MLSS. Con valores en torno a los 7000 mg/l de MLSS y con tiempo de retención hidráulico en torno 8 h se alcanzan los rendimientos requeridos en cuanto a eliminación de materia orgánica; bajar la concentración de los sólidos en el licor mezcla, obliga a un aumento proporcional del tiempo de retención (MLSS 4000 mg/l, TRH 12h), estas últimas condiciones absorben las puntas en materia orgánica que se puedan dar en la estación depuradora, ya que se consiguen mejores rendimientos de eliminación.

- 2) Con la membrana utilizada de 0.04 μ m se consigue la eliminación prácticamente total de *E.coli* y de los virus (colifagos).
- 3) Con los 7000 mg/l de MLSS como valor óptimo de funcionamiento y un TRC en torno a 80 días se alcanzan, no sólo valores del 75% de eliminación del fango, sino también una reducción de volátiles del 30% de los fangos biológicos utilizados.
- 4) Con el valor óptimo de 7000mg/l de MLSS se necesita incrementar al menos hasta 11h de TRH para alcanzar una correcta nitrificación, incluso se consigue una reducción importante del nitrógeno total.
- 5) La carga hidráulica superficial de la membrana es directamente proporcional a la velocidad de ensuciamiento, hasta lo que se define, aquí, como punto crítico a partir del cual la carga hidráulica de la membrana tiene un comportamiento en su ensuciamiento, logarítmico.

7.2. APORTACIONES ORIGINALES.

De las interrelaciones de las distintas variables para conocer la influencia sobre el funcionamiento y comportamiento del sistema, se pueden considerar algunas ecuaciones deducidas en esta investigación como aportaciones originales al conocimiento; de la misma forma, otros de los ensayos del comportamiento de la membrana no se han encontrado con el mismo sentido en ninguna de las investigaciones contrastadas, de aquí que se consideran las siguientes aportaciones, como originales.

1) De las variables estudiadas que afectan al proceso como son: la temperatura, la concentración de MLSS y el TRH, es esta última la que mayor incidencia tiene y por lo tanto para un predimensionamiento rápido y bastante preciso se debe de utilizar la ecuación $\eta_{DBO5_{Elim.}} = 0.5077 \cdot TRH + 90.622$.

- 2) La influencia de la temperatura es sustancialmente representativa en la eliminación de fango, un incremento de ésta produce una separación entre el TRC_{teórico} y el TRC_{experimental} según la siguiente ecuación $TRC_{experimental} = TRC_{teórico} + 3.985 \cdot T^a 38.585$.
- 3) Con las membranas utilizadas, el punto crítico de carga hidráulica está en torno a 21 l/(m²h), este valor no se debe sobrepasar para evitar un ensuciamiento rápido, si se trabaja con aguas de similares características a las del presente estudio.
- 4) Mediante el análisis del tamaño y distribución de partículas entre 2 y 5 μm y del recuento de *E.coli* en el permeado, se demuestra que con el tiempo aparece lógicamente, una biopelícula en la cara sucia de la membrana y un ensuciamiento en la cara limpia, que desaparece parcialmente con las limpiezas químicas.
- 5) La recuperación de la permeabilidad, está en función de la permeabilidad inicial de la membrana, pero cualquier daño que se haya sufrido en alguna sección hace que se provoque una mala distribución de flujos y que partes del módulo de membrana queden muy sucias; este ensuciamiento es irrecuperable, reduce considerablemente la superficie útil de la membrana e implica necesariamente un gasto de reposición.

7.3. RECOMENDACIONES.

Tomando como base las consideraciones anteriores y todo el proceso de investigación desarrollado, se quiere dar relevancia a los siguientes puntos, que pueden considerarse también como conclusiones y que se concretan en unas recomendaciones para las plantas de este tipo que ya están funcionando, para nuevas construcciones o rehabilitaciones y, por que no, para los fabricantes de este tipo de membranas.

- El incremento de los MLSS por encima de los 7000 mg/l no justifica el consumo energético, ni para alcanzar mayores rendimientos, ni para conseguir una mejor digestión de los fangos.
- 2) El TRH necesario para obtener unos resultados adecuados, minimizando los costes de explotación, debe estar en torno a medio día (12 h), con esto se consigue aumentar en 3 veces el caudal admitido en una planta convencional de oxidación prolongada, permitiendo por tanto en una rehabilitación de una instalación de este tipo multiplicar por 3 la población equivalente servida.
- 3) Con el fin de evitar el daño en las membranas con partículas de naturaleza inorgánica, se recomienda que en plantas de nueva construcción donde la población no sea superior a 30000 habitantes equivalentes deberá considerarse, siempre que se pueda, la construcción de decantadores digestores como tratamiento primario. Si la superficie o las condiciones del terreno no lo permiten o el incremento de la población no lo justifica, el pretratamiento de este tipo de plantas debe tener un tamizado de entre 1 y 2 mm, y se debe sobredimensionar el desarenador, para tener un control sobre la permeabilidad de las membranas y minimizar los defectos que se puedan ocasionar.
- 4) Se recomienda trabajar a una carga hidráulica lo mayor posible para disminuir los costes de aireación de la membranas, pero sin superar la carga hidráulica crítica que haría que las membrana se ensuciara muy rápido, incrementando los costes de explotación debido a las limpiezas químicas y a la sustitución de las membranas por el rápido deterioro de las mismas.

- 5) Con el fin de garantizar tras la limpieza química, la no aparición de *E.coli*, con membrana de ultrafiltración de tamaño de poro de 0.04 μm, sería conveniente que la primera semana de funcionamiento se realizara un control de calidad por si se precisara la puesta en funcionamiento de cualquier desinfección; tras este tiempo, el control no sería preciso hasta la siguiente limpieza química.
- Existe una pequeña fracción de color en el permeado de los biorreactores de membrana con membranas de 0.04 μm en el tratamiento de aguas residuales urbanas.
- 7) El jefe de planta de este tipo de instalaciones debe tener unos conocimientos previos sobre las particularidades de los biorreactores de membrana para minimizar el daño que se les pueda provocar a las membranas, ya que éstas son una de las partes más caras de los equipos.

LÍNEAS FUTURAS DE INVESTIGACIÓN

8. LÍNEAS FUTURAS DE INVESTIGACIÓN.

Como en cualquier investigación donde se abre un abanico de posibilidades para el conocimiento de un problema, siempre aparecen nuevas líneas que fijan objetivos no marcados y por lo tanto nuevas investigaciones; de ahí que para continuar profundizando en algunos aspectos de la presente investigación se proponen las siguientes líneas.

- Comprobación de las ecuaciones de los parámetros de diseño en plantas reales y optimización de estas, así como el funcionamiento de la instalación.
- Profundizar en el comportamiento del sistema en todo el ciclo del nitrógeno con o sin zonas anóxicas destacables.
- Tiempo de retención de los fangos para optimizar y reducir la cantidad de fango biológico producido en el proceso de depuración.
- El estudio del incremento de los sólidos en suspensión dentro del reactor, para la comprobación del ensuciamiento en los diferentes tipos de membrana.
- 5) Estudio de los diferentes tipos de membrana para minimizar las limpiezas químicas en función del ensuciamiento.

BIBLIOGRAFÍA

9. BIBLIOGRAFÍA.

- ✓ Adams, M. H. (1959) Bacteriophages. Interscience, Publisher N.Y. 443-451.
- ✓ Al-Malack, M.H. and Anderson, G.K. (1997) Use of crossflow microfiltration in wastewater treatment, *Wat. Res.* Vol 31 N° 12. pp 3064-3072.
- ✓ APHA, AWWA,WEF, (1992) Standard Methods for the examination of water and wastewater, 18th ed., American Public Health Association, Washington, DC.
- ✓ Ardern, E. and Lockett, W.T. (1914) Experiment on the oxidation of sewage without the aids of filters, J. Soc. Chem. Ind, 33:523-39.
- Arrojo, B.; Mosquetera-Corra, A.; Garrido, J.M.; Méndez, R.; Ficara, E.; Malpei, F. A. (2005) Membrane coupled to a sequencing bath reactor for water reuse and removal of coliform bacteria, *Desalination* 179, 109-116.
- ✓ AWWARF, LE, WRCSA, (1998), Tratamiento del agua por procesos de membrana, principios, procesos y aplicaciones. Edit. Mc Graw Hill.
- ✓ Aya, H. (1994).Modular membranes for self-contained reuse system. War Qual. Intl. 4,21-22.
- Beg, S. A.; Hassan, M.M.; y Chaudry, A.S. (1995) Multi-substrate analysis of carbon and nitrification in an upflow packed-bed biofilm reactor, *J. Chem. Tech. Biotechnol*, 64:367-378.
- ✓ Bemberis, I.; Hubbard, P.J. and Leonard, F.B. (1971) Membrane sewage treatment systems-potencial for complete wastewater treatment, *Amer. Soc. Agric. Eng. Winter Mtg.*, 71-878, 1-28.
- ✓ Bitton, G. (1994) Wastewater Microbiology, Wiley-Liss. New York.

- ✓ Bouhabila, E. H.; Aïm, R. B.; Buisson, H. (2001) Fouling characterisation in membrane bioreactors, *Separation and Purification Technology* 22-23 123–132.
- ✓ Buisson, H.; Côte, P.; Praderie, M. and Paillard, H. (1998) The use of immersed membranes for upgrading wastewater treatment plants, *Water Science and Technology*, 37(9): 89-95.
- ✓ Chandran, K. and Smets, B. F. (2000) Applicability of two-step Models in Estimating Nitrification Kinetics From Bath Respirograms Under different Relative Dynamics of Smmonia and Nitrite Oxidation, *Biotechnology and bioengineering*, vol 70 N^o 1.
- Chang, I.S.; Le Clech, P.; Jefferson, B. and Judd, S. (2002) Membrane fouling in membrane bioreactor for wastewater treatment, *Journal of environmental engineering*. Vol. 128, Nº 11 1018-1028.
- ✓ Chiemchaisri, C.; Wong Y.K.; Urase T. and Yamamoto K. (1992) Organic stabilization and nitrogen removal in membrane separation bioreactor for domestic wastewater treatment, *Water Science and Technology*. 25(10) 231-240.
- ✓ Choate, E.T.; Houldsworth, D. and Butler, G.A. (1983) Membrane enhanced anaerobic digestor. *Proc.* 37th *Industrial Waste Conf.*, Purdue University, Ann Arbor Science, Ann Arbor, USA, 661-665.
- Choo, K.H. and Stensel, H.D. (2000) Sequencing bath membrane reactor treatment: Nitrogen removal and membrane fouling evaluation. *Wat. Envirom. Res.* 72, 492-498.
- Chow, B., and. Roberts, P. (1979) Halogenated organics production in sewage disinfection with chlorine dioxide and chloride. *Presented at the National Conference On Environmental Engineering Process*. July 9-11th. San Francisco, California, USA. Published by ASCE.

- ✓ Churchouse, S. and Wildgoose, D. (1999) Membrane biorreactor hit the big time-from lab to full-scale application. MBR2-Proc. 2nd Intl. Mtg. Membrane biorreactor for wastewater treatment, Cranfield University, Cranfield, UK, 14pp.
- Cicek, N.; Winnen, H.; Suidan, M.T.; Wrenn, B.E.; Urbain, V. and Manem, J. (1998) Effectiveness of the membrane bioreactor in the biodegradation of high molecular weight compounds, *Wat. Res.*, 32 1553-1563.
- Codd, G.A.; Edwards, C.; Beattie, K.A.; Lawton, L.A.; Campbell, D.L. and Bell S.G. (1995). Toxin from cyanobacteria (blue-grenn algae). In wiessner, W., Schnept, E. y Starr, R.C. (eds). *Algae, environment and human affairs. Biopress*, Bristol.
- Cooper, W.J.; Villate, J.T.; Oh, E.M.; Slifker, R.A.; Parsons, F.Z. and Graves, G.A., (1986) Formation of organohalogen compounds in chlorited secondary wastewater effluent, *Proceedings Of The Fifth Conference On Water Chlorination. Chemistry, Environmental Impact And Health Effects.*
- Côté, P.; Buisson, H.; Pound, C. and Arakaki, G. (1997). Immersed membrane activated sludge for the reuse of municipal wastewater. *Desalination* 113(2-3): 189-196.
- Côté, P.; Masini, M. and Mourato, D. (2004) Comparison of Membrane options for water reuse and reclamation. *Desalination* 167 1-11.
- ✓ Defrance, L. and Jaffrin, M.Y. (1999) Comparison between filtrations at fixed transmembrane pressure and fixed permeate flux: application to a membrane bioreactor used for wastewater treatment, *Journal of Membrane Science* 152 203-210.
- ✓ Defrance, L.; Jaffrin, M.Y.; Gupta, B.; Paullier, P.; Geaugey, V. (2000) Contribution of various constituents of activated sludge to membrane bioreactor fouling, *Bioresource Technology* 73 105-112.

- ✓ Echarri, L. (1998) Ciencias de la tierra y del medio ambiente, Edit. Teide.
- ✓ Ferrer Polo, J y Seco Torrecillas, A. (2003) Tratamientos biológicos de aguas residuales, Edit, Universidad Politécnica de Valencia, Valencia, España.
- ✓ Field, R.W.; Wu, D.; Howell, J.A. and Gupta, B.B. (1995) Critical flux concept for microfiltration fouling, *J. membr. Sci.*, 100, 259-272.
- ✓ Fried, J. (1985) Report for the Commission of the European Communities (European Institute for Water). Proc. Workshop on Groundwater Protection Against Pollution by nitrates. Varese. 26-47.
- ✓ Gander, M.; Jefferson, B. and Judd, S. (2000a) Aerobic MBRs for domestic wastewater treatment: a review with cost considerations. *Separation and Purification Technology* 18 119–130.
- ✓ Gander, M.A.; Jefferson, B. And Judd, S.J. (2000b) Membrane bioreactors for use in small wastewater treatment plants: membrane materials and effluent quality. *Water Science and Technology* 41 205-211.
- ✓ Ghyoot, W.; Vandaele, S. and Verstraete, W. (1999) Nitrogen Removal from sludge reject water with a membrane-assisted bioreactor. *Water Research* 33(1) 23-32.
- ✓ Ghyoot, W. and Verstraete, W. (1999) Reduced sludge production in a two-stage membrane-assisted bioreactor, *Wat. Res.* Vol. 34, No. 1, pp. 205-215.
- ✓ Gómez Nieto, M. A. y Hontoria García, E. (2003) Técnicas analíticas en el control de la ingeniería ambiental. Edit. Universidad de Granada, Granada España.

- ✓ Gunder, B. (2001) The Membrane-Coupled Activated Sludge Process in Municipal Wastewater Treatment. USA. Publisher: (Technomic Publ Co, Ltd., Lancaster, Pa.).
- ✓ Hardt, F.W.; Clesceri, L.S.; Nemerow, N.L. and Washington, D.R. (1970) Solids separation by ultrafiltration for concentrate activated sludge. J. Wat. Pollunt. Control Fed. 42, 2135-2148,.
- Hasar, H.; Kmaci, C.; Unlü, A. and Ipek, U. (2001) Role of intermittent aeration in domestic wastewater treatment by Submerged membrane activated sludge system. *Desalination* 142 287-293.
- ✓ Henze, M. Grady, C.P.L. Jr; Gujer, W.; Marais, G.v.R. and Matsuo, T. (1987). Activated Sludge Model N^o 1, IAWPRC, London.
- ✓ Henze, M.; Gujer, W.; Marais, G.v.R. and Matsuo, T. (1995). Activated Sludge Model N° 2, IAWPRC, London.
- ✓ Hernandez, A. (2001). Depuración y desinfección de aguas residuales. Colegio de ingenieros de caminos, canales y puertos, colección seinor. Madrid.
- ✓ Holdway, P.A.; Watson, R.A. and Moss B. (1978) Aspect of the ecology for prymnesim parvum (Haptophyta) and water chemistry in the Norfolk broads, *England Freswat. Biol.*8:295-311.
- ✓ Hontoria, E.; Gonzalez, F.J.; Gómez, M.A. y Moreno, B. (2003). Reutilización de las aguas residuales urbanas. Edit. Placido Granada, España.
- ✓ Ingraham, J.L. and Ingraham, C.A. (1998) Introduction to Microbiology. Edit. Reverte S.A.
- ✓ Judd, S. (2006). The MBR book: Principles and applications of membrane bioreactors in water and wastewater treatment. Edit. Elsevier.

- ✓ Kang, S.; Lee, W.; Chae, S. and Shin H. (2007) Positive role of biofilm during the operation of bioreactor for water reuse. *Desalination* 202 129-134.
- ✓ Krampe, J. and Krauth, K. (2003) Oxygen transfer into activated sludge with high MLSS Concentrations, *water Science and Technology* Vol 47 No 11 pp 297–303.
- ✓ Leiknes, T. and Odegaard, H. (2007) The development of a biofilm membrane bioreactor. *Desalination* 202 135-143.
- ✓ Lim, A.L. and Bai, R. (2003) Membrane fouling and cleaning in microfiltration of activated sludge wastewater, *Journal of Membrane Science* 216 279–290.
- Lübbecke, S.; Vongelpohl, A. and Dewjanin, W. (1995) Wastewater treatment in a biological high-performance system with high biomass concentration. *Wat. Res.* Vol. 29, N°3, pp 793-802.
- ✓ Madoni, P.; Davoli, D. and Gibin, G. (1999) Survey of filamentous microorganisms from bulking and foaming activated-sludge plans in italy. *Wat. Res.*, Vol. 34, N°6, pp 1767-1777.
- ✓ Mahne, I.; Princi, A. and Megusar, F. (1996) Nitrification/Denitrification in nitrogen high-strength liquid wastes. *Wat. Res.* 30(9) 2107-2111.
- ✓ Malfeito, J. J.; Palacios, E.; Gutiérrez, M. (2004) Optimización de los parámetros de operaciones de un biorreactor de membrana (RBM). *Residuos; revista técnica*; 14(77):78-82.
- Mansell, B.; Kuo, J.; Tang, C.; Thompson, S.; Jackson, J.; García, A.; Gabrielian, E.; Horvath, R. and Stahl, J. (2004) Comparison of two membrane bioreactors and an activated sludge plant with dual-media filtration: nutrient and priority pollutants removals. *Conference Proceeding, Annual Technical*

Exhibition & conference, 77 th, New Orleans, LA, United States, Oct. 2-6, , 608-620.

- ✓ Mansell, B.O. and Schroeder, E.D. (1999) Biological Denitrification in a continuous flow membrane reactor. *Wat. Res.* 33(8) 1845-1850.
- ✓ Melin, T.; Jefferson, B.; Bixio, D.; Thoeye, C.; De Wilde, W.; De Koning, J.; van der Graaf, J. and Wintgens, T. (2006) Membrane bioreactor technology for wastewater treatment and reuse. *Desalination* 187 271-282.
- Metcalf and Eddy, (1995). Ingeniería de aguas residuales, tratamiento, vertido y reutilización. Edit. Mc Graw Hill, Tercera edición.
- Miura, Y.; Watanabe, Y. and Okabe, S. (Published on WEB 2006) Membrane biofouling in pilot-Scale Membrane Biorreactors (MBRs) treating municipal wastewater: Impact of biofilm formation. *Environ. Sci. Technol.*
- ✓ Monod, J. (1949) The Growth of bacterial cultures. Ann Rev. Microbiol., vol 3,.
- ✓ Muller, E.B.; Stouthamer, A. H.; van Verseveld, H.W. and Eikelboom, D.H. (1995) Aerobic domestic waste water treatment in a pilot plant with complete sludge retention by cross-flow filtration, *Wat. Res.* Vol 29, pp. 1179-1189,.
- ✓ Nagaoka, H. (1999) Nitrogen removal by submerged membrane separation activated sludge process, *Wat. Sci. Tech.* Vol. 39, N° 8, pp 107-114.
- ✓ Nanqi, R.; Zhaobo, C.; Xiangjing, W.; Dongxue, H. and Aijie, W. (2005) Optimized operational parameters of a pilot scale membrane bioreactor for highstrength organic wastewater treatment, *International Biodeterioration & Biodegradation* 56 216-223.
- ✓ Norma Española UNE-EN ISO 7027. (1999) Calidad del Agua. Determinación de la turbiedad.

- ✓ Norma Española UNE-EN ISO 7887 (1994) Calidad del Agua. Examen y determinación del color.
- ✓ Norma Española UNE-EN ISO 9308-01. (2001) Calidad del Agua. Detección y recuento de *Escherichia coli* y de bacterias coliformes.
- ✓ Parameshwaran, K.; Visvanathan, C. and Ben Aim, R. (1999) Membrane as solid/liquid separator and air diffuser in bioreactor, *J. Envir. Eng.*, 125(9), 825-834.
- ✓ Prescott, L. M.; Harley, J.P. and Klein, D. A. (1999) *Microbiología*. Mc Graw Hill. Interamericana. Madrid.
- Ren, N.; Chen, Z.; Wang, A.; Hu, D. (2005) Removal of organic pollutants and analysis of MLSS-COD removal relationship al different HRTs in a submerged membrane bioreactor. *International Biodeterioration and Biodegradation* 55 279-284
- ✓ Ronzano, E. y Dapena, J.L. (2002) Tratamiento biológico de las aguas residuales, edit. Diaz de Santos. Madrid España.
- ✓ Rosenberger, S.; Kruger, U.; Witzig, R.; Manz, W.; Szewzyk, U. and Kraume, M. (2002) Performance of a bioreactor with submerged membranes for aerobic treatment of municipal waste water. *Wat. Res.* 36(2): 413-420.
- ✓ Schwarz, A.O.; Rittmann, B.E.; Crawford, G.V.; Klein, A.M. and Daigger, G.T. (2006) Critical review on the effects of mixed liquor suspended solids on membrane bioreactor operation. *Separation Science and Technology* 41(7), 1489-1511.
- ✓ Smith, C.V.; Gregorio, D.O. and Talcott, R.M. (1969) The use of ultrafiltration membranes for activated sludge separation, *Proc 24rd Ind. Waste Conf.*, Purdue University, Ann Arbor, USA, 1300-1310.

- ✓ Stephenson, T.; Judd, S. and Jefferson B, Brindle K. (2002). Membrane bioreactor for wastewater treatment, edit. IWAI Publishing, Cornwall, U.K.
- Suwa, Y.; Suzuki, T.; Toyohara, H.; Yamagishi, T. and Urushigawa, Y. (1992) Single.stage, single.sludge nitrogen removal by an activated sludge process with cross flow filtration, *Wat. Res.* 26, 1149-1157.
- Tardieu, E.; Grasmick, A.; Geaugey, V. and Manem, J. (1998) Hydrodynamic control of bioparticle deposition in a MBR applied to wastewater treatment, J. *Mem. Sci.* 147, 1-12.
- ✓ Tazi-pain, A.; Shorotter, J.C.; Bord, G.; Payreaudeau, M. and Buisson, H. (2002) Recent Improvement of the BIOSEP[®] process for industrial and municipal wastewater treatment. *Desalination* 146 439-443.
- Till, S.W.; Judd, S.J. and Mcloughlin, B. (1998) Reduction of faecal coliform bacteria in sewage effluent using a microporous polymeric membrane, *Wat. Res.* 32 1417-1422.
- ✓ Ueda, T. and Horan, N.J. (2000) Fate of indigenous bacteriophage in a membrane bioreactor, *Wat. Res.*, 34 (7) 2151-2159.
- Urbain, V.; Mobarry, B.; De Silva, V.; Stahl, D.A.; Rittmann, B.E. and Manem, J. (1998) Integration of performance, molecular biology and modelling to describe the activated sludge process. *Water Science and Technology* 37(4-5): 223-229,.
- ✓ Van der Roest, H.F.; Lawrence, D.P. and Van Bentem, A.G.N. (2002) Membrane bioreactors for municipal wastewater treatment, Edit. IWAI Publishing, Cornwall, U.K.

- ✓ Wei, Y.; Van Houten, R.T.; Borger, A.R.; Eikelboom, D.H. and Fan, Y. (2003) Minimization of excess sludge production for biological wastewater treatment. *Wat. Res.* 37 4453-4467.
- ✓ Wen, X.; Ding, H.; Huang, X. and Liu, R. (2004) Treatment of hospital wastewater using a submerged membrane bioreactor. Process Biochemistry 39 1427-1431.
- Wisniewski, C. and Grasmick, A. (1998) Floc size distribution in a membrane bioreactor and consequences for membrane fouling. *Colloids and Surfaces, A: Physicochemical and Engineering Aspects* 138 403-411.
- Witgens, T.; Rosen, J.; Melin, T.; Brepols, C.; Drensla, K. and Engelhardt, N. (2003) Modelling of a membrane bioreactor system for a municipal wastewater treatment, *Journal of Membrane Science* 216 55-65.
- ✓ Xing, C.H.; Tardieu, E.; Qian, Y.; Wen, X.H. (2000) Ultrafiltration membrane bioreactor for urban wastewater reclamation, *Journal of Membrane Science*, 177(1-2), 73-82.
- Yang, W.; Cicek, N. and Ilg, J. (2006) State-of-art of membrane bioreactors: Worldwide research and commercial applications in North America, *Journal of membrane Science*, 270 201-211.
- ✓ Yoon, S.H.; Kim, H.S.; Park, J.K.; Kim, H. and Sung, J.Y. (1999) Influence of important operational parameters on performance of a membrane biological reactor, *Proc. Membrane Technology in Environmental Management*. Tokyo, 278-285.
- ✓ Yoon, S.H.; Kim, H.S.; Yeom, I.T. (2004) The optimum operational condition of membrane bioreactor (MBR): Cost estimation and sludge treatment. *Wat. Res.* 38 37-46.