



UNIVERSIDAD DE CHILE
FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS Y MATEMÁTICAS
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA, BIOTECNOLOGÍA Y
MATERIALES

**DISEÑO Y VALIDACIÓN EXPERIMENTAL DE PROTOCOLO PARA
AUTOPSIAS DE MEMBRANAS DESCARTADAS DE PROCESOS DE
DESALINIZACIÓN DE AGUA DE MAR POR ÓSMOSIS INVERSA**

MEMORIA PARA OPTAR AL TÍTULO DE INGENIERA CIVIL QUÍMICA E INGENIERA
CIVIL EN BIOTECNOLOGÍA

FRANCISCA JAVIERA MERY DUEÑAS

PROFESOR GUÍA:

Franck Quero

PROFESORA CO-GUÍA:

Andreina Garcia González

COMISIÓN:

Andreas Rosenkranz

Este trabajo ha sido financiado por:
DIMIN - AMTC, asociado con *Glauben Ecology* spa

SANTIAGO DE CHILE

2023

RESUMEN DE LA MEMORIA PARA OPTAR
AL TÍTULO DE INGENIERA CIVIL QUÍMICA E
INGENIERA CIVIL EN BIOTECNOLOGÍA
POR: FRANCISCA JAVIERA MERY DUEÑAS
FECHA: 2023
PROF. GUÍA: FRANCK QUERO

DISEÑO Y VALIDACIÓN EXPERIMENTAL DE PROTOCOLO PARA AUTOPSIAS DE MEMBRANAS DESCARTADAS DE PROCESOS DE DESALINIZACIÓN DE AGUA DE MAR POR ÓSMOSIS INVERSA

La osmosis inversa (RO) corresponde a uno de los procesos de desalinización de agua más implementados a nivel industrial, donde los principales problemas que presenta son a nivel del ensuciamiento de la membrana, afectando su funcionamiento y desempeño. Debido a ello, es necesaria metodologías de autopsia de membranas que permita estudiar el grado de ensuciamiento en relación con la composición del agua que entra al sistema. El principal objetivo de este trabajo es diseñar y validar un protocolo de autopsia de fácil y rápida implementación, para membranas descartadas del proceso de RO en la desalinización de agua; a fin de estudiar el ensuciamiento y daño de estas. De esta manera, se planteó primeramente un protocolo de alerta temprana para identificar posibles causas de ensuciamiento y, posteriormente, se planteó un protocolo de autopsia de membranas descartadas del proceso de RO para la empresa *Glauben Ecology* spa.

En primer lugar, el estudio se enfocó en el agua que entra al sistema de RO, donde se realizó la determinación de los principales parámetros del agua y su posterior análisis mediante el uso de distintos softwares (*Nito Hydronautics*, *PHREEQC Interactive*, *Visual Minteq* y *OriginLab 2018*). Además, se realizaron pruebas tanto a muestras del agua del sistema como al precipitado de la misma, con la finalidad de analizar estas muestras mediante técnicas de caracterización y comparar los resultados con la información previa para predecir el tipo de ensuciamiento en la membrana. Posteriormente se analizaron muestras de membranas descartadas del proceso de RO, realizando primero inspecciones visuales, mediante microscopia óptica. Después, se le realizaron pruebas por medio de las distintas técnicas de caracterización tanto convencionales (prueba de solubilidad química, pérdida por ignición (LOI), Fujiwara, ácidos húmicos y fúlvicos) como avanzadas (TGA, FT-IR, SEM/EDX, ángulo de contacto), para identificar el ensuciamiento, daño e incrustaciones presentes en la membrana.

Dentro de los resultados obtenidos, se destaca que las capas de ensuciamiento indicaron deterioro de los componentes de la matriz de la membrana, identificadas por inspección global y análisis local con microscopio óptico, junto con daño a la capa activa de poliamida por oxidantes halogenados, verificado por la prueba de Fujiwara. Se identificó que los componentes orgánicos presentes corresponden a polisacáridos, proteínas y sílice identificada, mediante FT-IR y que las capas de ensuciamiento son principalmente inorgánicas, mediante TGA. Además, se verificó que los contaminantes del ensuciamiento han ingresado a la estructura interna de las membranas.

Palabras clave: osmosis inversa, protocolo de autopsia, ensuciamiento, incrustaciones, agua, membrana, desalinización, técnicas de caracterización.

*A mi mamá y al Gian,
por siempre estar a mi lado y apoyarme.*

*“Que el final del camino sea el
comienzo de una nueva aventura”*

Agradecimientos

Me gustaría comenzar dando las gracias a mi familia que se encuentra detrás de mis logros y que, sin ellos, no podría haber llegado a donde estoy. Primero que todo, a mi mamá, Paula, quien con una enorme paciencia y dedicación me ha enseñado lo importante que es esforzarse para llegar a la metas y hacer lo que te gusta. Gracias a mi papá, Javier, por estar ahí cada vez que lo necesitaba y ayudarme, a su manera, de lograr mis proyectos. Gracias al Gian por ser un apoyo incondicional en las buenas y en las malas, por ser más que mi mejor amigo y escucharme cuando más lo necesitaba. Y, por su puesto también a mis hermanos, Jorge y Emilio, gatos, tíos y primos que, a pesar de no comunicarnos tanto, están ahí de soporte.

Muchas gracias a todos los amigos y futuros colegas que conocí durante el transcurso de la carrera, en particular a los que conocí en especialidad y que, a pesar de la distancia, uno siempre puede contar con ellos. Espero que mantengan esa esencia que los caracteriza y que sigamos viéndonos, porque ya en mis recuerdos y corazón tienen un espacio guardado. Me gustaría destacar al David, el Javo (Copito), al Cárdenas, a la Jose, al Manu, el Fredi, al Caroca, a la Nacha y a muchos otros que conocí en el transcurso de la carrera.

Por su puesto, gracias a la universidad por entregarnos las herramientas para poder desarrollar nuestras capacidades y otorgarnos un espacio para descubrir nuestros intereses. Me gustaría destacar de sobre manera el departamento de Ingeniería Química, Biotecnología y Materiales (DIQBM), en el que logré sentirme integrada, cómoda y que, más que un departamento, es una comunidad que se mantiene unida.

También me gustaría agradecer a todos los funcionarios y profesionales de la universidad, quienes logran hacer de la universidad un lugar grato y agradable para asistir. Gracias a los profesores que nos apoyaron, confiaron en nosotros y nos entregaron las herramientas para poder crecer. En particular, me gustaría agradecer al profesor Franck tanto por ayudarme como apoyarme en temas que no manejamos, y al profesor Andreas que me apoyó, confió e incentivó a ser auxiliar. También agradezco a *Glauben Ecology* spa, al AMTC y al DIMIN, quienes me dieron la oportunidad y herramientas para hacer esta tesis.

Por último, me gustaría dar las gracias a la vida. No se bien si sería correcto dar las gracias a Dios, ya que no necesariamente todo el mundo cree en uno, pero si creo que es necesario dar las gracias a la vida, a las oportunidades que se nos han entregado y que, gracias a ellas, uno mismo ha podido crecer, desarrollarse, tanto de manera profesional como personal, y poder llegar a este punto de la vida de un profesional.

En fin, gracias por todo ...

Tabla de Contenido

| | |
|---|-----------|
| 1. Introducción | 1 |
| 1.1. Antecedentes generales | 1 |
| 1.2. Justificación | 5 |
| 1.3. Objetivos | 6 |
| 1.3.1. Objetivo general | 6 |
| 1.3.2. Objetivos específicos | 6 |
| 1.4. Limitaciones y exclusiones | 6 |
| 2. Marco teórico | 8 |
| 2.1. Sistemas de tratamiento de agua | 8 |
| 2.2. Proceso de desalinización de agua | 9 |
| 2.3. Osmosis inversa (RO) | 9 |
| 2.3.1. Aspectos generales de la RO | 10 |
| 2.3.2. Parámetros relevantes del agua al entrar al sistema de RO | 11 |
| 2.3.3. Pretratamiento en los procesos de desalinización de agua, por medio de RO | 14 |
| 2.3.4. Ensuciamiento de la membrana de RO | 14 |
| 2.3.4.1. Tipo de ensuciamiento en la membranas de RO | 16 |
| 2.3.5. Autopsia de membranas | 17 |
| 2.3.5.1. Procedimientos de autopsia de membranas del proceso de RO | 18 |
| 2.4. Técnicas de caracterización de materiales | 19 |
| 2.4.1. Técnicas convencionales de caracterización de materiales | 19 |
| 2.4.1.1. Prueba de solubilidad química | 20 |
| 2.4.1.2. Prueba de pérdida por ignición (LOI) | 20 |
| 2.4.1.3. Prueba de oxidación de Fujiwara | 21 |
| 2.4.1.4. Prueba de ácidos húmicos y fúlvicos | 21 |
| 2.4.2. Técnicas analíticas de caracterización de materiales | 22 |
| 2.4.2.1. Termogravimetría (TGA) | 22 |
| 2.4.2.2. Espectroscopía infrarroja (FT-IR) | 22 |
| 2.4.2.3. Microscopía electrónica de barrido con rayos X de energía dispersiva (SEM/EDX) | 23 |
| 2.4.2.4. Ángulo de contacto | 23 |
| 3. Metodología | 24 |
| 3.1. Análisis del agua que entra al proceso de RO | 24 |
| 3.1.1. Tratamiento data del agua del proceso de RO | 24 |
| 3.1.1.1. Software <i>Hydranautics</i> – <i>IMSDesign</i> | 25 |

| | | |
|-----------|--|-----------|
| 3.1.1.2. | Software <i>PHREEQC Interactive</i> | 26 |
| 3.1.1.3. | Software <i>Visual Minteq</i> | 27 |
| 3.1.1.4. | Software <i>OriginLab 2018</i> | 27 |
| 3.1.2. | Tratamiento de las muestras de agua que entran al sistema de RO . . | 27 |
| 3.1.2.1. | Estudio de los parámetros preliminares del agua que entran al sistema de RO | 27 |
| 3.1.2.2. | Estudio de los parámetros del agua que entran al sistema de RO mediante test colorimetrico | 28 |
| 3.1.2.3. | Caracterización del decantado proveniente del agua del proceso de RO | 28 |
| 3.1.2.3.1 | Preparación de las muestras de decantado provenientes del agua del proceso de RO | 28 |
| 3.1.2.3.2 | Caracterización del decantado proveniente del agua del proceso de RO, por medio de técnicas analíticas | 29 |
| 3.2. | Análisis de las muestras de membranas descartadas del proceso RO | 30 |
| 3.2.1. | Inspección visual preliminar de las membranas descartadas del proceso RO | 30 |
| 3.2.2. | Inspección visual por medio del microscopio óptico de las membranas descartadas del proceso RO | 30 |
| 3.2.3. | Caracterización de las muestras de membrana descartadas del proceso RO | 30 |
| 3.2.3.1. | Caracterización por medio de las técnicas convencionales . . | 31 |
| 3.2.3.1.1 | Prueba de solubilidad química del incrustante de la membrana | 31 |
| 3.2.3.1.2 | Prueba de pérdida por ignición (LOI) en la membrana y espaciador | 33 |
| 3.2.3.1.3 | Prueba de ácidos húmicos y fúlvicos | 33 |
| 3.2.3.1.4 | Prueba de oxidación de Fujiwara | 34 |
| 3.2.3.2. | Caracterización por medio de técnicas analíticas | 35 |
| 4. | Resultados, Análisis y Discusión | 37 |
| 4.1. | Respecto al agua que entra al proceso RO | 37 |
| 4.1.1. | Análisis preliminar respecto a la data del agua entregada por la empresa | 37 |
| 4.1.2. | Análisis de la data del agua en los distintos softwares | 38 |
| 4.1.2.1. | Respecto al software <i>Nitto Hydronautics</i> | 38 |
| 4.1.2.2. | Respecto al software <i>PHREEQC Interactive</i> | 41 |
| 4.1.2.3. | Respecto al software <i>Visual Minteq</i> | 44 |
| 4.1.2.4. | Respecto al software <i>OriginLab 2018</i> | 46 |
| 4.1.3. | Análisis del tratamiento de las muestras de agua | 47 |
| 4.1.3.1. | Estudio preliminar de los parámetros del agua | 47 |
| 4.1.3.2. | Estudio de parámetros mediante test colorimetrico | 49 |
| 4.1.3.3. | Estudio respecto al decantado de agua | 53 |
| 4.2. | Respecto a las membranas descartadas del proceso RO | 58 |
| 4.2.1. | Inspección visual de la membrana descartada del proceso RO | 58 |
| 4.2.2. | Análisis superficial preliminar por medio del microscopio óptico . . . | 60 |
| 4.2.3. | Caracterización de las muestras de membrana descartada por medio de las técnicas analíticas | 62 |
| 4.2.3.1. | Prueba por medio de la técnica SEM/EDS | 62 |

| | | |
|-----------|---|------------|
| 4.2.3.2. | Prueba por medio de la técnica FTIR | 69 |
| 4.2.3.3. | Prueba por medio de la técnica TGA | 72 |
| 4.2.3.4. | Prueba por medio del ángulo de contacto | 76 |
| 4.2.4. | Caracterización exhaustiva de las muestras de membrana descartada por medio de las técnicas convencionales y analíticas | 77 |
| 4.2.4.1. | Prueba de pérdida por ignición con suciedad (LOI) | 77 |
| 4.2.4.2. | Prueba de ácidos húmicos y fúlvicos | 78 |
| 4.2.4.3. | Prueba de oxidación de Fujiwara | 79 |
| 4.2.4.4. | Prueba de solubilidad química del incrustante de la membrana | 80 |
| 4.2.4.4.1 | Resumen de los resultados obtenidos del análisis ANOVA | 80 |
| 4.2.4.4.2 | Inspección visual por medio de la microscopia óptica . . . | 81 |
| 4.2.4.4.3 | Técnicas analíticas: Imágenes de la prueba por medio de la técnica SEM/EDS | 85 |
| 4.2.4.4.4 | Técnicas analíticas: Comparación de la composición por medio de la técnica SEM/EDS | 93 |
| 4.2.4.4.5 | Técnicas analíticas: Prueba por medio de la técnica TGA con medio aire | 95 |
| 4.2.4.4.6 | Técnicas analíticas: Prueba por medio de la técnica FTIR | 100 |
| 4.2.4.4.7 | Técnicas analíticas: Prueba por medio del ángulo de contacto | 104 |
| 5. | Análisis de Resultados Integrados | 106 |
| 6. | Definición protocolos | 110 |
| 6.1. | Protocolo de alerta temprana | 110 |
| 6.2. | Protocolo de autopsia de membranas descartadas del proceso de RO | 112 |
| 7. | Conclusiones | 115 |
| 8. | Recomendaciones | 118 |
| | Bibliografía | 120 |
| | Anexos | 129 |
| A. | Información de los índices de saturación - Software <i>PHREEQC Interactive</i> . | 129 |
| B. | Resultados del SEM/EDX del polvillo obtenido del decantado de las muestras de agua | 134 |
| C. | Resultados obtenidos respecto a la prueba de solubilidad química | 135 |
| C.1. | Primeros resultados obtenidos de la prueba de solubilidad respecto a las masas | 135 |
| C.2. | Resultados por medio del análisis ANOVA | 139 |
| C.3. | Resultados respecto a los datos másicos del SEM/EDX para la prueba de solubilidad química | 146 |
| D. | Resultados respecto a la prueba LOI | 148 |
| E. | Resultados obtenidos respecto a la prueba de ácidos húmicos y fúlvicos . . . | 150 |

Índice de Tablas

| | | |
|-------|--|----|
| 2.1. | Parámetros de referencia para el control de la calidad del agua que entra al sistema RO. Los parámetros destacados corresponden a los de muestreo diario, mientras que el resto son de muestreo periódico. [16]. | 12 |
| 2.2. | Caracterización del agua que entran al sistema de RO, en función de los parámetros de las moléculas inorgánicas más relevantes [16], [19]. | 13 |
| 3.1. | Data del agua, entregada por la empresa <i>Glauben Ecology</i> spa. | 25 |
| 3.2. | Descripción respecto a los compuestos a emplear para las pruebas de solubilidad química del incrustante de la membrana descartada del proceso de RO. | 31 |
| 3.3. | Distribución de las experiencias, en función de las variables, ha realizar en la prueba de solubilidad química del incrustante de la membrana descartada del proceso de RO. | 32 |
| 4.1. | Resultados de la simulación en el software <i>Nitto Hydronautics</i> para la data de agua entregada por parte de la empresa. | 39 |
| 4.2. | Descripción de las propiedades fisicoquímicas de las analíticas de agua informadas por <i>Glauben Ecology</i> spa. | 41 |
| 4.3. | Información sobre el índice de saturación determinado con el software <i>PHREEQC</i> | 42 |
| 4.4. | Resultados de la simulación con datos de la analítica de la piscina IL5, donde se informa el porcentaje de precipitación. | 44 |
| 4.5. | Resultados de la simulación con datos de la analítica de la piscina IL6 donde se informa el porcentaje de precipitación. | 45 |
| 4.6. | Descripción de las propiedades fisicoquímicas de las analíticas de agua informadas por <i>Glauben-Ecology</i> spa. | 45 |
| 4.7. | Resultados respecto a las mediciones de los principales parámetros del aguas que entra al sistema de RO. Muestras entregadas por la empresa <i>Glauben Ecology</i> spa. | 47 |
| 4.8. | Caracterización fisicoquímica de la muestra de agua del interior del elemento de membrana del modelo <i>SWC6-LD</i> | 48 |
| 4.9. | Información sobre las características térmicas de los termogramas del decantado. Se presenta la temperatura inicial de descomposición T_0 , temperaturas de descomposición del 5%, 30% y 50% ($T_{5\%}$, $T_{30\%}$ y $T_{50\%}$), índice de la temperatura de resistencia al calor ($T_{\text{índice de resistencia al calor}}$), temperaturas máximas de descomposición ($T_{\text{Descomposicion maxima,1}}$, $T_{\text{Descomposicion maxima,2}}$ y $T_{\text{Descomposicion maxima,3}}$ en [°C]), $\Delta\%$ porcentaje de masa residual y temperatura de descomposición final (T_{final} [°C]). | 57 |
| 4.10. | Resultados respecto al análisis EDS de la superficie de la membrana sucia, donde se obtiene la composición porcentual másica y atómica de distintos elementos. | 64 |
| 4.11. | Resultados respecto al análisis EDS de la parte lateral de la membrana sucia, donde se obtiene la composición porcentual másica y atómica de distintos elementos. | 65 |

| | | |
|-------|---|-----|
| 4.12. | Resultados respecto al análisis EDS de la superficie de la membrana sucia sonicada, donde se obtiene la composición porcentual másica y atómica de distintos elementos. | 66 |
| 4.13. | Resultados respecto al análisis EDS de la parte lateral de la membrana sucia sonicada, donde se obtiene la composición porcentual másica y atómica de distintos elementos. | 67 |
| 4.14. | Resultados respecto al análisis EDS de la parte lateral de la membrana sucia, donde se obtiene la composición porcentual másica y atómica de distintos elementos. | 68 |
| 4.15. | Información sobre las características térmicas de los termogramas individuales de las membranas. Donde se presenta la temperatura inicial de descomposición T_0 , temperaturas de descomposición del 5 %, 30 % y 50 % ($T_{5\%}$, $T_{30\%}$ y $T_{50\%}$), índice de la temperatura de resistencia al calor o $T_{\text{índice de resistencia al calor}}$, temperaturas máximas de descomposición ($T_{\text{Descomposicion maxima,1}}$ [°C], $T_{\text{Descomposicion maxima,2}}$ [°C] y $T_{\text{Descomposicion maxima,3}}$ [°C]), Δ % porcentaje de masa residual y temperatura de descomposición final T_{final} [°C]. Además, MS corresponde a la membrana sucia, mientras que MSS, corresponde a la membrana sucia sonicada. | 75 |
| 4.16. | Resultados finales respecto al cambio de masa de las muestras luego del proceso de calentamiento. Donde EG corresponde al espaciador grande, EP espaciador pequeño, ME membrana externa, MI, membrana interna y PD polvillo decantado. | 78 |
| 4.17. | Resultados respecto a la absorbancia de las distintas capas de una muestra sucia analizada con la prueba de Fujiwara. Donde EG corresponde al espaciador grande, EP espaciador pequeño, ME membrana externa, MI, membrana interna y PD polvillo decantado. | 80 |
| 4.18. | Comparación respecto a la variación de la composición superficial del SEM/EDX de las distintas membranas. En rojo se presentan compuestos que no se presentan en la membrana sucia y en azul, aquellos pertenecientes a la membrana virgen. | 94 |
| 4.19. | Comparación respecto a la variación de la composición de la parte lateral interna del SEM/EDX de las distintas membranas. En azul se presentan aquellos compuestos pertenecientes a la membrana virgen. | 94 |
| 4.20. | Comparación respecto a la variación de la composición de la parte lateral externa del SEM/EDX de las distintas membranas. En azul se presentan aquellos compuestos pertenecientes a la membrana virgen. | 95 |
| 4.21. | Información sobre las características térmicas de los termogramas de las membranas tratadas con distintos solventes. Se presenta la temperatura inicial de descomposición T_0 , temperaturas de descomposición del 5 %, 30 % y 50 % ($T_{5\%}$, $T_{30\%}$ y $T_{50\%}$), índice de la temperatura de resistencia al calor ($T_{\text{índice de resistencia al calor}}$), temperaturas máximas de descomposición ($T_{\text{Descomposicion maxima,1}}$, $T_{\text{Descomposicion maxima,2}}$ y $T_{\text{Descomposicion maxima,3}}$ en [°C]), Δ % porcentaje de masa residual y temperatura de descomposición final (T_{final} [°C]). | 100 |
| 6.1. | Tabla de análisis de los resultado obtenidos por medio del software <i>Nitto Hydro-nautics</i> para la data de agua que entra al sistema de RO. | 111 |
| A.1. | Información sobre los índices de saturación para la piscina IL5. | 130 |
| A.2. | Información sobre los índices de saturación para la piscina IL6. | 131 |
| A.3. | Información sobre los índices de saturación para la piscina IL7. | 132 |
| A.4. | Información sobre los índices de saturación para la permeado. | 133 |

| | | |
|------|---|-----|
| C.1. | Resultados respecto a las masas iniciales de las distintas capas que componen la membrana, previo al tratamiento por medio de la prueba de solubilidad química. | 136 |
| C.2. | Resultados respecto a las masas finales de las distintas capas que componen la membrana, posterior al tratamiento por medio de la prueba de solubilidad química. | 137 |
| C.3. | Resultados respecto a la variación y su respectivo promedio de las membranas, posterior al tratamiento por medio de la prueba de solubilidad química. . . . | 138 |
| C.4. | Resultados experimentales del diseño experimental de cuadrado latino aplicado a muestras de membrana descartadas del proceso de RO, modelo <i>SWC6-LD</i> . Concentraciones de 0,5 %, 2 % y 4 % [p/p]. | 139 |
| C.5. | Resultados experimentales del diseño experimental de cuadrado latino aplicado a muestras de membrana descartadas del proceso de RO, modelo <i>SWC6-LD</i> . Concentraciones de 6 %, 8 % y 10 % [p/p]. | 140 |
| C.6. | Resultados del análisis ANOVA. | 140 |
| C.7. | Comparación respecto variación de la composición superficial del SEM/EDX de las distintas membranas. Donde en rojo se presentan compuestos que no se presentan en la membrana sucia y en azul, aquellos pertenecientes a la membrana virgen. | 146 |
| C.8. | Comparación respecto variación de la composición de la parte lateral interna del SEM/EDX de las distintas membranas. Donde en azul se presentan aquellos compuestos pertenecientes a la membrana virgen. | 146 |
| C.9. | Comparación respecto variación de la composición de la parte lateral externa del SEM/EDX de las distintas membranas. Donde en azul se presentan aquellos compuestos pertenecientes a la membrana virgen. | 147 |
| D.1. | Resultados respecto al peso inicial de los crisoles. Donde EG corresponde al espaciador grande, EP espaciador pequeño, ME membrana externa, MI, membrana interna y PD polvillo decantado. | 148 |
| D.2. | Resultados respecto al peso inicial de las muestras. Donde EG corresponde al espaciador grande, EP espaciador pequeño, ME membrana externa, MI, membrana interna y PD polvillo decantado. | 148 |
| D.3. | Resultados respecto al peso final de las muestras (junto con el crisol), luego de la realización de la prueba LOI. Donde EG corresponde al espaciador grande, EP espaciador pequeño, ME membrana externa, MI, membrana interna y PD polvillo decantado. | 149 |
| D.4. | Resultados respecto al peso final de las muestras luego de la prueba e LOI. Donde EG corresponde al espaciador grande, EP espaciador pequeño, ME membrana externa, MI, membrana interna y PD polvillo decantado. | 149 |
| E.1. | Resultados obtenidos en la etapa de disminución del pH con <i>HCl</i> en la prueba de ácidos húmicos y fúlvicos, en la muestra tratada con <i>NaOH</i> , 8 % [p/p]. . . | 150 |
| E.2. | Resultados obtenidos en la etapa etapa de disminución del pH con <i>HCl</i> en la prueba de ácidos húmicos y fúlvicos, en la muestra tratada con <i>NaOH</i> , 10 [M]. | 151 |

Índice de Ilustraciones

| | | |
|-------|--|----|
| 1.1. | Demanda consuntiva de agua en Chile del año 2015, junto con sus proyecciones para los años 2030 y 2040 [4]. | 2 |
| 1.2. | Esquema general del fenómeno asociado al proceso de RO. Imagen obtenido de [7]. | 3 |
| 2.1. | Esquema general del fenómeno de osmosis y osmosis inversa, este último correspondiente a las siglas RO. Imagen obtenido de [15]. | 10 |
| 2.2. | Ejemplo aplicado de la prueba de Fujiwara en membranas de lámina plana, obteniendo pruebas positivas (izquierda) y negativas (derecha). Imagen obtenida de [37]. | 21 |
| 4.1. | Diagrama de Piper-Hill-Langelier que describe los tipos de agua cruda para la ósmosis inversa, donde: a) (izquierda inferior) Diagrama para cationes, b) Diagrama de aniones, c) (centro superior) Diagrama de rombo central de la clasificación de aguas por familias. | 46 |
| 4.2. | Resultado del valor de pH en la escala colorimétrica. | 49 |
| 4.3. | Resultado de la dureza total en la escala colorimétrica. | 49 |
| 4.4. | Resultado de la dureza de carbonatos en la escala colorimétrica. | 50 |
| 4.5. | Resultado de la concentración de NH_3/NH_4^+ en la escala colorimétrica. | 50 |
| 4.6. | Resultado de la concentración de NO_2 en la escala colorimétrica. | 51 |
| 4.7. | Resultado de la concentración de NO_3 en la escala colorimétrica. | 51 |
| 4.8. | Resultado de la concentración de PO_4^{3-} en la escala colorimétrica. | 52 |
| 4.9. | Resultado de la concentración de Fe en la escala colorimétrica. | 52 |
| 4.10. | Resultado de la concentración de Cu en la escala colorimétrica. | 53 |
| 4.11. | Imágenes de la microestructura obtenida por medio de la técnica de caracterización SEM/EDX de decantado obtenida del agua que entra al sistema de RO. | 54 |
| 4.12. | Resultados al análisis de una muestra (Muestra 1) y su duplicado (Muestra 2) del decantado por medio de la técnica de FTIR. | 54 |
| 4.13. | Análisis de las curvas termogravimétricas, TGA/DTG de las muestras de estudio, correspondiente a la curva de la muestra del polvillo de decantado, bajo atmósfera de nitrógeno. | 56 |
| 4.14. | Análisis de las curvas termogravimétricas, TGA/DTG de las muestras de estudio, correspondiente a la curva de la muestra del polvillo de decantado, bajo atmósfera de aire. | 56 |
| 4.15. | Inspección visual de las hojas de membranas descartadas del proceso de RO, correspondientes al modelo <i>SWC6 - LD</i> | 58 |
| 4.16. | Imágenes de la inspección visual localizada del microscopio óptico de muestra de membrana sucia descartada del proceso RO, modelo <i>SWC6 - LD</i> | 60 |

| | | |
|-------|--|----|
| 4.17. | Imágenes de la inspección visual localizada del microscopio óptico de muestras de membrana sucia descartada del proceso RO, modelo <i>SWC6 - LD</i> , sonicada con agua. | 61 |
| 4.18. | Resultados respecto al análisis SEM/EDS de muestras de membrana, modelo <i>SWC6 - LD</i> con ensuciamiento superficial y caracterización del lodo incrustado en la superficie. Los resultados corresponden al ensuciamiento de la superficie (izquierda) de la muestra de membrana sucia en 50 [μm] e información de los resultados del EDS (derecha) de un área con una alta concentración de ensuciamiento. | 64 |
| 4.19. | Resultados respecto al análisis SEM/EDS de muestras de membrana, modelo <i>SWC6 - LD</i> con ensuciamiento superficial y caracterización del lodo incrustado en la superficie. Los resultados corresponden al ensuciamiento transversal del ensuciamiento superficial (izquierda) de la muestra M01 en 100 [μm], e información de los resultados del EDS (derecha) de una zona con alta concentración de ensuciamiento que penetró en el interior de la membrana. | 65 |
| 4.20. | Resultados respecto al análisis SEM/EDS de muestras de membrana, modelo <i>SWC6 - LD</i> con ensuciamiento superficial y caracterización del lodo incrustado en la superficie. Los resultados corresponden al ensuciamiento de la superficie (izquierda) de una muestra de membrana sucia con proceso de sonicación en 100 [μm] e información de los resultados del EDS (derecha) de un área con una alta concentración de ensuciamiento. | 66 |
| 4.21. | Resultados respecto al análisis SEM/EDS de muestras de membrana, modelo <i>SWC6 - LD</i> con ensuciamiento superficial y caracterización del lodo incrustado en la superficie. Los resultados corresponden al ensuciamiento de la parte ransversal del ensuciamiento superficial (izquierda) de muestra de membrana sucia con proceso de sonicación en 100 [μm], y la información obtenida de la técnica EDS (derecha) de una zona con alta concentración de ensuciamiento que penetró en el interior de la membrana. | 67 |
| 4.22. | Resultados respecto al análisis SEM/EDS de muestras de membrana, modelo <i>SWC6 - LD</i> con ensuciamiento superficial y caracterización del lodo incrustado en la superficie. Los resultados corresponden al ensuciamiento (izquierda) de la microestructura del polvo sólido extraído de una muestra de agua del concentrado salino en 30 [μm], e información proveniente de la técnica EDS (derecha) de la composición del material incrustante. | 68 |
| 4.23. | Espectro resultante de la técnica del FTIR, para el análisis de muestras de membrana con las señales características de una capa de poliamida en una membrana de RO, modelo <i>BW40 30-30</i> | 70 |
| 4.24. | Espectro resultante de la técnica del FTIR, para el análisis de muestras de membrana con las señales características obtenidas para una muestra de membrana sucia, modelo <i>SWC6 - LD</i> | 71 |
| 4.25. | Espectro resultante de la técnica del FTIR, para el análisis de muestras de membrana con las señales características obtenidas para una muestra de membrana sucia sonicada, modelo <i>SWC6 - LD</i> | 71 |
| 4.26. | Análisis de las curvas termogravimétricas, TGA/DTG de las muestras de estudio, correspondiente a la curva de la muestra de la membrana sucia del modelo <i>SWC6 - LD</i> , bajo atmósfera de nitrógeno. | 73 |

| | | |
|-------|---|----|
| 4.27. | Análisis de las curvas termogravimétricas, TGA/DTG de las muestras de estudio, correspondiente a la curva de la muestra de la membrana sucia del modelo <i>SWC6 - LD</i> , bajo atmósfera de aire. | 73 |
| 4.28. | Análisis de las curvas termogravimétricas, TGA/DTG de las muestras de estudio, correspondiente a la curva de la muestra de la membrana sucia sonicada del modelo <i>SWC6 - LD</i> , bajo atmósfera de nitrógeno. | 74 |
| 4.29. | Análisis de las curvas termogravimétricas, TGA/DTG de las muestras de estudio, correspondiente a la curva de la muestra de la membrana sucia sonicada del modelo <i>SWC6 - LD</i> , bajo atmósfera de aire. | 74 |
| 4.30. | Resultados obtenidos de la prueba del ángulo de distintas muestras de membranas no tratadas, utilizadas en el proceso de RO. Resolución de 1 [nm]. | 76 |
| 4.31. | Resultados obtenidos de la prueba de LOI de los componentes de muestras de membrana, modelo <i>SWC6 - LD</i> con ensuciamiento superficial y caracterización del lodo incrustado en la superficie. | 77 |
| 4.32. | Imagen de los resultados obtendios en la prueba Fujiwara de la muestra sucia, donde, de derecha a izquierda se analizó el espaciador de membrana externa, el espaciador interno, la muestra externa, la membrana interna y el blanco comparativo, correspondiente a la mezcla de <i>NaOH</i> - 10 [mol/L] con piridina. . . | 79 |
| 4.33. | Imágenes de la inspección visual del microscopio óptico de muestras de membrana sucia sonicada con <i>HCl</i> , modelo <i>SWC6 - LD</i> | 82 |
| 4.34. | Imágenes de la inspección visual del microscopio óptico de muestras de membrana sucia sonicada con <i>NaOH</i> , modelo <i>SWC6 - LD</i> | 83 |
| 4.35. | Imágenes de la inspección visual del microscopio óptico de muestras de membrana sucia sonicada con ácido acético, modelo <i>SWC6 - LD</i> | 83 |
| 4.36. | Imágenes de la inspección visual del microscopio óptico de muestras de membrana sucia sonicada con EDTA, modelo <i>SWC6 - LD</i> | 84 |
| 4.37. | Imágenes de la inspección visual del microscopio óptico de muestras de membrana sucia sonicada con ácido cítrico, modelo <i>SWC6 - LD</i> | 84 |
| 4.38. | Imágenes de la inspección visual del microscopio óptico de muestras de membrana sucia sonicada con surfactante, modelo <i>SWC6 - LD</i> | 85 |
| 4.39. | Resultados respecto al análisis SEM/EDS de muestras de membrana, modelo <i>SWC6 - LD</i> sonicada con <i>HCl</i> . Los resultados corresponden a una imagen superficial por medio de la técnica SEM (izquierda), y la información obtenida de la técnica EDS (derecha) de una zona con alta concentración de ensuciamiento. | 86 |
| 4.40. | Resultados respecto al análisis SEM/EDS de muestras de membrana, modelo <i>SWC6 - LD</i> sonicada con <i>HCl</i> . Los resultados corresponden a una imagen lateral por medio de la técnica SEM (izquierda), y la información obtenida de la técnica EDS (derecha) de una zona con alta concentración de ensuciamiento. | 87 |
| 4.41. | Resultados respecto al análisis SEM/EDS de muestras de membrana, modelo <i>SWC6 - LD</i> sonicada con ácido acético. Los resultados corresponden a una imagen superficial por medio de la técnica SEM (izquierda), y la información obtenida de la técnica EDS (derecha) de una zona con alta concentración de ensuciamiento. | 87 |
| 4.42. | Resultados respecto al análisis SEM/EDS de muestras de membrana, modelo <i>SWC6 - LD</i> sonicada con ácido acético. Los resultados corresponden a una imagen lateral por medio de la técnica SEM (izquierda), y la información obtenida de la técnica EDS (derecha) de una zona con alta concentración de ensuciamiento. | 88 |

| | | |
|-------|---|----|
| 4.43. | Resultados respecto al análisis SEM/EDS de muestras de membrana, modelo <i>SWC6 - LD</i> sonicada con ácido cítrico. Los resultados corresponden a una imagen superficial por medio de la técnica SEM (izquierda), y la información obtenida de la técnica EDS (derecha) de una zona con alta concentración de ensuciamiento. | 88 |
| 4.44. | Resultados respecto al análisis SEM/EDS de muestras de membrana, modelo <i>SWC6 - LD</i> sonicada con ácido cítrico. Los resultados corresponden a una imagen lateral por medio de la técnica SEM (izquierda), y la información obtenida de la técnica EDS (derecha) de una zona con alta concentración de ensuciamiento. | 89 |
| 4.45. | Resultados respecto al análisis SEM/EDS de muestras de membrana, modelo <i>SWC6 - LD</i> sonicada con surfactante. Los resultados corresponden a una imagen superficial por medio de la técnica SEM (izquierda), y la información obtenida de la técnica EDS (derecha) de una zona con alta concentración de ensuciamiento. | 89 |
| 4.46. | Resultados respecto al análisis SEM/EDS de muestras de membrana, modelo <i>SWC6 - LD</i> sonicada con surfactante. Los resultados corresponden a una imagen lateral por medio de la técnica SEM (izquierda), y la información obtenida de la técnica EDS (derecha) de una zona con alta concentración de ensuciamiento. | 90 |
| 4.47. | Resultados respecto al análisis SEM/EDS de muestras de membrana, modelo <i>SWC6 - LD</i> sonicada con <i>NaOH</i> . Los resultados corresponden a una imagen superficial por medio de la técnica SEM (izquierda), y la información obtenida de la técnica EDS (derecha) de una zona con alta concentración de ensuciamiento. | 91 |
| 4.48. | Resultados respecto al análisis SEM/EDS de muestras de membrana, modelo <i>SWC6 - LD</i> sonicada con <i>NaOH</i> . Los resultados corresponden a una imagen lateral por medio de la técnica SEM (izquierda), y la información obtenida de la técnica EDS (derecha) de una zona con alta concentración de ensuciamiento. | 91 |
| 4.49. | Resultados respecto al análisis SEM/EDS de muestras de membrana, modelo <i>SWC6 - LD</i> sonicada con EDTA. Los resultados corresponden a una imagen superficial por medio de la técnica SEM (izquierda), y la información obtenida de la técnica EDS (derecha) de una zona con alta concentración de ensuciamiento. | 92 |
| 4.50. | Resultados respecto al análisis SEM/EDS de muestras de membrana, modelo <i>SWC6 - LD</i> sonicada con EDTA. Los resultados corresponden a una imagen lateral por medio de la técnica SEM (izquierda), y la información obtenida de la técnica EDS (derecha) de una zona con alta concentración de ensuciamiento. | 92 |
| 4.51. | Análisis de las curvas termogravimétricas, TGA, de una muestra de membrana sucia del proceso de RO, modelo <i>SWC6 - LD</i> , bajo atmósfera de aire. | 96 |
| 4.52. | Análisis de las curvas termogravimétricas, TGA, de una muestra de membrana sucia sonicada con <i>HCl</i> , bajo atmósfera de aire. | 97 |
| 4.53. | Análisis de las curvas termogravimétricas, TGA, de una muestra de membrana sucia sonicada con <i>NaOH</i> , bajo atmósfera de aire. | 97 |
| 4.54. | Análisis de las curvas termogravimétricas, TGA, de una muestra de membrana sucia sonicada con ácido acético, bajo atmósfera de aire. | 98 |
| 4.55. | Análisis de las curvas termogravimétricas, TGA, de una muestra de membrana sucia sonicada con EDTA, bajo atmósfera de aire. | 98 |
| 4.56. | Análisis de las curvas termogravimétricas, TGA, de una muestra de membrana sucia sonicada con ácido cítrico, bajo atmósfera de aire. | 99 |
| 4.57. | Análisis de las curvas termogravimétricas, TGA, de una muestra de membrana sucia sonicada con surfactante, bajo atmósfera de aire. | 99 |

| | | |
|-------|---|-----|
| 4.58. | Espectro resultante de la técnica del FTIR, para el análisis de una muestra de membrana tratada con EDTA. | 101 |
| 4.59. | Espectro resultante de la técnica del FTIR, para el análisis de una muestra de membrana tratada con <i>HCl</i> | 102 |
| 4.60. | Espectro resultante de la técnica del FTIR, para el análisis de una muestra de membrana tratada con <i>NaOH</i> | 102 |
| 4.61. | Espectro resultante de la técnica del FTIR, para el análisis de una muestra de membrana tratada con surfactante. | 103 |
| 4.62. | Espectro resultante de la técnica del FTIR, para el análisis de una muestra de membrana tratada con ácido acético. | 103 |
| 4.63. | Espectro resultante de la técnica del FTIR, para el análisis de muestras de una muestra de membrana tratada con ácido cítrico. | 104 |
| 4.64. | Resultados obtenidos de la prueba del ángulo de distintas muestras de membranas tratadas con distintos solventes y sonicadas, del modelo <i>SWC6 - LD</i> . Resolución de 1 [nm]. | 105 |
| B.1. | Resultados respecto al análisis del polvillo de decantado de las muestras de agua, por medio de SEM/EDS. Muestra de uno de los cristales. | 134 |
| B.2. | Resultados respecto al análisis del polvillo de decantado de las muestras de agua, por medio de SEM/EDS. Muestra de otro de los cristales. | 134 |
| C.1. | Resultados de comparaciones por pares utilizando el método de Tukey. | 141 |
| C.2. | Gráfica de los residuales para la verificación de las suposiciones. | 142 |
| C.3. | Gráficos de pruebas de varianza constante. | 143 |
| C.4. | Gráfico de efectos principales de los factores de estudio con respecto a los valores de $\% \Delta FR$ de respuesta. | 144 |
| C.5. | Gráfico de efectos de interacción entre dos factores de los elementos considerados en el cuadro latino. | 145 |

Capítulo 1

Introducción

1.1. Antecedentes generales

El agua corresponde a uno de los recursos naturales indispensable para la vida, siendo fundamental para el desarrollo socio económico, energético, en la producción de alimentos; junto con ser el sostenedor de los ecosistemas y elemento esencial para la supervivencia del ser humano. El problema es que cada vez este recurso es más escaso y no es posible satisfacer la demanda mundial, en cuyo contexto se estimó que en el año 2019, 2.000 millones de personas vivían en países que sufrían de escasez de agua [1].

La escasez de agua es un fenómeno tanto natural como inducido por el ser humano, que se describe como la condición en que la demanda de este recurso no puede ser satisfecho, debido al impacto de su uso o la calidad de éste. En particular, ha pesar de que el agua dulce sea suficiente para satisfacer las necesidades de la población a nivel mundial, su distribución es desigual, siendo usualmente desperdiciada, contaminada y manejada de manera insostenible. Además, esta condición puede empeorar a causa del cambio climático, en particular, para las zonas semiáridas y áridas; ya que presentan estrés hídrico¹. Es por ello que, para muchos países, este tipo de situaciones representa un desafío urgente para el desarrollo socio económico y humano, en general [2].

A causa de esta situación, se han realizado varias investigaciones e informes respecto al tema, donde se destaca el realizado por el *World Resources Institute* del Pacto Mundial de las Naciones Unidas, en el que se clasifican distintos países en función del nivel de estrés hídrico que presentan. En particular, Chile se encuentra en el segundo nivel denominado “Estrés Hídrico Alto”, siendo el primer país en América Latina en esta condición y que, por lo tanto, requiere de otras alternativas no naturales para poder satisfacer esta deficiencia de agua [3].

En particular, respecto a Chile, dentro de los análisis que se han realizado respecto al problema de la escasez hídrica, se han reconocido siete factores que afectan de manera directa a esta situación a nivel país. Dentro de estos factores se destaca uno, enfocado en las presiones de las actividades productivas y/o extractivas, en donde, tanto el crecimiento económico como la especialización de sectores intensivos en el uso del agua, como lo son la minería agricultura, silvicultura y acuicultura; han impulsado la demanda hídrica nacional [4].

¹ Condición de ciertos países, donde la demanda de agua es más alta que la cantidad disponible.

Además, se destaca que en el año 2017, la agricultura, minería e industria manufacturera, representaban alrededor del 80 % de las extracciones consuntivas² totales y que son una fuente importante de contaminación del agua. Además, se proyecta que para el año 2030 se presente un aumento del 4.5 % en la demanda consuntiva del agua, tal como se muestra en la figura 1.1 [4].

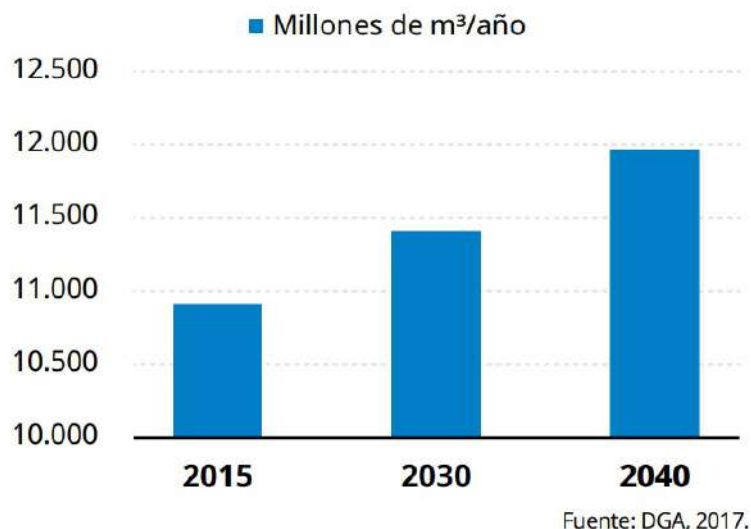


Figura 1.1: Demanda consuntiva de agua en Chile del año 2015, junto con sus proyecciones para los años 2030 y 2040 [4].

Es debido a esta falencia de agua que se han desarrollado distintas tecnologías que permiten solventar esta grave escasez. Entre ellas, la desalinización o proceso de eliminación de las sales disueltas en el agua, ha adquirido fuerza tanto en su desarrollo como en su aplicación a nivel industrial. En particular, los sistemas principales de desalinización se dividen en: [5] [6]

- **Sistemas Térmicos**, los cuales se caracterizan por emplear el fenómeno de transferencia de calor para provocar el cambio de estado del líquido a vapor y se basa en los procesos tanto de destilación como evaporación.
- **Sistemas por membranas**, los cuales, tal como lo indica el nombre, emplea una membrana semipermeable dentro de su proceso, que permite separar la solución de alimentación en dos flujos, correspondientes a una corriente con baja concentración de sales y la otra, una corriente de salmuera concentrada.
- **Sistemas Mixtos**, los cuales, tal como su nombre lo indica, emplean los procesos tanto de destilación como de separación de membranas para purificar la solución de interés. Un ejemplo de este tipo de procesos corresponde a la destilación por membranas (cuyas siglas en inglés corresponden a MD).

Donde, dentro de los distintos sistemas de desalinización se destaca que la osmosis inversa (también conocida como osmosis reversa, cuyas siglas son RO en inglés por *reverse osmosis* y OI en español), corresponde a un ejemplo de los sistemas de membranas y a uno de los procesos más empleados a nivel industrial.

² Que tiene virtud de consumir.

El proceso de osmosis inversa (RO), tal como se muestra en la figura 1.2, se caracteriza por emplear el fenómeno de osmosis, donde se aprovecha la diferencia de presión a causa de la diferencia de concentraciones y se aplica una presión superior a la osmótica para concentrar la solución. Esto ocurre a través de una membrana semipermeable y que tiene graves complicaciones luego de la desalinización, a causa del ensuciamiento, ya que desgasta e incluso, reduce la vida útil de la membrana [6].

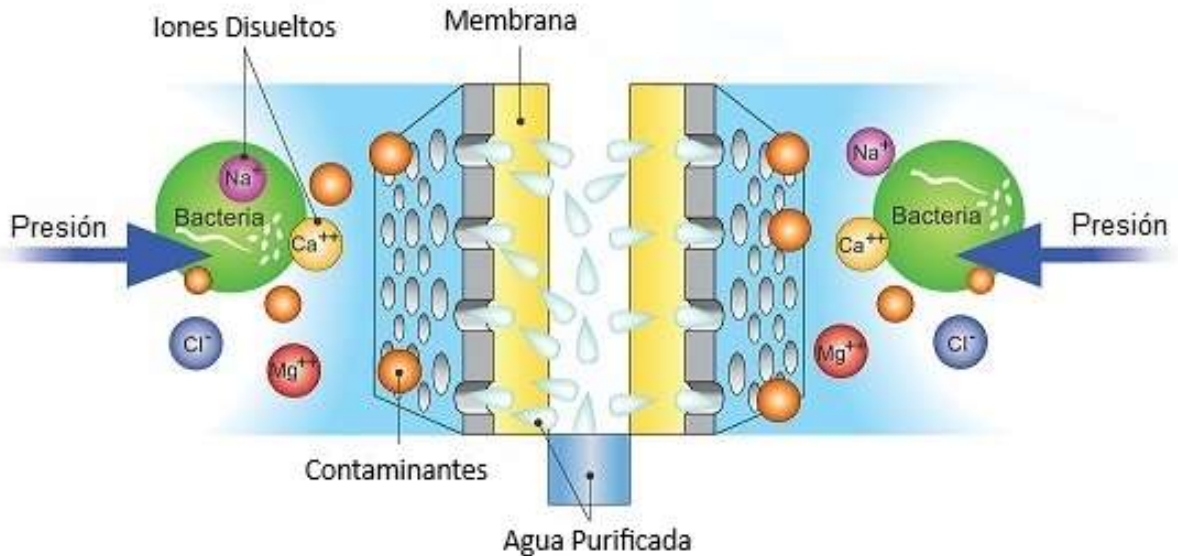


Figura 1.2: Esquema general del fenómeno asociado al proceso de RO. Imagen obtenido de [7].

Como se acaba de mencionar, uno de los problemas que presentan este tipo de sistemas corresponde al ensuciamiento de la membrana, el cual provoca una mayor frecuencia de limpieza del sistema, aumento de los costos de limpieza, disminución de la vida útil de la membrana y tanto disminución como pérdida del flujo de permeado. Este fenómeno se define como la deposición de masa no deseada en la membrana que causa una disminución del rendimiento de flujo de permeado y del rechazo de sales. Este tipo de fenómeno puede ser tanto superficial como estructural de la membrana [8].

En particular, el ensuciamiento externo, o también conocido como superficial, se encuentra asociado a la acumulación de material (orgánico, inorgánico o biológico) en la superficie de la membrana del lado de alimentación del fluido de trabajo. Éste es causado por la acumulación y la formación de películas que pueden ser de diferentes orígenes (inorgánico, orgánico, biológico). Mientras que, el ensuciamiento interno es a causa de la sedimentación o adsorción en los poros internos de sólidos diminutos o de macromoléculas. Este fenómeno provoca alteraciones en la estructura de la membrana, como compactación física o descomposición química, además de afectar el transporte de solutos y solventes a través de la estructura de la membrana [9].

Una de las maneras de caracterizar el tipo de ensuciamiento es clasificándolo en inorgánico u orgánico [10]. El ensuciamiento inorgánico se encuentra compuesto por coloides (que corresponden a partículas cargadas negativamente como arcillas, limo y minerales) y sólidos en suspensión (como lo son arcillas, suelo y arena). Este tipo de ensuciamiento, incluye

incrustaciones por precipitación o cristalización de sales (como lo son carbonato de calcio, sulfato de calcio, fosfato de calcio, sulfato de bario y sílice), que se depositan cuando cambian las condiciones de solubilidad en el sistema. Además, dependiendo del pH, pueden ser clasificadas como incrustaciones alcalinas ($CaCO_3$) o no alcalinas ($CaSO_4$), y pueden causar la formación de sílice amorfa por polimerización [10].

En cuanto al ensuciamiento orgánico, éste es causado por materia orgánica natural (correspondiente a proteínas, polisacáridos, ácidos grasos, aminoácidos y sustancias húmicas), materia orgánica de aguas residuales y material biológico (como algas, bacterias, protozoos, hongos, organismos marinos o acuáticos). Donde el ensuciamiento por material biológico es causado generalmente por biopelículas (que consisten en bacterias y sustancias poliméricas extracelulares), la obstrucción por bacterias, algas y hongos (tanto microbiológicos como microbianos), junto con la macro biológica generada por percebes y algas [10].

Para identificar tanto el ensuciamiento de las membranas como los etapas que presentan problemas en el procesos de purificación de agua, se realiza a nivel industrial la autopsia de membranas. Este procedimiento tiene la finalidad de determinar la composición de los elementos presentes en el material de ensuciamiento, así como las propiedades o características de la membrana afectada, por medio de distintas técnicas de caracterización. El dilema de este proceso es que es bastante costoso, tanto a nivel monetario como en los tiempos que requiere la empresa encargada de la autopsia, para realizar las pruebas y no corresponde a una alerta temprana que permita solucionar este problema.

Es, debido a estas complejidades, que este proyecto de tesis persigue desarrollar un protocolo de análisis físico-químico sobre membranas reales descartadas del proceso de RO, a fin de establecer la causa del daño y presencia de ensuciamiento en el material; junto con la determinación de la calidad del agua que entra al sistema, por medio de análisis y softwares. De esta manera, el resultado esperado corresponde a establecer primero un protocolo de alerta temprana en base a la calidad del agua y, finalmente, definir un segundo protocolo de autopsia de membranas para la industria en base a la caracterización de la membrana y su ensuciamiento, que le permita definir a la empresa posibles acciones a implementar en sus procesos de RO.

Para lograrlo, la empresa *Glauben Ecology* spa ha dispuesto para su análisis tanto información y muestras respecto al agua salobre que entra al proceso de RO, como muestras de membranas descartadas del proceso. Con esto en mente, se ha establecido la metodología experimental, la cual consiste primero en el estudio del agua que entra al sistema de RO para establecer el primer protocolo enfocado en la alerta temprana del proceso, a través de distintas técnicas de caracterización y análisis.

Posteriormente, se continuó la investigación con el estudio y análisis de las membranas descartadas del proceso de RO, por medio de técnicas de caracterización tanto convencionales (técnicas de laboratorio sin necesidad de equipos sofisticados) como analíticas (técnicas a través de equipos que están ampliamente estudiadas). Este tipo de metodologías permiten determinar el daño y ensuciamiento presentes en la membrana, para así, proponer un protocolo de autopsia de membranas de fácil implementación a nivel de empresa.

1.2. Justificación

La siguiente propuesta de tema de tesis se presenta como trabajo de título de la carrera de Ingeniería Civil Química, ya que permite abordar el diseño, modelación, investigación y evaluación de un protocolo para procesos industriales de osmosis reversa que logre detectar de manera rápida y sencilla el ensuciamiento de las membranas. En particular, el siguiente trabajo de título se relaciona con el perfil de egreso del Ingeniero Civil Químico y del Ingeniero Civil en Biotecnología de la Universidad de Chile, pues permite al estudiante:

1. Diseñar, modelar y simular procesos industriales sustentables, a partir del manejo de los componentes técnicos, normativos, sociales y de desarrollo sustentables, aplicando herramientas de las ciencias tales como química, biología, fenómenos de transporte, termodinámica, fisicoquímica, operaciones de transferencia, ingeniería de reactores químicos y biológicos y dinámica de procesos.

3. Planificar, gestionar y optimizar la operación de plantas de procesos industriales, considerando objetivos y restricciones operacionales, normativas, sociales y de desarrollo sustentables.

4. Realiza investigación aplicada y participa en equipos de innovación, utilizando conocimiento científico, técnico o profesional para diseñar prototipos de soluciones sustentables a distintas escalas – de laboratorio, piloto e industrial. Tanto la innovación como la investigación aplicada utilizan tecnologías nuevas en la industria de manera tal de agregar valor a los productos o mejorar el proceso en base a nuevos requerimientos técnicos, económicos, sociales o ambientales.

Donde se destaca que este trabajo de título tributa en las siguientes competencias específicas del perfil de egreso:

- A1CE1 Concebir, dimensionar y diseñar conceptualmente procesos industriales, considerando prefactibilidad técnica-económica, y aspectos sociales, normativos y de desarrollo sustentable.
- A3CE5 Planificar y gestionar la operación y producción de procesos industriales en distintas escalas de tiempo, considerando aspectos técnicos, restricciones operacionales tales como disponibilidad de materias primas, recursos humanos, horizontes de producción, energía, entre otros.
- A4CE8 Concebir soluciones a problemáticas industriales mediante el diseño y supervisión de estudios experimentales y prototipos escala piloto de alternativas tecnológicas tradicionales o novedosas.

1.3. Objetivos

1.3.1. Objetivo general

El objetivo general de la tesis es diseñar y validar un protocolo de autopsia de fácil y rápida implementación para membranas descartadas por el proceso de osmosis inversa (RO) en la desalinización de agua; a fin de comprender el origen del ensuciamiento y/o daño superficial de estas.

1.3.2. Objetivos específicos

Para lograr el objetivo general, se plantean los siguientes objetivos específicos:

- Estudiar y definir las técnicas de caracterización de materiales más relevantes para identificar y cuantificar el ensuciamiento y/o daño de membranas RO; considerando implicaciones tanto técnicas como económicas.
- Analizar la influencia del agua expuesta a las membranas de RO en condiciones reales, sobre el posible ensuciamiento y/o daño de las membranas; mediante un análisis físico-químico del agua y el uso de softwares.
- Identificar el ensuciamiento y/o daño de membranas de RO descartadas del proceso, mediante las técnicas de caracterización definidas previamente.
- Proponer un protocolo de alerta temprana para identificar posibles ensuciamientos sobre el material, en base a la calidad del agua de alimentación al proceso.
- Proponer un protocolo de autopsia de membranas descartadas del proceso de RO, viable técnica y económicamente.

1.4. Limitaciones y exclusiones

Algunos de los puntos que no se abordarán dentro de los temas asociados al proyecto de tesis, debido a las limitaciones que presentan, es el estudio a profundidad de los softwares y su implementación para el estudio de la calidad e índices de incrustación del agua entrante al sistema, ya que no corresponde al foco que posee la tesis y el interés de este tipo de estudio es en los resultados.

Debido a que la disponibilidad de estudio a nivel de laboratorio corresponde sólo al material que dispuso la empresa *Glaubem Ecology* spa (que corresponde a la muestra de agua que entra al sistema RO y las muestras de membrana descartada del proceso de RO), no fue posible conseguir muestras vírgenes de las mismas membranas descartadas por parte de la empresa correspondientes al modelo *SWC6 - LD*, debido a su dificultad de acceso y costos asociados.

Debido a los objetivos presentados anteriormente, se relegan a otras posibles investigaciones respecto al tema de autopsia, el estudio respecto a posibles métodos de limpieza el ensuciamiento de las membranas (este tipo de procesos son esenciales extender la vida útil de las membranas) y el análisis posterior de los resultados para implementar mejoras en el

proceso de desalinización de la RO de la empresa *Glauben Ecology* spa, para controlar e incluso evitar el ensuciamiento de las membranas.

Capítulo 2

Marco teórico

El agua corresponde a un recurso esencial para la vida y el desarrollo económico de las poblaciones, donde, alrededor del 71 % del área superficial del planeta esta conformado de agua y sólo el 0,05 % corresponde a agua dulce, de la cual, se estima que se aprovecha aproximadamente el 0,8 % que se encuentra descongelada. En particular, las actividades industriales, agrícolas y ganaderas, junto con el crecimiento acelerado de la población y la actividad del ser humano, se encuentran estrechamente relacionadas al recurso hídrico, su disponibilidad y calidad [11]. Con ello, queda en evidencia la alta escasez de agua y la urgencia de la búsqueda de alternativas tecnológicas que provean de agua viable para su consumo y uso.

2.1. Sistemas de tratamiento de agua

Debido al desarrollo de numerosas investigaciones alrededor del mundo, junto con avances tecnológicos y su combinación con el uso de energías renovables, han permitido que se establezcan diversas alternativas que permiten resolver el problema de escasez de agua potable en el mundo. Es por ello que se han establecido protocolos y procesos de tratamiento de agua que permiten obtener este recurso con las condiciones deseadas para su consumo y uso.

En particular, los sistemas convencionales de tratamiento de aguas se caracterización por estar compuestos de tres etapas, en que la primera etapa de pretratamiento se enfoca en la separación de las sustancias sólidas gruesa en el agua. Luego, le sigue una etapa de tratamiento primario que consiste en la separación de materia en suspensión de carácter orgánico y sedimentable, principalmente. Para, finalmente, llegar a la etapa de tratamiento secundario, enfocada en la eliminación del material orgánico biodegradable disuelto en el agua [12].

Entrando en mayor profundidad, dentro de los conceptos básicos respecto a los proceso de filtrado en la etapa de tratamiento secundario, existen dos tipos de filtración, en donde la filtración directa se caracteriza por tener la entrada del medio de manera directa a la membrana con un único flujo de salida. Donde el ensuciamiento es retenido por la membrana, pero no se impregna en ella. Un ejemplo de estos filtros son los de carbón, de cartuchos, etc [13].

Por otro lado, los procesos de filtración tangencial, donde se producen dos flujos, corresponden a los que el agua pasa de manera tangencial a la membrana. Dentro de estos procesos se encuentra la nanofiltración y la osmosis reversa (RO, siglas en inglés). El objetivo de estos

procesos es no manchar la membrana, ya que, de esta manera se logra que toda la suciedad se encuentre en el flujo de rechazo; por lo que, en general, se desea que se trabaje de manera continua. Para ello, se requiere de un buen tratamiento y la debida dosificación de algún producto químico que evite la formación de incrustaciones en la membrana [13]. En resumen, las membranas son encargadas de retener materia por medio de biopelículas, pero la idea es que no se incrusten, penetren los poros, o, incluso, ocurra la absorción en ella [12].

2.2. Proceso de desalinización de agua

Uno de los procesos destacados en el tratamiento de agua, corresponde a la desalinización, que se encuentra asociado a los procesos enfocados en la remoción del exceso de sal y de otros minerales presentes tanto en el agua de mar como en el agua salobre; con el objetivo de obtener agua viable para su uso y consumo. Cabe mencionar que esta alternativa es considerada rentable, ambientalmente segura, sostenible y a prueba de sequías [11].

Dentro de las tecnologías desarrolladas y utilizadas para la desalinización de agua en el mundo, se encuentra, en primera instancia, los métodos de evaporación - condensación, como lo es la destilación solar (conocida por las siglas en inglés SD), la destilación en múltiples etapas (conocida por las siglas en inglés MED) y la compresión mecánica de vapor (conocida por las siglas CMV). Mientras que, en segunda instancia, se encuentran los métodos de separación por membranas, como lo es la destilación por membrana (conocida por las siglas en inglés MD), osmosis inversa (conocida por las siglas OI en español o las siglas en inglés RO por *reverse osmosis*), nanofiltración (conocida por las siglas NF), entre otros métodos, como el intercambio catiónico y la electrodiálisis [11].

Se destaca que el sistema de desalinización que es más empleado por los países desarrollados y de occidente, corresponde a la RO, dado su consumo eficiente de energía, mientras que los países de oriente medio prefieren los sistemas MED, debido a que disponen de grandes cantidades de petróleo para el uso de esa tecnología [11]. En particular, países como Chile se han utilizado como objeto de estudio en el campo de la desalinización, en particular en el desierto de Atacama, debido a su implementación en grandes plantas como suministro de agua, tanto para el uso doméstico como industrial. Además, ha tenido reconocimientos a nivel global, debido al constante desarrollo de energías renovables [11].

2.3. Osmosis inversa (RO)

La osmosis inversa o reversa, conocida por las siglas en español IO y en inglés con las siglas RO por *reverse osmosis*; corresponde a una de las tecnologías de separación basada en membranas más empleada a nivel industrial. Los comienzos de su desarrollo se remontan a fines de la década de 1950 y principios de la década de 1960, con rápidos avances durante la década de 1980, en cuanto al desarrollo de la tecnología [14].

Se caracteriza por ser una herramienta altamente eficaz y rentable, siendo utilizada industrialmente en varias áreas, incluida la desalinización de agua de mar y agua salobre; recuperación y reutilización de aguas residuales, tratamiento de agua potable municipal, entre otras aplicaciones [7]. En las siguientes secciones se presenta en detalle información relevante respecto a este proceso, junto con sus complicaciones asociadas.

2.3.1. Aspectos generales de la RO

El proceso de RO se encuentra fundamentado en el fenómeno de osmosis, el cual corresponde al proceso químico en el que dos soluciones de diferentes concentraciones obtienen el equilibrio al momento de generar un flujo constante de agua a través de una membrana semipermeable desde la solución diluida hacia la más concentrada. Este fenómeno se encuentra fundamentado en la presión osmótica, la cual corresponde a la fuerza responsable de este movimiento, y que se encuentra directamente relacionada con la concentración de sales en las soluciones [11].

En particular, la osmosis inversa (RO) corresponde al proceso en el que se invierte el flujo de agua al forzar el paso de la solución a través de la membrana en la dirección opuesta, mediante la aplicación de una presión mayor a la osmótica del lado de la solución concentrada. Ambos conceptos previamente descritos se pueden ver representados en la figura 2.1.

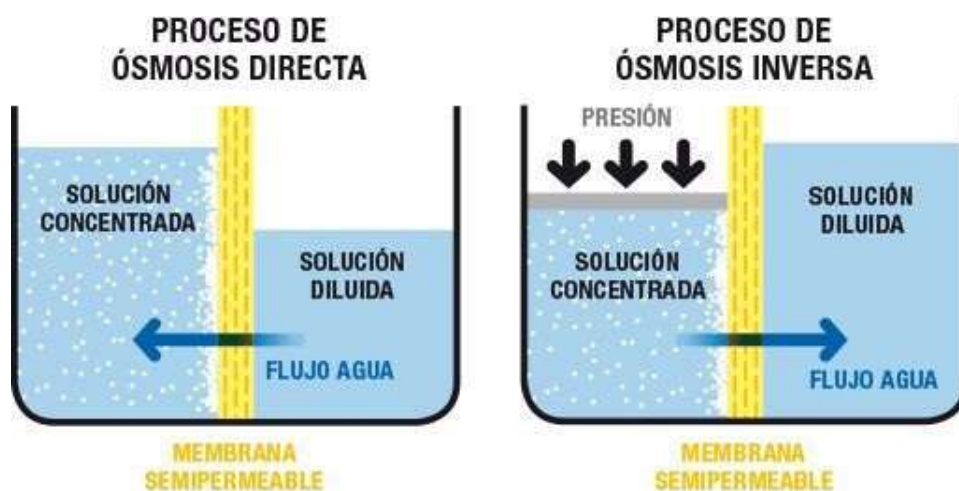


Figura 2.1: Esquema general del fenómeno de osmosis y osmosis invesa, este último correspondiente a las siglas RO. Imagen obtenido de [15].

Por medio de la metodología de RO, es posible obtener agua dulce a partir de una solución de agua salada, donde el producto corresponde a agua desmineralizada, mientras que el agua residual queda más concentrada que la solución original [11].

Respecto a los sistemas de RO, estos se encuentran compuestos principalmente por los módulos de membranas, bombas de alta presión, central eléctrica, además de dispositivos de recuperación de energía en ciertos casos. En cuanto al requerimiento energético de una planta de RO, esta depende principalmente de las propiedades de la membrana y de la salinidad del agua de alimentación [11].

Mientras que, el rendimiento de las membranas depende principalmente de sus propiedades fisicoquímicas, aunque la mayoría de los estudios realizados en este campo, destacan que se encuentra relacionado con las capas de impurezas o en los cambios de rendimiento. Esto es debido al ensuciamiento y no exactamente asociado a los cambios físicos que pueda sufrir la membrana [11]. En cuanto a las ventajas que presenta el utilizar este tipo de sistema, se destaca un menor consumo de energía, comparado con otros procesos de desalinización, bajos

costos de inversión a bajas capacidades, facilidad de operación, flexibilidad al aumentar la capacidad de tratamiento, tamaño compacto y facilidad para adaptarse a fuentes de energía renovables [11].

2.3.2. Parámetros relevantes del agua al entrar al sistema de RO

Para el tratamiento del agua por medio del proceso de RO, el agua que entra al sistema debe tener ciertas condiciones para su procesamiento, debido a que la membrana posee restricciones y condiciones para su operación. De esta manera, se logra que tenga una mayor vida útil y menores gastos tanto de reposición como de limpieza; considerado a nivel monetario y en los tiempos de operación. Es por ello que se debe monitorear y analizar las condiciones del agua que entran al sistema de RO de manera periódica.

Parte de estas condiciones se pueden observar en la tabla 2.1, la cual contiene los parámetros de referencia para el control analítico de la calidad del agua antes de que entre a las membranas de RO. Se destaca que los parámetros de color celeste corresponden a los que deben tener un análisis y muestreo diario, mientras que el resto requieren de un muestro periódico. Con estos valores es posible mantener las condiciones óptimas dentro de la membrana y extender su vida útil [16]. Además, en la tabla 2.2 se encuentran los valores esperados para distintos parámetros de calidad del agua, junto con algunos comentarios que concuerdan con los valores presentados en la tabla 2.1. En particular, se destaca que algunos de los compuestos que pueden perjudicar el funcionamiento normal de la membrana que integra el proceso de RO, corresponden a:

- El calcio, que corresponde a un catión divalente que, junto con el magnesio, son los compuestos principales de la dureza del agua salobre. En cuanto a su tratamiento, por ejemplo para el sulfato de calcio ($CaSO_4$, correspondiente al yeso), su solubilidad normalmente se limita al 230 % con el uso de un anti-incrustante [17].
- El bario, que se caracteriza por ser a un ion altamente formador de incrustaciones y que tiene una alta afinidad para formar sulfato de bario sólido. Tan sólo el 10 % (con un $k_{ps} = 8,7 \cdot 10^{-11}$ a temperatura de 20 [°C]) de la concentración de sobresaturación de bario es suficiente para formar incrustaciones [18]. Por lo que, es fundamental extraerlo previo a la RO, ya que las membranas pueden rechazar más del 98 % del bario y el estroncio; incluso, más del 99 % en muchos casos registrados [18], por lo que, estas concentraciones si o si generan incrustaciones en la membrana.
- El sulfato (SO_4), que corresponde a un anión divalente, que en los compuestos de sulfato de calcio, bario y estroncio posee una baja solubilidad que puede causar un problema de incrustación en el extremo concentrado de una RO. A grandes rasgos, la solubilidad de estas sales escasamente solubles es menor al disminuir la temperatura y el límite superior recomendado para el sulfato en el agua potable es de 250 [ppm] según los problemas de sabor [17].

Tabla 2.1: Parámetros de referencia para el control de la calidad del agua que entra al sistema RO. Los parámetros destacados corresponden a los de muestreo diario, mientras que el resto son de muestreo periódico. [16]

| Parámetros de referencia para el control analítico de la calidad del agua antes de las membranas de RO [16] | Valores Referenciales | Unidad |
|---|-----------------------|--------------|
| Temperatura | 12 - 30 | [°C] |
| Conductividad | 54.600 - 57.400 | [μS/cm] |
| Turbidez | <0,5 | [NTU] |
| STD | 35.000 - 40.800 | [mg/L] |
| SS | 10 - 70 | mg/L |
| pH (25 °C) (varía según pretratamiento) | 6,5 - 9,5 | [-] |
| SDI | <3 | [-] |
| Parámetros microbiológicos (bacterias) | <10 | [UCF/100 ml] |
| Cloro libre | 0,00 | [mg/L] |
| Bicarbonatos | 152 | [mg/L] |
| Calcio | 410 | [mg/L] |
| Cloruros | 19.700 | [mg/L] |
| Nitratos | <0,02 | [mg/L] |
| Sulfatos | 2.740 | [mg/L] |
| Fósforo total | <0,088 | [mg/L] |
| Fluoruros | <1,4 | [mg/L] |
| Sodio | 10.900 | [mg/L] |
| Potasio | 390 | [mg/L] |
| Amonio | <0,1 | [mg/L] |
| Magnesio | 1.410 | [mg/L] |
| MFI (0,45) | <1 | [-] |
| Estroncio | <8 | [mg/L] |
| Bario | <0,015 | [mg/L] |
| Hierro con ion (Fe+2) | <0,02 | [mg/L] |
| Hierro total | <0,03 | [mg/L] |
| Manganeso | <0,01 | [mg/L] |
| Aluminio | <0,1 | [mg/L] |
| Sílice | <1 | [mg/L] |
| COT | <8 | [mg/L] |
| Boro | 4 - 5 | [mg/L] |
| SiO coloidal | <1 | [mg/L] |
| SiO2 soluble | <8,0 | [mg/L] |
| Color | <5 | [mg Pt/L] |
| Hidrocarburos | 0,00 | [mg/L] |
| COD | <1 | [mg/L] |
| SUVA | <2 | [L/mg] y [m] |

Tabla 2.2: Caracterización del agua que entran al sistema de RO, en función de los parámetros de las moléculas inorgánicas más relevantes [16], [19].

| Parámetros | Unidad | Valores Esperados | Observaciones | Referencias |
|------------------------|---------|-------------------|---|-------------|
| Bario | [mg/L] | 0,014 | Para evitar problema con sulfato de bario, el bario debe ser menor a 15 [$\mu\text{g/L}$] en el agua de mar, menos a 5 [$\mu\text{g/L}$] en agua salobre y menos a 2 [$\mu\text{g/L}$] en agua salobre si se ha dosificado ácido sulfúrico. | [19] |
| Aluminio | [mg/L] | 0,0 | - | [16] |
| Bicarbonato | [mg/L] | 142 - 152 | - | [19] |
| Calcio | [mg/L] | 410 - 451 | - | [19] |
| Magnesio | [mg/L] | 1.310-1.420 | - | [19] |
| Sodio | [mg/L] | 10.900 | - | [19] |
| Potasio | [mg/L] | 390 | - | [19] |
| Hierro | [mg/L] | <0,03 | Valor máximo 0,0034 [mg/L]. | [16], [19] |
| Manganeso | [mg/L] | 0,0 | Valor máximo 0,01 [mg/L]. | [16], [19] |
| Cloruro | [mg/L] | 19.700 | - | [19] |
| Sulfato | [mg/L] | 2.740 | - | [19] |
| Nitrato | [mg/L] | 0,02 <0,7 | Aguas profundas no contaminadas. | [19], [20] |
| Silicio | [mg/L] | [-] | Con floculación y coagulación y filtración se consigue menos a una micra (coloidal). Depende de la presencia de aluminio y hierro. El aluminio y hierro deben ser menor a 0.05 [mg/L] puede precipitar aún con valores menos al KSP (soluble). Cuando el pH es mayor a 7 esta reacciona con calcio, magnesio, hierro, manganeso o aluminio para formas silicatos insolubles. Si el óxido de silicio en el concentrado es mayor que el óxido de silicio corregido de acuerdo con el pH, entonces hay problemas de incrustación. La solubilidad del silicio aumenta la temperatura. La solubilidad de la sílice si el pH es menor a 7 y por encima de pH 7,8. | [19] |
| Fosfato | [mg/L] | <0,0031 | - | [20] |
| Boro | [mg/L] | 4,0 - 5,1 | Aguas fósiles pueden tener hasta 7 [mg/L]. | [19] |
| Zinc | [mg/L] | - | - | - |
| pH | [-] | 7,9 - 8,1 | - | [19] |
| Conductividad | [mS/cm] | 56 | De 54.6 - 57.4 [mS/cm] | [19] |
| Temperatura transporte | [°C] | 12 - 35 | La temperatura máxima depende del tipo de membrana y pH máximo de operación. | [19] |

2.3.3. Pretratamiento en los procesos de desalinización de agua, por medio de RO

Debido a los requerimientos previamente descritos respecto al agua que entra a los sistemas de RO, es que se definen procesos previos que permiten mejorar los parámetros y características del agua. Es por ello que se plantean diversos métodos de pretratamiento, según las necesidades de la planta y de las condiciones del agua.

Además, dados los inconvenientes que generan en el funcionamiento de los sistemas de RO con respecto al ensuciamiento de la superficie de la membrana, es recomendado realizar de manera rutinaria a nivel industrial la aplicación periódica de agentes químicos de limpieza. La elección de los agentes de limpieza adecuados dependen de la calidad del agua de alimentación, el período de funcionamiento, la configuración del sistema, junto con el tipo y estructura de la membrana.

En general, el pretratamiento para los procesos de RO cumplen una función fundamental, ya que permite eliminar componentes del agua de alimentación. Dentro de estos compuestos se encuentran sedimentos y bacterias, los cuales podrían obstaculizar el trabajo de las membranas [11]. Se destaca que un pretratamiento deficiente puede llegar a generar un aumento en la presión de alimentación del sistema y, por lo tanto, un mayor consumo de energía; reducción en el flujo de permeado, el aumento en los costos de productos químicos para la limpieza, junto con requerimientos frecuentes de cambio de la membrana [11].

Los productos químicos comúnmente utilizados para la limpieza de membranas son ácidos, alcalinos, agentes quelantes y solventes orgánicos acuosos (como lo son surfactantes, desinfectantes y oxidantes) [21]. Dentro de los pretratamientos convencionales, se destaca el uso de coagulantes químicos, cloración y la aplicación de antiincrustantes. Aunque hoy en día se han realizado diversos estudios para poder reemplazar este tipo de procedimientos, donde se destaca la electrocoagulación (correspondiente a las siglas EC) como pretratamiento para sistemas de desalinización [11].

Este cambio es debido a que en los resultados experimentales de los estudios, destacan la EC como un método de tratamiento eficaz para mitigar el ensuciamiento orgánico potencial y la contaminación biológica en membranas de RO. En particular, los porcentajes de remoción corresponden a un 57,5% del carbono orgánico disuelto, 10% de la dureza y altos niveles de desinfección en agua de mar; en comparación con otros tipos de agua, debido a su alta conductividad. [11].

Además, se destaca que las tecnologías asociadas a membranas, han demostrado ser más rentables y eficientes para eliminar partículas con tamaño de poro mayor al de la membrana, en comparación con las tecnologías de pretratamiento convencionales [11].

2.3.4. Ensuciamiento de la membrana de RO

Se destaca que, dentro del proceso hay ciertos aspectos relevantes y problemáticos que se pueden presentar durante la operación, entre ellos se destacan: [12]

- El pretratamiento y tamizado inicial, considerado como un problema generalizado, ya que esta etapa es muy importante para que la membrana opere de manera óptima.
- La pérdida de integridad de la membrana, que es causada por problemas de operación del proceso.
- La sobrecarga hidráulica en el proceso.
- El diseño del sistema.
- El ensuciamiento, que corresponde al foco de interés de varios estudios, donde las principales consecuencias se asocian a la disminución en el caudal de producción, aumento en el consumo energético y aumento en la frecuencia tanto de limpieza como de reemplazo de la membrana.

En particular, se destaca que, al desarrollar el último aspecto problemático previamente expuesto asociado al ensuciamiento, los factores que contribuyen al ensuciamiento de la membrana corresponden a la naturaleza de las soluciones que alimentan el sistema, los parámetros de funcionamiento (donde se destaca que son necesarios de optimizar a la hora de hacer operar el proceso), el tipo de membrana, sus características y las características del módulo del sistema. Además, se debe considerar la composición de las aguas residuales, que, a grandes rasgos, se compone de sustancias orgánicas, inorgánicas y microorganismos; por lo que, hace falta tener el mayor conocimiento posible respecto a las características y propiedades del agua a tratar. [12].

En cuanto a los mecanismos de ensuciamiento, estos dependen de interacciones fisicoquímicas complejas entre la composición del fluido de trabajo y la superficie de la membrana. El ensuciamiento de la membrana se puede atribuir a tres mecanismos, correspondientes al bloqueo de poros, constricción de poros y formación de tortas [22]. Sin embargo, en análisis más profundos, la aparición de incrustaciones se ha atribuido a otros factores, como lo son los parámetros del fluido de trabajo (entre ellos el pH, fuerza iónica, composición y/o concentración de especies químicas), polarización de la concentración, propiedades de la membrana (donde se destaca el tipo de material, porosidad, hidrofobicidad, cargas superficiales, límite de morfología y peso molecular), junto con la operación del proceso (considerando la temperatura, presión, aireación, flujo de permeado estándar, condiciones hidrodinámicas, entre otras condiciones del proceso) [23].

Dentro de los tipos de ensuciamiento en membranas se destacan los asociados a biopelículas, los orgánicos, inorgánicos, coloidales e incrustaciones [12]. Estos conceptos se encuentran desarrollados con mayor detalle en la siguiente sección (2.3.4.1).

En particular, el más común corresponde al coloidal (corresponde a partículas ya formadas como yesos, algas, levaduras o polvo como la arcilla), ya que, en general, todas las aguas tienen este tipo de ensuciamiento y siempre llegan a la membrana [13]. Este tipo de ensuciamiento usualmente se retiene previamente por medio de filtros multimedia en la mayoría de los casos, floculantes (correspondientes a compuestos orgánicos capaces de formar flóculos de gran volumen) o coagulantes (correspondientes a sal de hierro o aluminio, que aumentan el peso del coloide, causando la decantación) para darles tamaño y peso a las partículas, como

apoyo a los tratamientos con filtro cuando no son suficientes[13].

Otro de los procesos empleados como última barrera de seguridad antes de los procesos de ósmosis, corresponde a la microfiltración, la cual permite retener parte de los sólidos en suspensión y extender el tiempo en que la membrana se encuentra limpia. Para que tenga un correcto funcionamiento, debe estar correctamente dimensionada, con un cierto micraje óptimo y realizando tanto las mantenciones como los cambios dentro del proceso en el debido momento [13].

Por su puesto, es inevitable que las membranas se manchen con el paso del tiempo, por lo cual, es necesario tener un protocolos de limpieza de las membranas que permitan su operación en el tiempo [13]. Particularmente, se deberá eliminar fácilmente por medio de las limpiezas, pero, al no lograr que recuperen su funcionamiento original, hace falta realizar autopsias o estudios respecto al contenido que no permite su funcionamiento adecuado. Cabe mencionarse que es fundamental este tipo de estudio a detalle respecto al ensuciamiento, ya que los componentes secundarios como trazas de diferentes compuestos, pueden ser claves en el procedimiento de limpieza y pueden llegar a limitar la efectividad de la limpieza en una planta [12].

2.3.4.1. Tipo de ensuciamiento en la membranas de RO

En cuanto a las posibles características del ensuciamiento de membrana, éste se ha descrito principalmente de dos tipos, siendo orgánico o inorgánico [10]. Respecto al ensuciamiento inorgánico, éste se encuentra compuesto por coloides (correspondientes a partículas cargadas negativamente como arcillas, limo y minerales) y sólidos en suspensión (arcillas, suelo y arena). Esta clasificación incluye las incrustaciones por precipitación o cristalización de sales (como lo son el carbonato de calcio, sulfato de calcio, fosfato de calcio, sulfato de bario y sílice), que se depositan en las membranas cuando cambian las condiciones de solubilidad. Además, la incrustación inorgánica, dependiendo del valor de pH se pueden clasificar como alcalinas ($CaCO_3$), no alcalinas ($CaSO_4$), y de formación de sílice amorfa por polimerización [10].

En el caso de las incrustaciones inorgánicas, por ejemplo las alcalinas ($CaCO_3$) y no alcalina ($CaSO_4$), se tratan mediante la aplicación de ácido clorhídrico y cítrico [21]. Sin embargo, cuando la matriz de las incrustaciones es compleja, es necesario aplicar primero un ácido que baje el valor del pH y elimine una parte de las incrustaciones. Mientras que, para las incrustaciones restantes, es necesario utilizar un agente secuestrante, como lo es el compuesto EDTA, que las permite eliminar. Los métodos físicos más populares incluyen distintos tipos de lavado, correspondientes a directo e inverso, junto con contracorriente, con aire y con bola de esponja [10].

En cuanto al ensuciamiento orgánico, éste es causado por materia orgánica natural (como lo son las proteínas, polisacáridos, ácidos grasos, aminoácidos y sustancias húmicas), materia orgánica de aguas residuales, material biológico (como lo son las algas, bacterias, protozoos, hongos u organismos marinos y/o acuáticos). En particular, respecto al ensuciamiento por material biológico, éste, en general, es causado por biopelículas (también conocidos en inglés como biofilms, consisten en bacterias y sustancias poliméricas extracelulares), obstrucción

por bacterias, algas y hongos (que pueden ser tanto microbiológicos como microbianos); junto con la microbiológica generada por percebes y algas [10].

Respecto al bioensuciamiento, también conocido en inglés como biofouling, puede considerarse irreversible o reversible tanto en la superficie como dentro de los poros de las membranas [24]. Respecto a la bioincrustación reversible, asociado a organismos planctónicos, puede eliminarse por medio de tratamientos químicos que provocan la inactivación microbiana. Mientras que, la bioincrustación irreversible está formado por microorganismos que su cubierta extracelular está compuesta por sustancias poliméricas que protegen a los microorganismos de agentes biocidas o antibióticos. Además, a largo plazo, la membrana no se puede recuperar por completo mediante el lavado hidráulico.

Para las biopelículas [25], los productos de limpieza alteran su estructura, por ejemplo, por medio del mecanismo de desnaturalización de macromoléculas (como lo son los polipéptidos y polisacáridos). Se destaca que, cuando el producto de limpieza es ácido clorhídrico, disuelve biofilms, además de altera la estructura de la pared celular y precipitar proteínas. Mientras que, cuando se aplica hidróxido de sodio, este produce hidrólisis y solubilización de los biofilms.

En cuanto al tipo de incrustaciones que puede presentar la membrana y lo que implica para su posterior limpieza química, se puede dividir en incrustaciones reversibles e irreversibles [26]. Respecto al ensuciamiento reversible, en este tipo de fenómenos es posible recuperar el flujo de permeado, a través del control de las condiciones de operación y la limpieza adecuada de la membrana. Mientras que, el ensuciamiento irreversible no permite que se recupere el flujo de permeado, incluso luego de una limpieza agresiva.

2.3.5. Autopsia de membranas

Una alternativa para rastrear el problema del ensuciamiento en la membrana de RO, es realizar procedimientos de autopsia. El procedimiento de autopsia de membrana implica la disección de las membranas, la inspección visual de la superficie de la membrana y otros componentes del módulo para descubrir cualquier daño físico. Dado que los sistemas de RO se han vuelto ampliamente utilizados en los procesos de desalinización de agua industrial, se han desarrollado estudios de autopsia de membrana para evaluar el tipo y nivel de ensuciamiento. En general, los estudios de autopsia de membrana se centraron en sistemas de membrana de ósmosis que tratan agua de mar, salobre y superficial a escala industrial.

La autopsia de membranas corresponde una herramienta que permite obtener información sobre los fenómenos de ensuciamiento y daño de las membranas en las condiciones de operación específicas de cada planta de tratamiento; pero que puede llegar a ser destructiva para la membrana. Habitualmente, se recurre a este tipo de estudios ante episodios aislados de contaminación o cuando no se obtienen resultados satisfactorios en el rendimiento de la instalación [12]. También se puede dar el caso de que la información respecto a la calidad del agua no sea suficiente para caracterizar el ensuciamiento. Se destaca que la información obtenida en una autopsia de membrana es útil a la hora de establecer estrategias de mejora, por ejemplo, al momento de definir acciones preventivas que reduzcan o eviten el ensuciamiento de la membrana. [12]

2.3.5.1. Procedimientos de autopsia de membranas del proceso de RO

Para realizar la autopsia a las membranas del proceso de RO es fundamental tener claridad respecto al procedimiento a realizar, la razón por la cual se hace y la información que nos entrega para su posterior análisis. En función de ello, la información bibliográfica disponible presenta los resultados de diferentes procedimientos de autopsia de membrana que han sido publicados y que son útiles como base tanto para construir como comparar protocolos de trabajo cualitativos y cuantitativos. A continuación se describen y ejemplifican algunos informes publicados al respecto.

Fernandez-Álvarez et al. [27], realizaron autopsias en membranas espirales de RO a base de poliamida (correspondiente a una membrana de la compañía *textitFILMTECTM*, modelo *SW30HR-380*), encontrando acumulación de depósitos de ensuciamiento en la membrana, compuestos principalmente de arcillas y cuarzo. El procedimiento de autopsia se desarrolló mediante las técnicas de microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido, análisis elemental, TOC, espectroscopia de masas de plasma acoplado inductivamente (cuyas siglas en inglés son ICP-MS) y difracción de rayos X (cuyas siglas en inglés son XRD). En cuanto a las membranas de estudio, estas pertenecen a la planta desaladora de agua de mar de Ceuta, España.

Ruiz-García et al. Balcik et al. [28], realizó un procedimiento de autopsia a membranas enrolladas en espiral utilizadas en el proceso de RO para agua salobre, que consistió en una inspección visual, prueba de Fujiwara (para evidenciar el daño por cloro), microscopía electrónica de barrido, junto con la espectroscopía de rayos X de dispersión de energía (cuyas siglas en inglés son SEM/EDS respectivamente) y difracción de rayos X (XRD). En este procedimiento se encontró contaminación en las membranas de silicatos de aluminio, halloisita, SiO_2 y $LiCl$. Donde se destaca que presentaba un aspecto de capas de color gris pardusco.

Ruiz-García et al. [29], realizaron la autopsia a membranas del modelo *BW30-400*, ocupada en el proceso de RO para el tratamiento de agua salobre, utilizadas durante 11 años de procesos operativos. El procedimiento consistió en una inspección visual, junto con el uso de SEM/EDX. Dentro de la información recompilada, se enfatiza que la contaminación presente en las membranas contenía componentes de biofilm, destacando diatomeas, y componentes inorgánicos, como carbonato de calcio y aluminosilicatos.

Kim et al. [30], realizaron procedimientos de autopsia en modelos de membrana *BW30-400*, junto con elementos de membrana de la empresa *FILMTECTM*. Consistieron en el uso de SEM, microscopía de fuerza atómica (cuyas siglas en inglés son AFM) y un goniómetro. Dentro de los resultados, se encontró que el ensuciamiento presentaba un alto porcentaje en contaminación orgánica, causada principalmente por ácido fúlvico. Mientras que, una pequeña cantidad fue generada por estructuras complejas formadas por ácido fúlvico con hierro y aluminio.

Adeniyi et al. [31], realizaron procedimientos de autopsia y análisis fractal (correspondiente al estudio de la capa que se forma encima de las membranas sucias) para membranas de RO comerciales de los modelos *AFC40*, *AFC80* y *AFC99*. Las actividades de autopsia que emplearon, consistieron en el análisis de espectroscopía infrarroja (correspondiente a las siglas en inglés FTIR) y SEM. Dentro de los resultados, se encontró que la tendencia del en-

suciamiento de la membrana se ve afectada por la interacción de las propiedades superficiales de la membrana, destacando la porosidad, hidrofilia y rugosidad.

Fortunato et al. [32], aplicaron procedimientos de autopsia a membranas del modelo *SW-RO*, un medio filtrante (correspondiente a píceas) y un filtro de cartucho; todos provenientes de una planta desalinizadora de agua de mar por RO a gran escala, ubicada en el Mar Rojo. La metodología de la autopsia consistió en analizar las muestras de prueba utilizando distintas técnicas, entre ellas, espectroscopia de masas de plasma acoplado inductivamente (ICP-MS), cromatografía líquida con detección de carbono orgánico (cuyas siglas en inglés son LC-OCD), SEM/EDS y mediciones de ATP microbiano. A grandes rasgos, los resultados indicaron que los depósitos de silicato de aluminio, hierro y magnesio están presentes tanto en la membrana como en el filtro de cartucho.

González-Gil et al. [33], realizaron la autopsia de una membrana de RO, correspondiente al modelo *LG SW 440 - High Rejection*, fabricada por *LG Chem* (número de serie *AG9A28F1499*), de una planta desalinizadora de agua de mar a gran escala, con una mayor caída de presión en el canal de alimentación. En particular, los resultados indicaron que la membrana presentaba bioincrustaciones, incrustaciones orgánicas, acumulación de hierro, además de que la membrana presentaba compactación irreversible.

Por último, Ozbey-Unal et al. [34], realizaron pruebas de autopsia en membranas, correspondientes al modelo *BW30* y *LE*, suministradas por la empresa *Dow FilmTec* (Minneapolis, MN, EE. UU.). Estas pruebas consistieron en el uso de AFM, SEM y EDX. Dentro de los resultados, se indica la presencia de ensuciamiento causado por $FeCl_3$, debido a que fue inadecuadamente controlado.

2.4. Técnicas de caracterización de materiales

Como se puede observar en la sección anterior (2.3.5.1), los distintos procedimientos empleados para la autopsia de las membranas del proceso de RO, requieren de distintas técnicas de caracterización que permitan identificar, estudiar y analizar tanto el daño como el ensuciamiento que puedan presentar las membranas. Estas técnicas corresponden a una herramienta útil y ampliamente utilizada en distintas disciplinas, que permiten el análisis de las estructuras y composición de los materiales. A continuación, se describen a detalle las técnicas más utilizadas en el rubro, junto con otras recientemente desarrolladas.

2.4.1. Técnicas convencionales de caracterización de materiales

En términos de este estudio, se definen las técnicas convencionales de caracterización de materiales, a las técnicas cuyo procedimiento y desarrollo se puede hacer en laboratorio, sin la necesidad de recurrir a equipos que analicen las muestras. Dado que son técnicas que se encuentran en desarrollo y/o estudio, se recomiendan realizar y comparar con técnicas de caracterización avanzadas (algunas de ellas presentes en la siguiente sección, 2.4.2), junto con información bibliográfica, para poder corroborar la información que se obtiene.

Dentro de las técnicas que resaltan en el área de autopsia de membranas, se destaca la prueba de solubilidad química, prueba de pérdida por ignición (cuyas siglas en inglés son

LOI), prueba de oxidación de Fujiwara, además de la prueba de ácidos húmicos y fúlvicos.

2.4.1.1. Prueba de solubilidad química

Tal como dice el nombre, la prueba de solubilidad química para membranas, consiste en probar la solubilidad del ensuciamiento y/o incrustantes superficiales en distintas soluciones, ya que, de esta manera, se puede deducir la naturaleza y propiedades de estos compuestos.

Por medio de esta metodología es posible recopilar información sobre la naturaleza del ensuciante, basada en su solubilidad o dispersabilidad en diferentes productos químicos, junto con el color resultante de la solución. Además, para ciertos compuestos, es posible considerar la efervescencia, como por ejemplo soluciones en presencia de ácido que producen efervescencia, indica habitualmente la presencia de sales de carbonato, como carbonato de calcio [35].

2.4.1.2. Prueba de pérdida por ignición (LOI)

La prueba de pérdida por ignición, correspondiente a las siglas en inglés LOI, corresponde a un método utilizado en química analítica inorgánica, que consiste en encender o calentar vigorosamente una muestra a una temperatura determinada. Este tipo de proceso permite que las sustancias volátiles de la muestra sean liberadas, hasta que la masa de la muestra deja de cambiar. A menudo se realiza utilizando como medio aire, pero se puede realizar en otra atmósfera inerte o reactiva [36].

Esta herramienta permite medir el contenido de materia orgánica en una muestra de suelo, cemento, lodos y residuos. Los materiales volátiles que se pierden durante el análisis, típicamente consisten en agua, correspondiente a hidratos, y CO_2 proveniente de los carbonatos. El procedimiento comúnmente realizado para este tipo de prueba corresponde a: [36]

1. Primero se pesa y registra el peso de un crisol vacío, previo a añadir la muestra.
2. Luego se coloca la muestra en el crisol y se vuelve a pesar, donde la masa de la muestra se determina al restar el peso del crisol vacío con el del nuevo peso.
3. Se posiciona la muestra en un horno de secado para secar la muestra.
4. Posterior al proceso de calentamiento y una vez que el crisol se encuentre frío, se pesa la muestra y se determina el contenido de agua, correspondiente a la diferencia de masa.
5. Se ajusta la temperatura deseada de la mufla y se enciende con la muestra dentro, por el tiempo que sea necesario.
6. Posterior al proceso de calentamiento y una vez que el crisol se encuentre frío, se pesa la muestra y se determina el contenido orgánico, correspondiente a la diferencia entre este peso y el peso seco.

Así, esta técnica determina la cantidad de peso perdido en una muestra, correspondiente a la pérdida por ignición, una vez que ha sido sometida a un proceso de calentamiento. Este parámetro se calcula al comparar el peso de una muestra antes y después de ser sometida a las altas temperaturas durante la ignición y representa la cantidad de materia orgánica que tiene una muestra [36].

2.4.1.3. Prueba de oxidación de Fujiwara



Figura 2.2: Ejemplo aplicado de la prueba de Fujiwara en membranas de lámina plana, obteniendo pruebas positivas (izquierda) y negativas (derecha). Imagen obtenida de [37].

Este tipo de test corresponde a la metodología más ampliamente utilizado en las autopsias de membranas, ya que permite identificar la oxidación de su capa activa.

Esta técnica, en principio, corresponde a una prueba cualitativo de análisis, donde se destaca que la membrana debe encontrarse en un estado muy avanzado de degradación para que la oxidación sea detectada por este método [38].

Respecto a la prueba, esta es aplicada sobre membranas para determinar si la parte compuesta por poliamida está dañada, debido a la combinación de compuestos halogenados con la red polimérica de la poliamida aromáticas. Las membranas comúnmente analizadas corresponden a las de RO y nanofiltración. En esencia, el método se basa en la reacción de la piridina en medio fuertemente alcalino, que, en presencia de halógenos, da una coloración rosada que incluso, en algunos casos, puede dar una coloración roja intensa [39]; un ejemplo del tipo de resultado y coloración que entrega se presenta en la figura 2.2.

2.4.1.4. Prueba de ácidos húmicos y fúlvicos

Dando un poco de contexto, las sustancias húmicas corresponden a complejas agrupaciones macromoleculares de alto peso molecular, formados principalmente por compuestos aromáticos de carácter fenólico, procedentes de la descomposición de la materia orgánica y compuestos nitrogenados [40]. Estas sustancias se pueden clasificar como ácidos húmicos y fúlvicos, los cuales son producidas a partir de la biodegradación de la materia vegetal que, cuando están presentes en el agua, pueden ensuciar la membrana [35].

Los ácidos húmicos corresponden a la fracción de las sustancias húmicas solubles en medio alcalino, pero que en medio ácido son insolubles. Se caracterizan por estar compuestos de entre un 50 % a 60 % de carbono, 2 % a 6 % de nitrógeno y entre un 30 % a 35 % de oxígeno; siendo su acidez total de entre 5,6 - 7,7 [meq/g].

En cuanto a los ácidos fúlvicos, corresponden a la fracción de sustancias húmicas solubles en medio alcalino y ácido. Respecto a su composición, se caracterizan por tener entre un 40 % a 50 % de carbono, 3 % a 8 % de nitrógeno y entre un 44 % a 50 % de oxígeno; siendo su acidez total de entre 6,4 - 14,2 [meq/g] [40].

Este tipo de prueba se realiza para determinar la presencia o no de estos ácidos en el ensuciamiento de la membrana. Respecto al procedimiento, consiste en añadir la contaminación de la membrana a una solución de alto pH para disolver cualquier material orgánico que esté presente. Posteriormente, se debe filtrar para eliminar cualquier material insoluble y luego, al contenido filtrado se le debe bajar el pH para precipitar los compuestos orgánicos disueltos. De esta forma, las sustancias orgánicas solubles e insolubles se identifican en función del color de la solución en cada etapa [35].

2.4.2. Técnicas analíticas de caracterización de materiales

En términos del estudio en desarrollo, las técnicas analíticas de caracterización de materiales, también conocidas como avanzadas, corresponden a las asociadas a las pruebas que requieren equipos y que se encuentran tanto estandarizadas como utilizadas de manera habitual en el área de interés, respecto a la autopsia de membranas. En particular, dentro de las más utilizadas y de interés para este trabajo, se encuentran TGA, FTIR, SEM/EDS y ángulo de contacto.

2.4.2.1. Termogravimetría (TGA)

El análisis termogravimétrico, correspondiente al inglés *thermogravimetric analysis* y a las siglas TGA; corresponde a una técnica analítica cuantitativa, en que se monitorea la masa de una muestra a medida que la temperatura del horno aumenta hasta una cierta temperatura de interés, bajo un flujo de gas estable o cambiante [41].

En este procedimiento, la masa cae a medida que la muestra se va descomponiendo, donde los compuestos volátiles se evaporan o siendo posible que el estado de oxidación disminuya. En el caso particular de ambientes reactivos, como lo es el oxígeno, la masa de los metales de transición puede aumentar. Cabe mencionar que esta técnica no es capaz de detectar transiciones de fase, transformaciones polimórficas o reacciones para las cuales la masa es invariable [41].

Por medio de esta técnica es posible determinar información respecto a la composición de muestras, conversiones, cinéticas y mecanismos para cualquier proceso con un cambio de masa mediante métodos isotérmicos, no isotérmicos y cuasi-isotérmicos [41].

2.4.2.2. Espectroscopía infrarroja (FT-IR)

La espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier, conocida en inglés como *Fourier transform infrared* y de siglas FTIR; corresponde a una técnica espectroscópica que permite examinar las propiedades vibratorias de algunos compuestos y enlaces, como lo son los aminoácidos y cofactores, los cuales son sensibles a pequeños cambios estructurales [42]. Este

tipo de análisis es tanto cuantitativo como cualitativo, y permite identificar tanto al material como los posibles aditivos que presente.

Por lo general, este tipo de técnica posee diversas aplicaciones, desde el análisis de moléculas pequeñas o complejos moleculares hasta de células o tejidos. Se destaca su uso para el mapeo de componentes celulares (como lo son carbohidratos, lípidos y proteínas) para identificar células anormales [42].

2.4.2.3. Microscopía electrónica de barrido con rayos X de energía dispersiva (SEM/EDX)

El microscopio electrónico de barrido, proveniente del inglés *scanning electron microscope* y cuyas siglas son SEM; corresponde a una herramienta versátil, disponible para el examen y análisis de la morfología de la microestructura de una muestra. Este tipo de técnica tiene un límite de resolución de alrededor de 2000 [Å], ampliando el ángulo visual a través de la lente óptica [43].

Este tipo de técnica utiliza un haz de electrones que interactúan con la muestra para producir una imagen topológica y de composición relativa. Al momento de estar en contacto el haz con la muestra, éste producirá electrones secundarios (cuyas siglas en inglés son SE), electrones retrodispersados y rayos X característicos. Esta información es, luego, percibida por medio de los respectivos detectores para generar la imagen topográfica de la muestra [44].

En cuanto a la espectroscopia dispersiva de rayos X, proveniente del inglés *energy dispersive X-ray spectroscopy* y cuyas siglas son EDX, corresponde a una técnica involucrada en la detección de la composición elemental de una muestra mediante el uso de SEM. Dentro de las aplicaciones de esta herramienta, se destaca la evaluación e identificación de materiales, el reconocimiento de contaminantes en una muestra, control de calidad para las muestras, entre otros posibles usos [44].

2.4.2.4. Ángulo de contacto

Dando un poco de contexto, se define como ángulo de contacto a la capacidad que posee un líquido de mojar una superficie sólida, donde la forma que genera la gota del líquido sobre la superficie, se verá determinada por la tensión superficial y la naturaleza de la superficie donde se posiciona. De esta manera, es en el límite de la gota donde se fusiona la gota con la superficie sólida, provocando un contorno curvo, debido a la tensión superficial. Así, el ángulo de contacto corresponderá a la relación entre la interfase líquido/sólido y la tangente a la interfase líquido/gas [45].

Se destaca que, al momento de medir el ángulo de contacto para una superficie, se debe analizar el contorno de la gota y evaluar de manera óptica la sombra generada en la imagen. Además, es fundamental analizar la dependencia a la temperatura que tendrá el ángulo generado [45].

Capítulo 3

Metodología

En esta sección se presenta el procedimiento enfocado en una estrategia metodológica, basada en la búsqueda bibliográfica de documentos asociados al tema, que permitió establecer las pruebas y procedimientos a desarrollar. Esta consiste en una primera etapa, correspondiente a la sección 3.1, que se encuentra enfocada en el análisis respecto a la información disponible del agua que entra al proceso de RO.

Esta primera sección, a su vez se dividió en dos etapas, donde una se encontraba asociada a la recepción de la información previa que maneja la empresa de *Glauben Ecology* spa, la cual se analiza por medio de softwares para determinar su influencia en el proceso. Mientras que, la segunda etapa consiste en la recepción de muestras de agua salobre que entran al proceso de RO para luego, caracterizarla químicamente, a través de distintos procesos y técnicas.

Respecto a la segunda etapa, correspondiente a la sección 3.2, se encuentra enfocada en el análisis de las membranas descartadas del proceso de RO, dispuestas por parte de la empresa *Glauben Ecology* spa, con lo cual se realiza el estudio tanto del daño como del ensuciamiento que presentaba la membrana, por medio de las técnicas de caracterización convencionales y .

3.1. Análisis del agua que entra al proceso de RO

Esta primera etapa de estudio se enfoca en la información que se puede desprender respecto al agua que entra al sistema de osmosis inversa (RO), la cual puede tener algún grado de incidencia o causa en el daño, junto con la formación de ensuciamiento y/o incrustaciones que presenta la membrana.

3.1.1. Tratamiento data del agua del proceso de RO

Dentro de las primeras etapas del estudio, se realizó la recepción de información preliminar que manejaba la empresa *Glauben Ecology* spa respecto a los parámetros del agua. Se destaca que esta información corresponde a estudios previos respecto al agua que entra al proceso de RO, realiza por una empresa externa a la planta y en distintos períodos de tiempo.

En particular, en la tabla 3.1 se pueden observar estos parámetros recopilados en función del tipo de piscina y el período de medición de las distintas muestras.

Tabla 3.1: Data del agua, entregada por la empresa *Glauben Ecology* spa.

| Parámetros | Unidad | Piscina IL5 12-01-2022 | Piscina IL6 09-12-21 | Piscina IL7 05-04-2022 | Permeado |
|---------------------------|--------|---------------------------|-------------------------|---------------------------|----------|
| Bario | mg/L | 0,005 | 0,01 | 0,067 | 0,0003 |
| Aluminio | mg/L | 0,515 | 0,814 | 0,001 | 0,001 |
| Bicarbonato | mg/L | 59,6 | 65,6 | 294 | 20,35 |
| Calcio | mg/L | 185,3 | 264,5 | 267,06 | 4,631 |
| Magnesio | mg/L | 92,45 | 132,73 | 138,57 | 6,711 |
| Sodio | mg/L | 693,5 | 925,4 | 1327,8 | 96,46 |
| Potasio | mg/L | 56,87 | 73,85 | 98,52 | 3,523 |
| Hierro | mg/L | 0,008 | 0,005 | 10,425 | 0,025 |
| Manganeso | mg/L | 0,387 | 0,468 | 1,3223 | 0,001 |
| Cloruro | mg/L | 1067 | 1365,3 | 1856 | 77,4 |
| Sulfato | mg/L | 611,4 | 732,6 | 1337,6 | 45,6 |
| Nitrato | mg/L | 0,055 | 0,151 | 65 | 2,988 |
| Silicio | mg/L | 16,87 | 8,684 | 24,74 | 0,239 |
| Fosfato | mg/L | 0,017 | 0,009 | 0,083 | 0,001 |
| Boro | mg/L | 4,786 | 5,257 | 18,483 | 7,138 |
| Zinc | mg/L | 0,009 | 0,006 | 7,095 | 0,0002 |
| pH | - | 7,6 | 7,21 | 7,51 | 6,45 |
| Conductividad | mS/cm | 6,54 | 13,2 | 10,69 | 0,418 |
| Temperatura transporte | °C | 6,9 | 8,3 | 9,5 | 9,5 |

A grandes rasgos, se destaca que las piscinas presentan valores dentro de un mismo rango, mientras que el permeado, en general, difiere de ellos. Esto se puede deber a las condiciones del agua y los tratamientos que recibieron antes de la medición de los parámetros.

Esta información fue tratada y comparada con distintas fuentes bibliográficas asociadas a la calidad del agua de procesos de RO, para tener una primera noción respecto a los posibles compuestos que precipitan dentro de la membrana.

Posteriormente, se realizó la implementación de la información requerida a los softwares para luego, realizar un análisis detallado respecto a las posibles especies que precipitan en las condiciones dadas por el módulo de RO. A continuación se detallan los softwares empleados para obtener información relevante utilizada en el análisis de los posibles agentes incrustantes o ensuciantes.

3.1.1.1. Software *Hydranautics* – *IMSDesign*

EL software *Hydranautics - IMSDesign* (donde las siglas corresponden a *Integrated Membrane Solutions Design*) comercializado por la empresa *Nitto Denko Corporation* (Japón), corresponde a un software de libre acceso que permite a los usuarios simular el comportamiento de los procesos de membranas de RO y nanofiltración que son comercializados por la marca *Hydranautics*.

Este software basa su procesamiento de cálculo en el método de modelado estequiométrico para el escalado. El procedimiento de cálculo identifica el potencial de escalamiento utilizando datos de los límites de solubilidad de compuestos binarios puros de baja solubilidad (como lo son $CaSO_4$, $BaSO_4$, $SrSO_4$, CaF_2 y sílice). De esta manera, obtiene parámetros relevantes del agua, como lo son el índice de saturación de $Ca_3(PO_4)_2$, potencial de precipitación de carbonato de calcio, cuyas siglas en inglés son *CCPP*, índice de saturación de Langelier, y presión osmótica, que podrían formarse a partir de constituyentes del agua salobre y de mar.

El software permite ingresar los valores de las concentraciones de iones comunes en el agua e iones específicos, junto con información de la temperatura, pH y alcalinidad del agua. Una vez ingresados los valores, el software informa los sólidos disueltos totales, cuyas siglas en inglés son TDS, presión osmótica, índice de saturación de $Ca_3(PO_4)_2$, *CCPP*, índice de saturación de Langelier y porcentajes de saturaciones ($CaSO_4$, $BaSO_4$, $SrSO_4$, CaF_2 y sílice). De esta manera, permite determinar los índices de saturaciones de los compuestos formados dentro del proceso de RO. Se destaca que, para el caso de la información determinada por el software de los compuestos $CaSO_4$, $BaSO_4$ y $SrSO_4$; ésta se reporta como relación de saturación, SR %, la cual se determina según la ecuación 3.1.1.1

$$SR\% = \frac{ICP}{K_{sp, X_1, X_2}^*}, \quad \text{donde} \quad ICP = m_{X_1}^{n_1} \cdot m_{X_2}^{n_2} \quad (3.1)$$

donde *ICP* corresponde al producto de concentración de iones, *m* es el valor de concentración, *n1* y *n2* son la carga de iones, *X1* y *X2* son el anión y el catión, $K_{(sp, X_1, X_2)}^*$ es el producto de solubilidad estequiométrica del componente *X1* y *X2*. Se destaca que, para este trabajo de investigación, los valores SR % de $CaSO_4$, $BaSO_4$ y $SrSO_4$ se convierten en valores SI del índice de saturación a través de la ecuación 3.1.1.1

$$SI = \log \left(\frac{SR\%}{100} \right) \quad (3.2)$$

3.1.1.2. Software *PHREEQC Interactive*

El software *PHREEQC* [46] es un programa de cálculo que fue desarrollado por el servicio geológico del Departamento del Interior de los Estados Unidos (USGS, 2013), llegando a ser el estándar internacional para calcular equilibrios químicos. El software contiene un total de nueve bases de datos, cada una de las cuales, incluye varios conjuntos de datos con los parámetros necesarios para el modelado de especiación. Según la selección de una base de datos, los coeficientes de actividad se pueden calcular con variantes de la ecuación de Debye-Hückel o con rutinas que utilizan ecuaciones de interacción (*SIT* o *Pitzer*).

En términos del trabajo desarrollado, se ha utiliza *SIT.dat*. en el software, junto con la selección de la base de datos, donde el cálculo se realiza mediante la ecuación de interacción *SIT*. Así mismo, acoplada con algoritmos de asociación de iones, la simulación del potencial de escala (SI) ha considerado la presión de operación generada dentro de un elemento de membrana de RO. Por tanto, los valores SI se han determinado para presiones de 1 [bar] y

75 [bar], obteniendo el equilibrio con las posibles fases sólidas inorgánicas formadas.

Cabe mencionar que el software resuelve las ecuaciones matemáticas ingresadas por el usuario a partir de una base de datos química (.dat) y un archivo de entrada (.pqi), ambos ajustados por el usuario. Esta base de datos utiliza la ecuación de la teoría de iones específicos para calcular los coeficientes de actividad y puede simular a altas concentraciones del soluto. En este caso particular, la teoría ha sido probada hasta una concentración de 3 [mol/kg].

3.1.1.3. Software *Visual Minteq*

Para realizar la determinación de manera cuantitativa de las fases sólidas en equilibrio dentro del proceso de RO, se emplea el software *VISUAL MINTEQ* versión 3,1. En particular, este es un software de equilibrio químico que permite calcular la especiación, solubilidad, equilibrio sólido y las fases minerales disueltas en sistemas acuosos naturales y de laboratorio [47].

3.1.1.4. Software *OriginLab 2018*

El software *OriginLab 2018 - Graphing & Analysis* corresponde a un programa de fácil uso que permite el análisis de datos científicos y su posterior gráfica en 2D y/o 3D. Además, permite importar datos en diferentes formatos [48].

A través de este software es posible generar diagramas de *Piper-Hill-Langelier*, conocidos en inglés como *Piper – Hill - Langelier diagram*, el cual permite obtener información respecto a la clasificación del agua en función de los iones presentes en ella.

3.1.2. Tratamiento de las muestras de agua que entran al sistema de RO

La empresa interesada en el estudio, *Glauben Ecology* spa, permitió el acceso a muestras de agua salobre que entran al proceso de RO. Con estas muestras fue posible realizar distintos tipos de análisis por medio de distintas técnicas de caracterización para determinar su composición y propiedades. A continuación se detalla el procedimiento realizado para cada uno de estos análisis.

3.1.2.1. Estudio de los parámetros preliminares del agua que entran al sistema de RO

Para verificar los datos respecto a los parámetros relevantes del agua entregados por parte de la empresa *Glauben Ecology* spa, es que se decide tratar y analizar las muestras de agua recepcionadas por parte de la empresa. Para ello, previamente se filtra la solución (se empleó el filtro Sartorius CA 0,45 [μm]) para que luego se realicen varias mediciones utilizando un conductímetro (OAKTON CON 2700) que permite determinar diversos parámetros del agua, entre ellos electroConductividad (cuyas siglas son EC), TDS (correspondiente a *Total Dissolved Solids* o sólidos disueltos totales en español), Sal, S.G. (correspondiente a *Specific gravity* o gravedad específica en español), ORP (correspondiente al potencial de oxidación

- reducción del agua), pH y temperatura. Estos resultados fueron comparados con valores referenciales obtenidos de bibliografía respecto a las condiciones óptimas del agua para así, determinar las posibles consecuencias que tendría su presencia en el proceso de RO.

3.1.2.2. Estudio de los parámetros del agua que entran al sistema de RO mediante test colorimétrico

Este tipo de análisis de agua se enfoca en muestras de agua extraídas previo al proceso de RO para, posteriormente, realizar diferentes pruebas que permiten determinar la presencia o no de ciertos compuestos en el agua, junto con su concentración. El procedimiento depende del compuesto que se desea analizar y se encuentra detallado en el kit portátil (sera aqua test). Se destaca que el agua analizada es previamente filtrada (se empleó el filtro Sartorius CA 0,45 [μm]) para eliminar parte de los sólidos en suspensión.

Cabe mencionar que los límites de detección de la prueba han sido reportados como 0,1 [mg/L] para Fe , 5 [mg/L] para NO_3^- , 0,1 [mg/L] para PO_4^{3-} , 1° dKH para dureza de carbonato y 1° dGH para dureza total [49]. Además, se usa como factor de conversión que 1° dKH o 1° dGH = 17,9 [mg/L] como $CaCO_3$ [50].

3.1.2.3. Caracterización del decantado proveniente del agua del proceso de RO

En esta etapa de estudio, el objetivo es poder determinar las características de los distintos compuestos dentro del agua que luego, en el proceso de RO ensucian la membrana. Es por ello que se estableció un procedimiento para poder concentrar y secar los compuestos asociados al ensuciamiento de la membrana; de esta manera, es posible obtener muestras sólidas, de fácil manipulación, que serán analizadas por medio de algunas de las técnicas de caracterización avanzadas. En las siguientes secciones se presenta en detalle el procedimiento realizado tanto para la obtención del decantado como las pruebas empleadas para su caracterización.

3.1.2.3.1. Preparación de las muestras de decantado provenientes del agua del proceso de RO

La preparación de las muestras de decantado de agua se puede realizar de diversas maneras, como por ejemplo por medio de filtraciones y secado. En particular, en función de los objetivos de trabajo es que se estableció como procedimiento el asociado al concentrado y posterior congelado de las muestras para ser finalmente liofilizados. Con ello, se obtuvo un polvillo compuesto por el decantado del agua de fácil uso para su posterior análisis.

En cuanto a la metodología, ésta, en una primera instancia, consistía en colocar muestras de agua, en particular las que posean una mayor concentración de sólidos en suspensión (i.e., de un proceso de decantado sacar el agua que se encuentra más al fondo) en un vaso precipitado de unos 10 [ml]. Esta muestra se coloca en un mezclador calentador magnético (Heating Magnetic Stirrer - VELP SCIENTIFICA [HES]) a una temperatura entre 200 - 250 [°C] y se deja en observación sin agitación para que el agua se evapore, hasta que la muestra llegue a ser de unos 5 [ml] por alrededor de 3 [hrs]. Posteriormente, se deja enfriar naturalmente hasta llegar a temperatura ambiente, para luego congelar la muestra al menos por unas 8 [hrs].

Luego de que la muestra se encuentre completamente congelada, se emplea el liofilizador (Alpha 1-2 LDplus, Freeze-dryer - CHRIST), donde la muestra debe ser cubierta en la zona abierta por papel parafilm y realizarle pequeños agujeros que permitan la eliminación del agua de la muestra. Esta muestra se mantiene en el liofilizador por al menos unas 48 [hrs] o hasta eliminar la mayor cantidad de contenido líquido. Así, al extraer la muestra del liofilizador, luego del período de tiempo definido, se obtiene un polvillo que contiene el principal ensuciamiento del agua que afecta a la membrana de RO.

3.1.2.3.2. Caracterización del decantado proveniente del agua del proceso de RO, por medio de técnicas analíticas

Posterior a la obtención del decantado como polvillo del ensuciamiento recuperado del agua, el enfoque del estudio se centró en determinar las propiedades y composición de este polvillo. En particular, este tipo de datos permite tener información previa al análisis de las membranas respecto a posibles causas de este ensuciamiento. Es por ello que se emplearon tres técnicas avanzadas de caracterización:

- La espectroscopía de infrarrojo por transformada de Fourier, mejor conocida por sus siglas en inglés FTIR (SMART iTX, NICOLET iS10. THERMO SCIENTIFIC), es una herramienta que permite determinar de manera cualitativa y cuantitativa la composición, tipo de enlace química y contenido orgánico de las muestras [51]. Además, es posible a través de bibliotecas, junto con las bases de datos del software, comparar y determinar porcentajes de similitud con otros compuestos.
- El análisis termogravimétrico, conocido por sus siglas en inglés TGA (equipo de termobalanza TGA Q50 V20.10 Build 36, versión 2.0), con medio nitrógeno y aire; corresponde a una técnica que permite caracterizar de manera física y química los cambios de un material con la temperatura, a través del monitoreo la variación de masa en el tiempo [52]. En este caso particular de estudio, todas las pruebas se realizaron con una velocidad de calentamiento de 10 [°C/min], en un rango de temperatura entre 26 [°C] y 600 [°C], utilizando un caudal de 40 [mL/min].

Las muestras de polvillo del decantado pesaron entre 5 y 10 [mg], donde se ubica la muestra dentro de un canasto de platino y se le aplica el ciclo térmico de interés. Esta técnica se utilizó para determinar los porcentajes orgánicos e inorgánicos en las membranas. Además, el valor del índice de temperatura de resistencia al calor ($T_{\text{índice de resistencia al calor}}$) se calcula de acuerdo con la ecuación 3.3 [53]

$$T_{\text{índice de resistencia al calor}} = 0,49 \cdot (T_{5\%} + 0,6 \cdot (T_{30\%} - T_{5\%}))^{63,64} \quad (3.3)$$

donde $T_{5\%}$ y $T_{30\%}$ es la temperatura de descomposición, correspondiente para una pérdida de peso del 5 % y el 30 % respectivamente.

- Por medio del microscopio electrónico de barrido, conocido por sus siglas en inglés SEM (Phenom ProX, JEOL JSMIT-300), es posible examinar y analizar la morfología de la microestructura de una muestra [43]. En particular, esta técnica se complementa con la espectroscopia de energía dispersiva de rayos X, conocida por sus siglas en inglés

como EDS (Phenom ProX, OXFORD modelo X - ACT), para la detección de la composición elemental de la muestra, por medio de un escaneo del microscopio electrónico [44].

3.2. Análisis de las muestras de membranas descartadas del proceso RO

Por parte de la empresa *Glauben Ecology* spa, se puso a disposición del estudio parte de una membrana descartada del proceso de RO. Se destaca que lo recibido correspondían a tres pliegues de esta membrana con sus respectivos espaciadores, correspondientes al modelo *SWC6-LD* de la empresa *Hydranautics*. Esta fue revisada y tratada para su posterior caracterización, tal como se detalla en las siguientes secciones.

3.2.1. Inspección visual preliminar de las membranas descartadas del proceso RO

En primera instancia se realizó una inspección visual a cada una de las capas de la membrana descartada, tanto para obtener una primera noción respecto al ensuciamiento y daño que presenta la membrana; como para determinar las regiones más afectadas por la contaminación por depósitos de materiales. Estas zonas concentradas son de mayor interés de estudio para extraer muestra que serán tratadas, analizadas y caracterizadas posteriormente.

Este tipo de de inspección preliminar tiene por objetivo encontrar las regiones más afectadas por la contaminación, causada por el depósitos de materiales, junto con la evaluación del daño superficial en la capa activa de poliamida, debido a las capas de ensuciamiento. Además, se busca determinar el daño físico en las capas de membrana y espaciadores.

3.2.2. Inspección visual por medio del microscopio óptico de las membranas descartadas del proceso RO

Como segunda alternativa para la inspección preliminar de la membrana, se opta por emplear un microscopio óptico (MLab, Microscopio Compacto Usb Led 0-500x Zoom) que permite obtener imágenes superficiales en detalle de la superficie de la membrana y espaciadores. Por medio de este método, es posible determinar en detalle tanto la posible presencia de compuestos como los posibles daños estructurales superficiales de la membrana, por ambos lados, y del espaciador que contiene las distintas hojas de la membrana.

3.2.3. Caracterización de las muestras de membrana descartadas del proceso RO

Dependiendo del tipo de muestra de membrana es el tipo de procedimiento de caracterización que se realizó para su posterior análisis. Las técnicas de caracterización, en primera instancia, se dividen en las convencionales y las avanzadas, en las que se requiere de equipos especializados que realizan esta caracterización. A continuación se detalla el procedimiento de cada una de las pruebas realizadas.

3.2.3.1. Caracterización por medio de las técnicas convencionales

Las técnicas convencionales corresponden a técnicas de caracterización enfocadas en la realización de pruebas a nivel de laboratorio como alternativa a las técnicas avanzadas. Dentro de ellas, el estudio se encuentra enfocado en cuatro pruebas en particular, descritas en las siguientes secciones.

3.2.3.1.1. Prueba de solubilidad química del incrustante de la membrana

En la prueba de solubilidad química del incrustante, se realizan pruebas respecto a la solubilidad del ensuciamiento ante distintos compuestos, donde en la tabla 3.2 se presentan los compuestos empleados en este estudio. Se realiza este tipo de estudio para determinar cuál compuesto de limpieza genera mayor potencial de limpieza, en términos del porcentaje de remoción de suciedad adherida, en muestra de cortes de membranas descartadas del proceso de RO, modelo *SWC6-LD* [35].

Las muestras de membranas a emplear en este procedimiento fueron seleccionadas de las zonas de mayor ensuciamiento y cortadas de un tamaño de 4 [cm] por 5 [cm] aproximadamente. Estas sólo fueron almacenadas en bolsas selladas, sin un previo tratamiento y que, además, fueron pesadas antes de ser tratadas.

Tabla 3.2: Descripción respecto a los compuestos a emplear para las pruebas de solubilidad química del incrustante de la membrana descartada del proceso de RO.

| Compuesto | Nombre | Marca | Pureza | Peso Molecular (PM) |
|-------------|---|---------|----------------|---------------------|
| Surfactante | bromuro de hexadeciltrimetilamonio | SIGMA | > 99 % | 364,45 [g/mol] |
| NaOH | hidróxido de sodio | MERCK | 99 % | 40,00 [g/mol] |
| HCl | ácido clorhídrico | MERCK | 37 % | 36,46 [g/mol] |
| H. Acét. | ácido acético (glacial 100 %) | MERCK | 100 % | 60,05 [g/mol] |
| H. Cítric. | ácido cítrico 1 - hidratado | winkler | 99,0 - 102,0 % | 210,14 [g/mol] |
| EDTA | ácido etilendiamino tetraacético sal disódica | winkler | 99,0 - 101,0 % | 372,24 [g/mol] |

En cuanto al diseño experimental de estas pruebas, se plantea un diseño experimental de Cuadro Latino [54], en el que se comparan seis compuestos químicos (*HCl*, *NaOH*, ácido acético como H. Acét., ácido etilendiaminotetraacético como EDTA, bromuro de hexadeciltrimetilamonio como Surfact., y ácido cítrico como H. Cítric.), siendo cada uno tratado durante 15 [min] en contacto con las muestras de membranas en un sistema de sonicación (Equipo: Branson Digital Sonifier 250 & Sonifier Sound Enclosure. Punta: Model 102C (CE) - Branson.), utilizando frecuencias diferentes de sonicación (entre 30 % a 40 %) y concentraciones diferentes de las disoluciones. Donde, el factor de interés corresponde a identificar el efecto de los compuestos químicos y se controlan dos factores de bloque, correspondientes a las frecuencias utilizadas al sonicar y las concentraciones utilizadas en cada prueba experimental.

La elección de la prueba experimental del Cuadro Latino a utilizar se hace antes de obtener los datos, donde se han aleatorizado las columnas y los renglones. Luego, los nombres de los seis compuestos químicos se asignan de manera aleatoria a las letras latinas (A, B, C, D, E y F) que denotan los niveles del factor de interés. La información del diseño experimental se indica en la tabla 3.3.

Tabla 3.3: Distribución de las experiencias, en función de las variables, ha realizar en la prueba de solubilidad química del incrustante de la membrana descartada del proceso de RO.

| Columna: % [p/p] | 30 % | 32 % | 34 % | 36 % | 38 % | 40 % |
|----------------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| Fila: Frecuencia [%] | | | | | | |
| 0,5 % [p/p] | A - HCL | D - EDTA | C - H.Acét. | E - H.Cítric | B - NaOH | F - Surfact. |
| 2,0 % [p/p] | B - NaOH | A - HCL | E - H.Cítric | C - H.Acét. | F - Surfact. | D - EDTA |
| 4,0 % [p/p] | C - H.Acét. | E - H.Cítric | D - EDTA | F - Surfact. | A - HCL | B - NaOH |
| 6,0 % [p/p] | D - EDTA | C - H.Acét. | F - Surfact. | B - NaOH | E - H.Cítric | A - HCL |
| 8,0 % [p/p] | F - Surfact. | B - NaOH | A - HCL | D - EDTA | C - H.Acét. | E - H.Cítric |
| 10,0 % [p/p] | E - H.Cítric | F - Surfact. | B - NaOH | A - HCL | D - EDTA | C - H.Acét. |

Luego de realizar las pruebas, se procede a limpiar las membranas por medio de una etapa de sonicación (Equipo: Branson Digital Sonifier 250 & Sonifier Sound Enclosure. Punta: Model 102C (CE) - Branson.) de 15 [min] con agua destilada, donde, la bolsa en que se almacena también se debe limpiar con agua destilada para su almacenamiento. Posteriormente, se congela la muestra al menos por unas 8 [hrs] para que se encuentre completamente congelada. Con las muestras congeladas se emplea el liofilizador (Alpha 1-2 LDplus, Freeze-dryer - CHRIST), donde la muestra se deja en una bolsa abierta dentro del equipo y se mantiene en él por al menos unas 12 [hrs] o hasta eliminar la mayor cantidad de contenido de agua. Así, al extraer la muestra del liofilizador, luego del período de tiempo definido, queda lista para ser pesadas y analizadas.

En particular, las pruebas a realizar para el análisis de las muestras tratadas, son por medio de las técnicas de caracterización avanzadas para corroborar los efectos de los distintos solventes químicos, donde se destaca que para la prueba de TGA se realizó hasta una temperatura de 800 [°C]. Además, se emplea el microscopio óptico (MLab, Microscopio Compacto Usb Led 0-500x Zoom) para obtener imágenes superficiales en detalle de la membrana, junto con el efecto de los solventes químicos sobre el ensuciamiento.

Se complementó el análisis por medio del estudio de la variación de la masa de las membranas y el uso de softwares de tratamiento de datos. Este análisis se realiza por medio del software *Minitab*, a través del análisis de varianza, mejor conocido por las siglas ANOVA, para poder interpretar los resultados. Por medio de este método, es posible probar la hipótesis de que las medias de dos o más poblaciones de datos son iguales. Además, los análisis ANOVA evalúan la importancia de uno o más factores al comparar las medias de la variable de respuesta en los diferentes niveles de los factores [55].

Cabe mencionar que, con los valores de las masas se calcula el porcentaje de remoción de suciedad adherida (cuyas siglas en inglés son $\% \Delta FR$) de acuerdo a la ecuación 3.4

$$\% \Delta FR = 100 \% \cdot \left(\frac{m_1 - m_2}{m_1} \right) \quad (3.4)$$

donde, m_1 es la masa inicial en [g] de las muestras de membranas y m_2 es la masa final en [g] después del tratamiento por sonicación, junto con los compuestos químicos. Cabe mencionar que el modelo estadístico que describe el comportamiento de las observaciones generadas a través de la experimentación con el cuadro Latino, está dado por la ecuación 3.5

$$Y_{ijl} = \mu + \tau_i + \delta_j + \epsilon_{ijl} \quad (3.5)$$

donde, Y_{ijl} es la observación del tratamiento i , en el nivel j del factor renglón, junto al nivel l del factor columna; ϵ_{ijl} es el error atribuible a dicha observación; μ es la media global poblacional; τ_i es el efecto debido al tratamiento i , δ_j es el efecto debido al bloque j . Se destaca que uno de los supuestos empleados es que los errores se distribuyen de manera normal con media cero y varianza constante.

3.2.3.1.2. Prueba de pérdida por ignición (LOI) en la membrana y espaciador

En la prueba de pérdida por ignición de la membrana, mejor conocida por sus siglas en inglés LOI, se estudia el contenido de orgánicos e inorgánicos del ensuciador, en este caso, la capa externa de suciedad que cubre la membrana [36].

Dada la complejidad de separar el ensuciador de la membrana, se optó por realizar el procedimiento con 5 muestras, donde se analizó de manera separada el espaciador grande (abreviado como EG), el espaciador pequeño (abreviado como EP), la membrana externa (abreviada como ME) y la membrana interna (abreviada como MI); las cuales fueron cortadas de un tamaño de 5 [cm] por 5 [cm]; junto con una pequeña concentración de polvillo decantado (abreviado como PD).

Estas muestras se pesaron, junto con los crisoles, y luego se calentaron en una horno mufla eléctrico programable, con control pid digital y función de temporizador digital (JSR, JSMF - I40T, CIENTEC Scientific instruments S.A.). En este equipo se programaron las siguientes rampas de calentamiento, donde, en primera instancia se realiza el calentamiento hasta 150 [°C] por 2 [hrs] para luego, mantener esta por 12 [hrs]. Posteriormente, se calentó el horno hasta una temperatura de 550 [°C] durante 2 [hrs] para mantener esta temperatura por 8 [hrs]. Finalmente, se deja enfriar sin abrir el horno hasta que las muestras obtuvieran la temperatura ambiente de manera natural, donde luego se pesaron los restos de las muestras junto con los crisoles y, con esta información, se realiza el cálculo del porcentaje de pérdida de peso, correspondiente a las siglas en inglés *WLIT*, según la ecuación 3.6

$$WLIT \% = 100 \% \cdot \left(\frac{m_1 - m_2}{m_1} \right) \quad (3.6)$$

donde m_1 corresponde al valor inicial de la masa en [g] de los distintos componentes del análisis y m_2 es la masa final en [g] después del tratamiento térmico.

3.2.3.1.3. Prueba de ácidos húmicos y fúlvicos

Esta prueba se realiza para determinar la presencia de ácidos húmicos y fúlvicos en la superficie de membrana, donde este tipo de ácidos se producen a partir de la biodegradación de la materia orgánica. En particular, cuando está presente en el agua de alimentación del proceso, puede contribuir al ensuciamiento de la membrana [35].

En cuanto al procedimiento, este, en una primera instancia, consistió en la preparación de dos disoluciones de 50 [mL] altamente alcalinas. La primera corresponde a una disolución al 8 % [p/p] de *NaOH* en agua desmineralizada, y la segunda disolución es de 10 [M] de *NaOH* en agua desmineralizada. A cada disolución se le agregan todos los elementos de membrana, correspondientes al espaciador grande (abreviado como EG), el espaciador pequeño (abreviado como EP), la membrana externa (abreviada como ME) y la membrana interna (abreviada como MI).

Estas muestras son llevadas a un sistema de sonicación (Equipo: Branson Digital Sonifier 250 & Sonifier Sound Enclosure. Punta: Model 102C (CE) - Branson.) por 15 [min] a una frecuencia de 40 %, con el objetivo de poder remover material orgánico soluble. De esta manera, se obtienen disoluciones coloridas, las cuales se dejan enfriar por 30 [min].

Posteriormente, se separa la solución del líquido sobrenadante por medio de un filtro de celulosa pequeño (Sartorius CA 0,45 [μm]) para eliminar material insoluble. A la solución filtrada se le mide y ajusta el pH hasta un valor ácido cercano a 2,0, empleando ácido clorhídrico (*HCl*) a distintas concentraciones, siendo de 3 [M], 1 [M] y 0,15 [M]; con el propósito de precipitar los ácidos húmicos, fúlvicos y otros ácidos orgánicos presentes con bajo valor de pKa. Las disoluciones finales acidificadas son centrifugadas (EBA21 Heffich/zentrifugen) a 6.000 [rpm] por 10 [min], y se verifica un cambio de coloración o material precipitado, el cual es una prueba cualitativa de la presencia de ácidos húmicos y fúlvicos.

3.2.3.1.4. Prueba de oxidación de Fujiwara

Esta prueba se realiza para determinar si la superficie de la membrana o las incrustaciones, han sido expuestas a un halógeno, como lo son el cloro o el bromo. Respecto al procedimiento de la prueba [38], se comienza cortando en pequeños pedazos y luego colocar las muestras a evaluar en viales de vidrio con capacidad de 20 [mL] con tapa. Las muestras a evaluar corresponden a EG, EP, ME y MI, tal como se describió en la sección anterior; junto con una muestra en un vial de vidrio con tapa que posee 20 [mL] de *NaOH* 10 [M] con piridina (99,9%, Merck Chile), considerada como muestra blanco.

A las muestras provenientes de la membrana se le agregan 5 [mL] de solución de *NaOH* 10 [M] a cada vial con los trozos cortados y luego, 5 [ml] de piridina, donde estas muestras son tapadas de manera hermética. Posteriormente, se agitan vigorosamente durante 1 [min], donde previamente se debe preparar un baño de agua a 90 [°C] para calentar los viales, luego de la agitación, durante 2 [min].

Finalmente, se dejan enfriar los viales a temperatura ambiente, los cuales después deben ser revisados para verificar un cambio de color con tendencia al rosa pálido. Además, se realiza una medida espectrofotométrica del medio líquido coloreado a 530 [nm] por medio de la técnica de caracterización del UV - visible (espectrofotómetro Evolution 220 UV-Vis, Thermo Scientific).

3.2.3.2. Caracterización por medio de técnicas analíticas

Las técnicas de caracterización avanzadas se encuentran enfocadas en el uso de técnicas ya establecidas y que requieren de un equipo especializado para su análisis. Las muestras de membrana descartadas del proceso de RO que son analizadas a través de cualquiera de estas técnicas se debe, en primera instancia, congelar por al menos unas 8 [hrs]. Se destaca que, si se requiere de membranas de referencia para su comparación y referencia, estas previo a ser congeladas, deben ser cortadas de un tamaño de 4 [cm] por 5 [cm] aproximadamente en las zonas de interés.

Luego de que la muestra se encuentre completamente congelada, se emplea el liofilizador (Alpha 1-2 LDplus, Freeze-dryer - CHRIST), donde la muestra, por comodidad, se deja en una bolsa abierta dentro del equipo y se mantiene en él por al menos unas 12 [hrs] o hasta eliminar la mayor cantidad de agua. Así, al extraer la muestra del liofilizador, luego del período de tiempo definido, queda lista para ser analizada. En particular se emplearon cuatro técnicas de caracterización:

- Se realizó el análisis espectroscópico a las distintas muestras de membranas para caracterizar la presencia de algunos grupos químicos específicos identificables en el material. Se empleó espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), junto con reflectancia total atenuada (correspondiente a las siglas en inglés ATR), usando el equipo SMART iTX, NICOLET iS10. THERMO SCIENTIFIC, donde los resultados se encuentran en el rango de número de onda de 4.000 a 400 [cm^{-1}] y, entre muestras se debe limpiar la zona de medición con alcohol para no contaminar el resto de las muestras. Los espectros FTIR-ATR obtenidos fueron posteriormente normalizados y las principales señales (es decir, las más intensas) se asociaron con grupos químicos de interés.
- El análisis termogravimétrico (TGA) permite caracterizar de manera física y química los cambios de un material con la temperatura. En este caso particular de estudio, se empleó el equipo de termobalanza TGA Q50 V20.10 Build 36, versión 2.0, empleando como medio nitrógeno y/o aire, según sea el caso; donde todas las pruebas se realizaron con una velocidad de calentamiento de 10 [$^{\circ}C/min$], en un rango de temperatura entre 26 [$^{\circ}C$] y 600 [$^{\circ}C$] u 800 [$^{\circ}C$] (dependiendo el caso y disponibilidad), utilizando un caudal de 40 [mL/min]. Cabe mencionar que las muestras de membrana pesaron entre 5 y 10 [mg], donde se ubicó la muestra dentro de un canasto de platino y se le aplica el ciclo térmico de interés.

Esta técnica se utilizó para determinar la temperatura de descomposición de las membranas, de las capas de ensuciamiento y conocer los porcentajes orgánicos e inorgánicos en las membranas. Además, el valor del índice de temperatura de resistencia al calor ($T_{\text{índice de resistencia al calor}}$) se calcula de acuerdo con la ecuación 3.7 [53].

$$T_{\text{índice de resistencia al calor}} = 0,49 \cdot (T_{5\%} + 0.6 \cdot (T_{30\%} - T_{5\%}))^{63,64} \quad (3.7)$$

Donde $T_{5\%}$ y $T_{30\%}$ es la temperatura de descomposición, correspondiente para una pérdida de peso del 5% y el 30% respectivamente.

- El análisis SEM-EDX se llevó a cabo con la ayuda de un campo controlado por computadora del equipo SEM Phenom ProX, (Phenom ProX, JEOL JSMT-300) que se encontraba equipado con un sistema de rayos X de energía dispersiva (EDX), OXFORD modelo X - ACT. Todas las muestras se montaron en talones de plástico y las condiciones de trabajo se fijaron en un voltaje entre 10 - 15 [kV], dependiendo del caso, y resolución de imagen entre 200 - 20 [μm].

Este tipo de análisis permite conocer la morfología superficial de la muestra, dando una noción a nivel superficial de los cambios, daños y efectos del ensuciamiento en la membrana; además, de determinar la composición atómica y másica.

- Por medio de la técnica de caracterización del ángulo de contacto, es posible analizar las propiedades superficiales de un material en función de las interacciones que tenga con agua, para conocer en ese caso si es hidrófilo o hidrófobo.

El procedimiento experimental para las mediciones del ángulo de contacto, consisten en colocar la muestra en el porta muestras, donde ambos se ajustan al lente de la cámara del equipo Drop shape analyzer DSA 25-E. Con la muestra lista, se verifica que la aguja se encuentre bien posicionada y se corrigen las mediciones en función del espesor del líquido, en este caso agua, para calibrar la prueba. En cuanto a las mediciones, la primera gota que se libera debe ser quitada, ya que puede que parte del agua se evapore previo al sondeo, por lo que, no es una medición confiable. Ya con la segunda gota, esta se debe deposita de la aguja a la muestra y se comienza a recolectar la información y/o imagen del procedimiento.

Capítulo 4

Resultados, Análisis y Discusión

A continuación se presentan los principales resultados obtenidos en función de la metodología, con su respectivo análisis y discusión. Se destaca que estos se encuentran separados en función de la metodología previamente descrita.

4.1. Respecto al agua que entra al proceso RO

En esta sección se presentan los principales resultados obtenidos, respecto tanto en la data como en las muestras de agua salobre que entra al sistema de RO. Se destaca que, por ser tanto la entrega de resultados como el análisis y discusión de ellos, presenta referencias bibliográficas para su comparación y deducción respecto al potencial ensuciamiento de la membrana.

4.1.1. Análisis preliminar respecto a la data del agua entregada por la empresa

En una primera instancia, se realizó un análisis y comparación de los datos entregados por parte de la empresa *Glauben Ecology* spa para poder tener una primera noción respecto a las condiciones del agua que es tratada en la planta.

Al comparar los resultados presentados en la tabla 3.1 con los datos referenciales en la tabla 2.1 y 2.2, los compuestos de mayor interés que tienden a formar sólidos e incrustaciones que puedan dañar la membrana, debido a su alta concentración, se describen a continuación con sus respectivas consecuencias:

- Respecto a las concentraciones de bario, sólo en la piscina IL7 no se cumple con las condiciones necesarias para que el agua entre al proceso de RO, ya que es mayor a 0,015 [mg/L] [16]. Este compuesto, en estas concentraciones, puede precipitar como sulfato y perjudicar el proceso de RO.
- En cuanto al aluminio, las piscinas IL5 e IL6 no cumplen con una concentración menor a 0,1 [mg/L] [16], lo cual podría llegar a causar problemas a un pH cercano a 7, ya que el aluminio produce hidróxidos insolubles.
- Respecto al manganeso, ninguna de las piscinas cumple con la condición de ser menor a 0,01 [mg/L] [16], lo cual puede producir precipitados en el proceso RO.

- Respecto al silicio, todas las piscinas presentan una concentración por sobre a 1 [mg/L] [16]. Las complicaciones se deben a que tiende a formar partículas de sílice coloidal a concentraciones mayores, las cuales se depositan en la membrana y llega a ser corrosivo para ella, perjudicando su funcionamiento [19].

Cabe mencionar que predecir los niveles máximos de metales, como lo son el hierro, manganeso y aluminio puede ser difícil, ya que las formas solubles de los iones metálicos permiten mayores niveles de saturación y las formas insolubles tienden a actuar más como partículas y coloides. [17] Sin embargo, estos resultados presentes en la tabla 3.1, sólo informan valores totales de las concentraciones de aniones y cationes representativos disueltos en el agua que alimenta al sistema de RO.

4.1.2. Análisis de la data del agua en los distintos softwares

En base a los resultados del análisis del agua salobre en distintas fechas que entra al sistema de RO, entregados por la empresa *Glauben Ecology* spa que se presentan en la tabla 3.1, se realizan los análisis por medio de distintos softwares para identificar posibles compuestos que precipitan dentro de la membrana del proceso de RO.

4.1.2.1. Respecto al software *Nitto Hydronautics*

Se realizó la simulación de la data de agua en el software *Nitto Hydronautics*, con el fin de determinar las posibles especies que se saturan en el proceso de RO, donde se informan los resultados en la tabla 4.1.

Respecto a los resultados presentes en la tabla 4.1 se aprecia, en primera instancia, que los porcentajes de saturación de $CaSO_4$, $BaSO_4$, y $SrSO_4$ se encuentran por debajo del umbral máximo como para generar problemas de incrustaciones [56]. Además, en las analíticas de aguas, presentes en la tabla 3.1 de la metodología, no se informan concentraciones de Sr y F ; por lo que las saturaciones de CaF_2 y $SrSO_4$ no aplican para este caso de estudio.

De igual manera, los porcentajes de saturación por SiO_2 son más bajos que el valor del umbral máximo para generar problemas de incrustaciones. Sin embargo, la sílice puede generar compuestos con otros iones y desarrollar problemas de incrustaciones. Se destaca que una cantidad de sílice entre 80 % a 90 %, genera ensuciamiento e incrustaciones, independiente de los valores de concentración inicial [18].

Tabla 4.1: Resultados de la simulación en el software *Nitto Hydronautics* para la data de agua entregada por parte de la empresa.

| Información de Saturación | Piscina IL5 | Piscina IL6 | Piscina IL7 | Permeado | Umbral máximo medido en el concentrado para obtener incrustación en la membrana RO | Referencias |
|-------------------------------------|-------------|-------------|-------------|----------|--|--------------------|
| $CaSO_4$ / KSP *100 | 16 % | 27 % | 31 % | 0 % | 230 % | [56] |
| $BaSO_4$ / KSP *100 | 37 % | 89 % | 633 % | 0 % | 6.000 % | [56] |
| $SrSO_4$ / KSP *100 | 0 % | 0 % | 0 % | 0 % | 800 % | [56] |
| CaF_2 / KSP *100 | 0 % | 0 % | 0 % | 0 % | 12.000 % | [56] |
| Saturación de SiO_2 | 18 % | 9 % | 26 % | 0 % | 100 % | [57] |
| $Ca_3(PO_4)_2$ índice de saturación | -1,1 | -1,6 | -1,4 | 0 | <0, insaturado >0, sobresaturado = 0, en equilibrio | [58] |
| CCPP, [mg/L] | 0,47 | -2,94 | 65,73 | -23,91 | >0, incrustaciones protectoras [- 5] – 0, pasivo [- 10] – [- 5], ligeramente corrosivo <[-10], corrosivo agresivo | [59] |
| Índice de saturación Langelier | -0,44 | -0,6 | 0,35 | -3,5 | -0,2; valor objetivo recomendado. + 2,0 fuerte formación de escamas, no corrosivo +0,5 ligera formación de escamas, no corrosivo 0,0 balance, posible corrosión -0,5 no formación de escamas, ligera corrosión -2,0 no formación de escamas, fuerte corrosión | [17] [18], [57] |
| Fuerza iónica | 0,061 | 0,061 | 0,113 | 0,006 | - | - |
| Presión osmótica [bar] | 1,64 | 1,28 | 3,11 | 0,17 | - | - |

Respecto a la saturación por $Ca_3(PO_4)_2$, la mayoría de los valores obtenidos se encuentran por debajo de cero, por lo que se encuentran en un estado de insaturación [58]. En cuanto a los valores del potencial de precipitación del carbonato de calcio o *CCPP*, se generan diferentes interpretaciones.

En cuanto a los valores de *CCPP* para la piscina IL7, es mayor que 0, por lo que hay generación de precipitaciones de incrustaciones protectoras, mientras que la piscina IL5 y IL6 presenta valores entre 0 y -5; por lo que son sistemas pasivos, es decir, sin precipitaciones que alteren la operación del sistema RO. En cuanto al permeado, éste presenta valores por debajo de -10, que corresponde a un corrosivo agresivo y sin precipitado; por lo que se considera perjudicial tanto para el proceso RO, ya que produce la alteración de las propiedades de la membrana, como del sistema de tuberías. Se destaca que este parámetro corresponde al potencial de precipitación del carbonato de calcio y es la medida cuantitativa del potencial de una solución para precipitar o disolver $CaCO_3(s)$ [60].

Los valores del índice de saturación de Langelier (LSI) respecto a las diferentes analíticas del agua, reportan valores alejados del valor del umbral máximo que genera las precipitaciones. Donde, en particular, la piscina IL7 presenta un LSI positivo siendo no corrosiva, pero que tenderá a formar incrustaciones de carbonato de calcio. En cuanto a las piscinas IL5, IL6 y permeado, presentan un LSI negativo siendo corrosivas para las tuberías de metal, pero que no forman incrustaciones de carbonato de calcio.

El índice de saturación de Langelier es un método de medición que permite informar el potencial corrosivo o de formación de incrustantes del agua salobre con bajo contenido de TDS, en función del nivel de saturación de carbonato de calcio [$CaCO_3$] [17]. Además, este parámetro es importante en la química del agua en los procesos RO para determinar si el agua formará o no incrustaciones de carbonato de calcio [17].

En cuanto a la fuerza iónica se destaca que las piscinas IL5 e IL6 poseen el mismo valor, pero discrepan levemente en los valores de la presión osmótica. Mientras que, la piscina IL7 presenta la mayor fuerza iónica, junto con el valor más alto de la presión osmótica. Respecto al permeado, éste genera la menor fuerza iónica y presión osmótica.

En particular, la presión osmótica se asocia a la cantidad de presión aplicada al lado concentrado de una membrana para detener el movimiento neto de moléculas de disolvente a través de ella [61]. Por lo que, este parámetro se podría asociar a una relación directa con la concentración, donde mientras mayor sea la presión, mayor es la concentración de estos compuestos. De esta manera, además es posible asociarlo de manera directa a la fuerza iónica, ya que corresponde a una medición de la concentración de iones dentro de una solución. Por lo que, ante un aumento en la concentración, en particular de iones dentro de la solución, se expresa en un aumento de la fuerza iónica y de a presión osmótica, tal como se puede observar en los resultados de la tabla 4.1.

Cabe mencionar que este programa permite otro tipo de cálculos respecto a los tratamientos que requiere la membrana, pero que, debido a las altas concentraciones de diversos iones del agua, no fue posible aprovechar estas capacidades del software.

Conociendo las condiciones de saturación de las muestras de las analíticas de agua presentes en la tabla 4.1, aún es necesario determinar las especiaciones de los aniones y cationes reportados en la tabla 3.1, respecto al valor de pH. También, se debe verificar la existencia de fases sólidas que puedan precipitar y ser las responsables de las manchas, sarro e incrustaciones en la superficie de la membrana y en los poros.

4.1.2.2. Respecto al software *PHREEQC Interactive*

Para desarrollar los cálculos y encontrar las posibles fases sólidas presentes en el agua que entra al sistema de RO, se empleó *PHREEQC Interactive*, donde se obtuvieron los datos presentes en la tabla 4.2.

Tabla 4.2: Descripción de las propiedades fisicoquímicas de las analíticas de agua informadas por *Glauben Ecology* spa.

| <i>Parámetros</i> | <i>Piscina IL5</i> | <i>Piscina IL6</i> | <i>Piscina IL7</i> | <i>Permeado</i> |
|---|--------------------|--------------------|--------------------|-----------------|
| pH | 7,6 | 7,21 | 7,51 | 6,45 |
| Pe (Potencial reductor) | 4 | 4 | 4 | 4 |
| Conductancia específica [$\mu\text{S}/\text{cm}$] | 2918 | 3875 | 5703 | 335 |
| Densidad [g/cm^3] | 1,00230 | 1,00292 | 1,00446 | 0,9999 |
| Volumen [L] | 1,00054 | 1,00071 | 1,00142 | 1,00034 |
| Actividad del agua | 0,999 | 0,998 | 0,997 | 1 |
| Fuerza iónica [mol/kg de H_2O] | 0,05591 | 0,07311 | 0,1027 | 0,005205 |
| Masa de agua [kg] | 1 | 1 | 1 | 1 |
| Carbono total [mol/kg de H_2O] | 0,001169 | 0,001357 | 0,006167 | 0,0007972 |
| CO_2 total [mol/kg de H_2O] | 0,001169 | 0,001357 | 0,006167 | 0,0007972 |
| Temperatura [$^{\circ}\text{C}$] | 6,90 | 8,30 | 9,5 | 9,5 |
| Balance eléctrico (eq) | 0,004536 | 0,01132 | -0,005130 | 0,001318 |
| % de error: $100\% * (\text{Cat} - \text{An}) / (\text{Cat} + \text{An})$ | 5,19 | 9,92 | -3,12 | 15,06 |
| Iteraciones | 10 | 9 | 9 | 10 |
| H (hidrógeno) Total | 111,0161 | 111,0158 | 111,0250 | 111,0148 |
| O (oxígeno) Total | 55,5377 | 55,54293 | 55,60123 | 55,51275 |

De los datos informados en la tabla 4.2, se puede desprender que los valores de la fuerza iónica son menores a $0,5$ [mol/kg] de H_2O , por lo tanto, se ha empleado la ecuación de Davis que se incluye en la base de datos del software. Igualmente, los valores de la conductancia específica para las piscinas IL6 e IL7 informados en la tabla 4.7 son muy cercanos a los reportados en la tabla 4.2, donde la diferencia radica en los valores de la temperatura de medición.

Respecto a los resultados del software, en la tabla 4.3 se muestran los resultados de los índices de saturación, correspondiente a las siglas en inglés SI, de las posibles fases sólidas para el agua cruda IL5 (9 posibles compuestos), el agua cruda IL6 (14 posibles compuestos), el agua cruda IL7 (21 posibles compuestos) y el permeado (11 posibles compuestos); que pueden estar en equilibrio con su fase sólida presente, correspondientes a los valores de SI mayores a 0. Esto significa que, si el índice de saturación SI es mayor que cero, la solución acuosa está sobresaturada con un mineral específico; mientras que, si el valor de SI es menor que cero, indica que la solución acuosa está subsaturada con respecto al mineral.

Tabla 4.3: Información sobre el índice de saturación determinado con el software *PHREEQC*.

| <i>Muestra de agua</i> | <i>Fase</i> | <i>SI</i> | <i>log IAP</i> | <i>log K (280 [K], 1 [atm])</i> | <i>Fórmula</i> |
|---------------------------|-------------------------------|-----------|----------------|---|---|
| <i>Piscina IL5</i> | <i>Al(OH)₃ (a)</i> | 0,21 | 12,27 | 12,06 | <i>Al(OH)₃</i> |
| | Albita | 2,17 | -17,06 | -19,23 | <i>NaAlSi₃O₈</i> |
| | Alunita | 4,79 | 5,77 | 0,98 | <i>KAl₃(SO₄)₂(OH)₆</i> |
| | Anortita | 0,81 | -19,45 | -20,26 | <i>CaAl₂Si₂O₈</i> |
| | Ca-Montmorillonita | 7,91 | -39,88 | -47,79 | <i>Ca_{0.165}Al_{2.33}Si_{3.67}O₁₀(OH)₂</i> |
| | Calcedonia | 0,23 | -3,55 | -3,78 | <i>SiO₂</i> |
| | Clorito (14A) | 0,33 | 75,89 | 75,56 | <i>Mg₅Al₂Si₃O₁₀(OH)₈</i> |
| | <i>Fe(OH)₃ (a)</i> | 1,09 | 5,98 | 4,89 | <i>Fe(OH)₃</i> |
| | Gibbsita | 3,08 | 12,27 | 9,19 | <i>Al(OH)₃</i> |
| | Goethita | 6,29 | 5,98 | -0,31 | <i>FeOOH</i> |
| | Hematites | 14,51 | 11,96 | -2,55 | <i>Fe₂O₃</i> |
| | Ilita | 7,8 | -35,06 | -42,86 | <i>K_{0.6}Mg_{0.25}Al_{2.3}Si_{3.5}O₁₀(OH)₂</i> |
| | K-feldespato | 3,65 | -18,38 | -22,03 | <i>KAlSi₃O₈</i> |
| | K-mica | 15,32 | 30,83 | 15,52 | <i>KAl₃Si₃O₁₀(OH)₂</i> |
| Caolinita | 8,34 | 17,44 | 9,11 | <i>Al₂Si₂O₅(OH)₄</i> | |
| Cuarzo | 0,72 | -3,55 | -4,26 | <i>SiO₂</i> | |
| <i>Piscina IL6</i> | <i>Al(OH)₃ (a)</i> | 0,7 | 12,65 | 11,95 | <i>Al(OH)₃</i> |
| | Albita | 1,49 | -17,64 | -19,13 | <i>NaAlSi₃O₈</i> |
| | Alunita | 7,45 | 8,24 | 0,79 | <i>KAl₃(SO₄)₂(OH)₆</i> |
| | Anortita | 0,64 | -19,57 | -20,22 | <i>CaAl₂Si₂O₈</i> |
| | Ca-Montmorillonita | 7,82 | -39,75 | -47,57 | <i>Ca_{0.165}Al_{2.33}Si_{3.67}O₁₀(OH)₂</i> |
| | Gibbsita | 3,55 | 12,65 | 9,1 | <i>Al(OH)₃</i> |
| | Goethita | 5,06 | 4,69 | -0,37 | <i>FeOOH</i> |
| | K-feldespato | 2,94 | -18,97 | -21,91 | <i>KAlSi₃O₈</i> |
| | K-mica | 15,56 | 30,85 | 15,29 | <i>KAl₃Si₃O₁₀(OH)₂</i> |
| Caolinita | 8,67 | 17,64 | 8,97 | <i>Al₂Si₂O₅(OH)₄</i> | |
| Cuarzo | 0,41 | -3,83 | -4,24 | <i>SiO₂</i> | |
| <i>Piscina IL7</i> | Albita | 0,03 | -19,01 | -19,04 | <i>NaAlSi₃O₈</i> |
| | Aragonito | 0,22 | -8,03 | -8,25 | <i>CaCO₃</i> |
| | Baritina | 0,62 | -9,38 | -10 | <i>BaSO₄</i> |
| | Ca-Montmorillonita | 1,95 | -45,42 | -47,37 | <i>Ca_{0.165}Al_{2.33}Si_{3.67}O₁₀(OH)₂</i> |
| | Calcita | 0,37 | -8,03 | -8,41 | <i>CaCO₃</i> |
| | Calcedonia | 0,37 | -3,37 | -3,74 | <i>SiO₂</i> |
| | Dolomita | 0,59 | -16,12 | -16,71 | <i>CaMg(CO₃)₂</i> |
| | <i>Fe(OH)₃ (a)</i> | 3,87 | 8,76 | 4,89 | <i>Fe(OH)₃</i> |
| | Gibbsita | 0,29 | 9,32 | 9,03 | <i>Al(OH)₃</i> |
| | Goethita | 9,18 | 8,76 | -0,42 | <i>FeOOH</i> |
| | Hematites | 20,29 | 17,52 | -2,77 | <i>Fe₂O₃</i> |
| | Ilita | 1,98 | -40,49 | -42,47 | <i>K_{0.6}Mg_{0.25}Al_{2.3}Si_{3.5}O₁₀(OH)₂</i> |
| | Jarosita-K | 4,18 | -3,77 | -7,95 | <i>KFe₃(SO₄)₂(OH)₆</i> |
| | K-feldespato | 1,43 | -20,38 | -21,81 | <i>KAlSi₃O₈</i> |
| | K-mica | 7,54 | 22,63 | 15,09 | <i>KAl₃Si₃O₁₀(OH)₂</i> |
| | Caolinita | 3,04 | 11,89 | 8,85 | <i>Al₂Si₂O₅(OH)₄</i> |
| | Cuarzo | 0,85 | -3,37 | -4,22 | <i>SiO₂</i> |
| Rodocrosita | 0,5 | -10,58 | -11,07 | <i>MnCO₃</i> | |
| Talc | 0,11 | 23,37 | 23,26 | <i>Mg₃Si₄O₁₀(OH)₂</i> | |
| Vivianita | 0,32 | -35,68 | -36 | <i>Fe₃(PO₄)₂ · 8H₂O</i> | |
| Willemita | 0,61 | 17,28 | 16,67 | <i>Zn₂SiO₄</i> | |
| <i>Permeado</i> | Gibbsita | 0,88 | 9,9 | 9,03 | <i>Al(OH)₃</i> |
| | Goethita | 3,86 | 3,44 | -0,42 | <i>FeOOH</i> |
| | Hematites | 9,64 | 6,88 | -2,77 | <i>Fe₂O₃</i> |
| | K-mica | 0,79 | 15,88 | 15,09 | <i>KAl₃Si₃O₁₀(OH)₂</i> |
| | Caolinita | 0,16 | 9,01 | 8,85 | <i>Al₂Si₂O₅(OH)₄</i> |

Estos parámetros han demostrado ser un indicador útil del equilibrio en entornos naturales, donde el primer análisis de los resultados se centra en los resultados obtenidos del SI para los compuestos binarios puros más representativos del escalado. Para la condición de simulación de presión de 1 [bar], se puede notar que los resultados del SI para $CaSO_4$, $BaSO_4$, $SrSO_4$, CaF_2 y $CaCO_3$; obtenidos por el modelo termodinámico del software *PHREEQC*, coinciden con los resultados obtenidos por el modelado estequiométrico del software *Hydranautics - IMSDesign*. Se han desarrollado resultados coincidentes para el agua cruda, correspondiente a las piscinas IL5 e IL6, junto con el permeado; mientras que, los valores SI para $CaCO_3$, $BaSO_4$ y SiO_2 , a partir de agua cruda IL7, coinciden en ambos casos de modelado tanto estequiométrico como termodinámico.

Por otro lado, cuando las soluciones de análisis de agua cruda correspondientes a IL5, IL6 e IL7, se convierten en concentrados del proceso de RO modeladas a una presión de 75 [bar]. A partir de ello, se ha obtenido la misma tendencia en los valores de SI cuando se modelan a 1 [bar]. También se ha obtenido que, por influencia del aumento de presión con respecto a los componentes binarios que generan incrustaciones, los valores SI han disminuido para estos compuestos de baja solubilidad, pero no llegan a cero, correspondiente al equilibrio de fase, ni indican condiciones de subsaturación.

Además, se han obtenido valores SI mayores que cero para el agua cruda de las piscinas IL5, IL6 e IL7 para los compuestos SiO_2 , Fe_2O_3 , $FeOOH$, $MgCO_3$, Fe_3O_4 y $Fe(OH)_3$; para ambas condiciones de modelado a 1 [bar] y 75 [bar]. Estos resultados coinciden con los reportados en el análisis elemental indicado más adelante, en la figura 4.11.

De los resultados obtenidos, se destaca que la ventaja del modelado termodinámico sobre el modelado estequiométrico es la capacidad de obtener valores SI para compuestos mixtos con múltiples cationes y aniones. Los compuestos mixtos que se reportan a través de los modelos termodinámicos con respecto a los valores SI corresponden a $NaAlSi_3O_8$, $CaAl_2Si_2O_8$, $Al_2Si_2O_5(OH)_4$, $KAlSi_3O_8$, $Al(PO_4) : 2H_2O$, $Al_2(OH)(PO_4)_2$, $CaMg(CO_3)_2$, $K_{0.85}Al_{2.85}Si_{3.15}O_{10}(OH)_2$, $Al_2(Si_2O_5)(OH)_4$ y $CaAl_2Si_3O_{10} : 3H_2O$. Estos compuestos son comunes para agua cruda de las piscinas IL5, IL6 e IL7, y permeado; según los resultados del modelado termodinámico. Se puede señalar que estos compuestos mixtos son los principales determinantes del potencial de incrustación en la fase de concentrado de salmuera en un sistema de RO, y no solo el SI de la modificación de carbonato de calcio y sulfatos de metales alcalinos térreos, que se desarrolla principalmente en modelos estequiométricos.

A través de simulaciones numéricas, es posible mostrar, además, el importante papel que juegan los complejos acuosos en el control de la actividad iónica y la formación de la fase mineral específica. La introducción de la base de datos *SIT.dat* con su lista completa de pares de iones de especies y fases de equilibrio, puede proporcionar nuevos conocimientos sobre los controles químicos de la evolución de la salmuera [62]. Esto es particularmente relevante cuando se observa la formación de incrustaciones, debido a las actividades suprimidas de componentes complejos acuosos fuertes. Además, esto sugiere que los pares de iones y los complejos acuosos juegan un papel importante en la determinación de la especiación de los minerales incrustados, por lo que deberían incluirse en el modelado de tales sistemas.

Cabe destacar que, todos los compuestos tienen en común la presencia de *Si* y *Al*, y, en menor medida *Fe*, *Mg*, *Mn*, *Ca*, *K*, *Na*, entre otros. Además, existe una alta posibilidad de que los componentes de ensuciamiento de la superficie en las muestras de membrana del modelo *SWC6 – LD* correspondan a SiO_2 , Fe_2O_3 , $FeOOH$, $KAl_3Si_3O_{10}(OH)_2$, $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$, $Al_2Si_2O_5(OH)_4$, $KAlSi_3O_8$, $NaAlSi_3O_8$, $Al_2Si_2O_5(OH)_4$, $KAlSi_3O_8$, $Fe_3(PO_4)_2 \cdot 8H_2O$, $CaMg(CO_3)_2$ y $CaAl_2Si_2O_8$.

4.1.2.3. Respecto al software *Visual Minteq*

Para realizar la determinación de la cantidad de material que puede estar en equilibrio líquido/sólido en las aguas en estudio, se utilizó el software *VISUAL MINTEQ*, versión 3,1, donde los principales resultados obtenidos se presentan a continuación.

Tabla 4.4: Resultados de la simulación con datos de la analítica de la piscina IL5, donde se informa el porcentaje de precipitación.

| <i>Componente</i> | <i>Total disuelto</i> | <i>% disuelto</i> | <i>Total absorbido</i> | <i>% absorbido</i> | <i>Total precipitado</i> | <i>% precipitado</i> |
|-------------------|-----------------------|-------------------|------------------------|--------------------|--------------------------|----------------------|
| Al^{+3} | 2,4992E-10 | 0,001 | 0 | 0 | 1,9087E-05 | 99,999 |
| Ba^{+2} | 3,6406E-08 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| Ca^{+2} | 0,0046232 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| Cl^{-1} | 0,030096 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| CO_3^{-2} | 5,4918E-05 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| Fe^{+2} | 1,4325E-07 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| Fe^{+3} | 1,6354E-14 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| H^{+1} | 7,7399E-05 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| H_3BO_3 | 0,00044274 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| H_4SiO_4 | 5,6162E-05 | 9,35 | 0 | 0 | 0,0005445 | 90,65 |
| K^{+1} | 0,0014544 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| Mg^{+2} | 0,0038026 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| Mn^{+2} | 7,0442E-06 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| Na^{+1} | 0,030165 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| NO_3^{-1} | 8,8702E-07 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| PO_4^{-3} | 1,79E-07 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| SO_4^{-2} | 0,0063646 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| Zn^{+2} | 1,3768E-07 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |

En la información presentada en la tabla 4.4 respecto a la piscina IL5, se puede observar que la fase líquida está en equilibrio con el aluminio como sólido y con el H_4SiO_4 principalmente. Donde el aluminio en las condiciones de pH forma principalmente sólidos de hidróxidos.

Tabla 4.5: Resultados de la simulación con datos de la analítica de la piscina IL6 donde se informa el porcentaje de precipitación.

| <i>Componente</i> | <i>Total disuelto</i> | <i>% disuelto</i> | <i>Total absorbido</i> | <i>% absorbido</i> | <i>Total precipitado</i> | <i>% precipitado</i> |
|-------------------|-----------------------|-------------------|------------------------|--------------------|--------------------------|----------------------|
| Al^{+3} | 2,7096E-10 | 0,001 | 0 | 0 | 3,0169E-05 | 99,999 |
| Ba^{+2} | 7,2811E-08 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| Ca^{+2} | 0,0065992 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| Cl^{-1} | 0,03851 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| CO_3^{-2} | 0,00017522 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| Fe^{+2} | 8,9529E-08 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| H^{+1} | 0,00019127 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| H_3BO_3 | 0,00048631 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| H_4SiO_4 | 5,8981E-05 | 19,075 | 0 | 0 | 0,00025022 | 80,925 |
| K^{+1} | 0,0018886 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| Mg^{+2} | 0,0054594 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| Mn^{+2} | 8,5186E-06 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| Na^{+1} | 0,040253 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| NO_3^{-1} | 2,4353E-06 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| PO_4^{-3} | 9,4765E-08 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| SO_4^{-2} | 0,0076263 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| Zn^{+2} | 9,1785E-08 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |

Respecto a la información presentada en la tabla 4.5 respecto a la piscina IL6, se puede observar que la fase líquida está en equilibrio con el aluminio como sólido y con el H_4SiO_4 principalmente. Donde, tal como se dijo anteriormente, el aluminio en las condiciones de pH forma principalmente sólidos de hidróxidos. Este mismo resultado se ha obtenido para la piscina IL5.

Tabla 4.6: Descripción de las propiedades fisicoquímicas de las analíticas de agua informadas por *Glauben-Ecology* spa.

| <i>Componente</i> | <i>Total disuelto</i> | <i>% disuelto</i> | <i>Total absorbido</i> | <i>% absorbido</i> | <i>Total precipitado</i> | <i>% precipitado</i> |
|-------------------|-----------------------|-------------------|------------------------|--------------------|--------------------------|----------------------|
| Al^{+3} | 5,6847E-10 | 1,534 | 0 | 0 | 3,6494E-08 | 98,466 |
| Ba^{+2} | 5,2709E-08 | 10,805 | 0 | 0 | 4,3513E-07 | 89,195 |
| Ca^{+2} | 0,0066618 | 99,981 | 0 | 0 | 1,2995E-06 | 0,02 |
| Cl^{-1} | 0,052351 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| CO_3^{-2} | 0,00033247 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| Fe^{+2} | 1,8087E-05 | 9,689 | 0 | 0 | 0,00016858 | 90,311 |
| H^{+1} | 0,000312 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| H_3BO_3 | 0,0017098 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| H_4SiO_4 | 6,1578E-05 | 6,99 | 0 | 0 | 0,0008193 | 93,01 |
| K^{+1} | 0,0025195 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| Mg^{+2} | 0,0056996 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| Mn^{+2} | 2,4068E-05 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| Na^{+1} | 0,057756 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| NO_3^{-1} | 0,0010483 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| PO_4^{-3} | 9,4275E-08 | 10,787 | 0 | 0 | 7,7967E-07 | 89,213 |
| SO_4^{-2} | 0,013924 | 99,997 | 0 | 0 | 4,3513E-07 | 0,003 |
| Zn^{+2} | 0,00010853 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |

En cuanto a la información presentada en la tabla 4.6 respecto a la piscina IL7, se puede observar que la fase líquida está en equilibrio con aluminio, bario, calcio, hierro, fosfato, sulfato en sólidos y el H_4SiO_4 principalmente. El agua de la piscina IL7 tiene una mayor concentración de sólidos disueltos totales, por lo tanto, los sólidos que están en equilibrio con la fase líquida es más heterogéneo.

4.1.2.4. Respecto al software *OriginLab 2018*

En la figura 4.1 se presentan los principales resultados de esta sección, correspondientes al diagrama de *Piper-Hill-Langelier* obtenido al aplicar los datos de la tabla 3.1 en el software *OriginLab*.

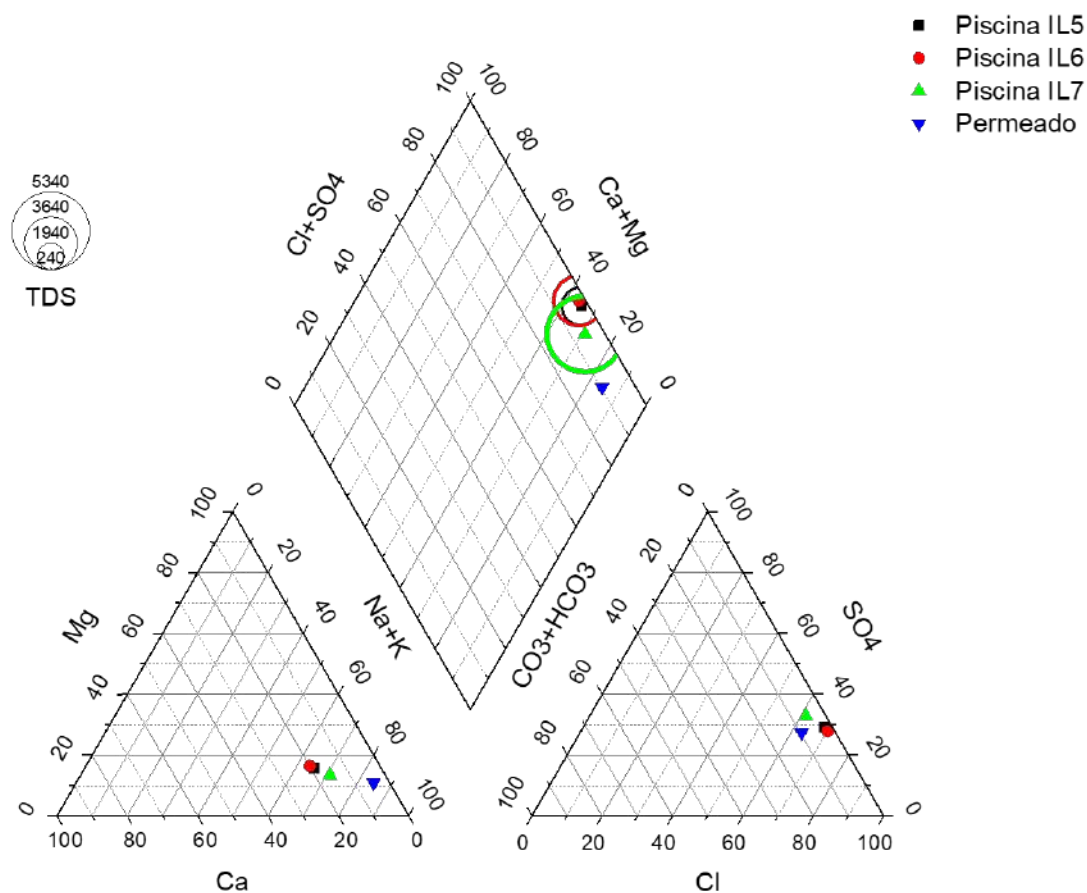


Figura 4.1: Diagrama de Piper-Hill-Langelier que describe los tipos de agua cruda para la ósmosis inversa, donde: **a)** (izquierda inferior) Diagrama para cationes, **b)** Diagrama de aniones, **c)** (centro superior) Diagrama de rombo central de la clasificación de aguas por familias.

En particular, la figura entrega la información de clasificación de agua cruda y permeado que se muestra usando el diagrama de *Piper-Hill-Langelier*. En el caso de los cationes, estos se concentran en la zona sodio potasio, perteneciente a la zona *a)* de la figura 4.1, mientras que, los aniones se concentran en la zona de cloruros típicos, perteneciente a la zona *b)* de la figura 4.1. Finalmente, la proyección de esta información sobre el rombo central, correspondiente a la zona *c)* de la figura 4.1, sitúa el equilibrio entre los cationes y aniones en la región de las aguas cloradas y/o sulfatadas sódicas [63] [64] [65]. Estas aguas brutas son de tipo marino o salobre.

4.1.3. Análisis del tratamiento de las muestras de agua

Posterior al análisis de la data de agua, el enfoque del estudio fue realizar diversas pruebas a las muestras de agua recibidas por parte de la empresa *Glauben Ecology* spa, para corroborar y analizar distintos parámetros de ella; como pH, dureza total, TDS, entre otros. En las siguientes secciones se encuentran los resultados tanto de los procedimientos de laboratorio como de los realizados por medio de técnicas de caracterización avanzadas.

4.1.3.1. Estudio preliminar de los parámetros del agua

En esta etapa se realizó un análisis de distintos parámetros para el agua que entra al sistema de RO, recibida por parte de la empresa. En particular, en la tabla 4.7 se presentan los resultados respecto a estas mediciones, junto con su desviación estándar y varianza respectiva.

Tabla 4.7: Resultados respecto a las mediciones de los principales parámetros del aguas que entra al sistema de RO. Muestras entregadas por la empresa *Glauben Ecology* spa.

| Parámetros | Unidad | Muestra #1 | Muestra #2 | Muestra #3 | Desviación estándar | Varianza |
|---|---------------|------------|------------|------------|---------------------|----------|
| <i>electroConductividad (EC)</i> | [μ S/cm] | 4.990 | 4.930 | 4.960 | 30,00 | 900,00 |
| <i>TDS (sólidos disueltos totales)</i> | [ppm] | 2.490 | 2.460 | 2.480 | 15,28 | 233,33 |
| <i>Sal</i> | [ppm] | 2.500 | 2.470 | 2.480 | 15,28 | 233,33 |
| | [%] | 0,25 | 0,24 | 0,24 | 0,01 | 0,00 |
| <i>S.G. (gravedad específica)</i> | [-] | 1,001 | 1,001 | 1,000 | 0,001 | 0,000 |
| <i>ORP (potencial de oxidación - reducción)</i> | [mV] | 225 | 257 | 270 | 23,16 | 536,33 |
| <i>pH</i> | [-] | 7,53 | 7,54 | 7,24 | 0,17 | 0,03 |
| <i>Temperatura</i> | [°C] | 21 | 21,1 | 21,3 | 0,15 | 0,02 |
| | [°F] | 69,8 | 70 | 70,3 | 0,25 | 0,06 |

Respecto a los resultados presentes en la tabla 4.7, se puede apreciar que las muestras de agua analizadas se caracterizan por ser neutras con tendencia a ser ligeramente básica, ya que poseen un valor de pH muy próximo 8,0. En cuanto al potencial de óxido - reducción, correspondiente a las siglas en inglés *ORP*, está en un rango de valores ligeramente oxidativo, posiblemente por el equilibrio con el aire ambiental que produce una disolución de oxígeno y dióxido de carbono.

Respecto a los valores de la conductividad iónica, correspondiente a las siglas en inglés *EC*, se encuentran por encima de 4.500 [μ S/cm]. Este valor se puede considerar ligeramente salino, e igualmente los valores de los sólidos disueltos totales, correspondiente a las siglas en inglés *TDS*, se encuentran cerca de los 5.000 [mg/L] y son indicativos de que esta muestra de agua no podría ser un producto del permeado de un proceso de RO, por lo que requiere de tratamiento previo para no desgastar de manera acelerada el proceso.

De manera adicional, se extrajo una muestra de agua del interior del elemento de membrana del modelo *SWC6-LD*. La muestra de agua se encontraba bastante turbia, con mucho material suspendido de color naranja a marrón claro y un ligero olor metálico; donde, en la tabla 4.8, se reporta la información obtenida de la muestra de agua.

Tabla 4.8: Caracterización fisicoquímica de la muestra de agua del interior del elemento de membrana del modelo *SWC6-LD*.

| <i>Parámetros</i> | <i>Valor</i> | <i>Unidad</i> |
|--|--------------|----------------------------------|
| Conductividad | 4960 | [μ S/cm] |
| Sólidos disueltos totales (TDS) | 2476,7 | [mg/L] |
| ORP (potencial de oxidación - reducción) | 250,1 | [mV] |
| pH | 7,44 | [-] |
| Temperatura | 21,13 | [°C] |
| Dureza total | 751,8 | [mg/L] como CaCO ₃ |
| Dureza de carbonatos o alcalinidad | 232,7 | [mg/L] como CaCO ₃ |
| NO_3^- | 2,5 | [mg/L] |
| PO_4^{3-} | 1,25 | [mg/L] |
| Fe_{total} | 0,1 | [mg/L] |

Se puede apreciar en la tabla 4.8, que el agua posee una alta concentración de sólidos totales disueltos, condiciones cercanas a ser ligeramente alcalinas, leves condiciones oxidantes, muy alta dureza tanto total como carbonatada, junto con concentraciones moderadas a altas de nitrato, fosfato y hierro.

Como dato, es claro cuando se presenta un agua dura, dado que causa problemas de incrustaciones en las tuberías y los accesorios. Probablemente, la alcalinidad correspondiente a la dureza de carbonato se componga principalmente de iones de bicarbonato (HCO_3^-) e iones de carbonato (CO_3^{2-}). Sin embargo, la alcalinidad también puede estar compuesta por difosfatos ($H_2PO_4^-$), sulfatos y boratos.

El valor de la dureza de carbonatos presente en la tabla 4.8, corresponde a un valor capaz de causar fácilmente incrustaciones y ensuciamiento de la superficie. Donde la alcalinidad es esencial para estabilizar el pH del agua, además de ser una importante fuente de energía para las bacterias nitrificantes y que es utilizada por las plantas para la fotosíntesis, cuando el dióxido de carbono está ausente.

En cuanto al nitrato, corresponde al producto final de la descomposición orgánica e inorgánica. Por otro lado, la concentración de fosfato puede ser, debido a antiincrustantes químicos dosificados previamente y la presencia de hierro, lo cual puede deberse a restos de coagulantes o corrosión de accesorios y tuberías.

4.1.3.2. Estudio de parámetros mediante test colorimétrico



Figura 4.2: Resultado del valor de pH en la escala colorimétrica.

En este estudio de parámetros se analizaron muestras de 10 [mL] del agua proporcionada por *Glauben Ecology* spa, a través de test colorimétricos cualitativos y cuantitativos para identificar diferentes parámetros que indican la calidad del agua.

En una primera instancia, se realizó el test de pH, el cual se puede realizar en agua dulce y salada. En esta prueba se estimó por medio de una escala de color el pH, siendo el más cercano el color a 8,0; tal como se observa en la figura 4.2.

Posteriormente, se realizó el test de gH, correspondiente a la dureza total del agua. Este parámetro indica las concentraciones de los iones tanto de calcio como de magnesio y se informa en unidades de °dGH.

Para determinar la dureza total del agua, se va agregando solución indicadora gota por gota a la muestra de agua, pasando de un color rojizo a café, hasta llegar a un color verde intenso.

El indicador del test es la cantidad de las gotas adicionada para alcanzar el cambio hasta el color final, correspondiente a un verde intenso, donde 1°dGH es igual a 17,9 [mg/L] como $CaCO_3$ [66]. Para el análisis posterior de los resultados se debe evaluar el rango en el que se encuentra la cantidad de gotas adicionadas:

- En el rango de 0 a 4 °dGH el agua se considera muy blanda.
- En el rango de 4 a 8 °dGH se considera blanda.
- En el rango de 8 a 12 °dGH se considera medio dura.
- En el rango de 12 a 18 °dGH se considera dura.
- en el rango de 18 a 30 °dGH se considera muy dura.

En esta prueba se determinó que se aplicaron 47 gotas, asociadas a 47 °dGH, y correspondiente a una dureza de 841,3 [mg/L] como $CaCO_3$. En la figura 4.3 se indica el resultado final de la dureza total del agua.

La muestra analizada se considera con alta dureza y alto potencial de generar tanto incrustaciones como sarro. Por tal motivo, se recomienda el uso de una etapa ablandadora de agua previa al proceso de tratamiento definitivo, en este caso, correspondiente a la RO.



Figura 4.3: Resultado de la dureza total en la escala colorimétrica.



Figura 4.4: Resultado de la dureza de carbonatos en la escala colorimétrica.

Posteriormente, se realizó el test de kH , asociado a la dureza de carbonatos. Este parámetro indica los valores de la dureza de los carbonatos, dureza temporal o alcalinidad, y sirve para verificar la estabilización del valor de pH , informado en unidades de grados alemanes, $^{\circ}dGH$. Este parámetro se refiere a la dureza derivada principalmente de los iones bicarbonatos y carbonatos, los cuales reflejan la capacidad *buffer* o tampón del agua.

En particular, si el valor de kH es muy alto, el agua será más resistente a los cambios de pH , mientras que si el valor de kH es menor a 4,5 se debe prestar atención a la estabilidad del valor de pH .

El test consiste en aplicar gota por gota una solución estándar a la muestra de agua a analizar, pasando por los colores azul a verde hasta obtener finalmente un color amarillo puro, tal como se puede observar en la figura 4.4.

En esta prueba se aplicaron 16 gotas, correspondiente a 16 $^{\circ}dGH$ y se obtiene una dureza de 286,4 [mg/L] como $CaCO_3$. Por lo que, se considera que la muestra de agua tiene una buena capacidad amortiguadora del valor de pH . Sin embargo, se recomienda realizar una etapa previa de ablandamiento de agua con resinas ácidas y básicas débiles para mejorar el valor de la dureza carbonatada antes de tratar el agua en la etapa de RO; de esta forma, se previene las incrustaciones carbonatadas sobre la superficie de la membrana.

Luego, se realizó el test de amonio/amoniaco, NH_3/NH_4^+ . Esta prueba indica la presencia del amoniaco y/o amonio en el agua de muestra, donde un nivel elevado en los valores de la concentración del amonio indica que hay presencia de vida bacteriana en el agua que ha sido alterada y no se ha desarrollado correctamente. Por otro lado, si el valor del pH tiende a ser ligeramente básico, puede estabilizar la presencia del amoniaco, el cual se produce a partir del ion amonio.

Se destaca que el amoniaco es la base conjugada del ácido débil amonio y ambos pueden generar un efecto *buffer*. Donde, en la figura 4.5 se puede observar el resultado colorimétrico de la prueba NH_3/NH_4^+ y que, de acuerdo a la lectura de la escala de color, no se observa presencia de ellos en la muestra testeada, correspondiente a 0,0 [mg/L].



Figura 4.5: Resultado de la concentración de NH_3/NH_4^+ en la escala colorimétrica.



Figura 4.6: Resultado de la concentración de NO_2 en la escala colorimétrica.

Posteriormente, se realizó el test de nitrato, NO_3 . Este parámetro debe ser determinado, debido a que el nitrato hace que proliferen bacterias y algas cuando los valores del anión superan los 50 [mg/L].

En la figura 4.7 es posible observar el resultado de la prueba, donde, de acuerdo a la escala de colores, se determinó que la concentración de nitrato disuelto es de 0.0 [mg/L], por lo que no hay presencia significativa de este compuesto.

Luego se realizó el test de fosfato, PO_4^{3-} . La importancia de la medición de este parámetro es, debido a que permite determinar la contaminación por eutrofización de las aguas. En las aguas no contaminadas de la naturaleza se encuentran valores de fosfato de hasta 1,0 [mg/L]. En particular, se destaca que cuando la concentración del fosfato es mayor o igual a 10 [mg/L], junto a valores altos de nitrato, conduce a un alto crecimiento de algas.

El objetivo de la prueba es que la muestras obtenga una coloración azul, la cual se va ajustando a un valor aproximado de la escala colorimétrica, tal como se muestra en la figura 4.8, que consiste en los diversos resultados obtenidos durante la prueba.

En la primera adición del agente indicador se obtuvo un valor de 1,0 [mg/L], asociado a la figura 4.8.a. Para la segunda adición del agente indicador se obtuvo un valor cercano a 1,0 [mg/L], representado en la figura 4.8.b, y en la tercera adición del agente indicador se obtuvo una concentración final del ion fosfato de 1,25 [mg/L], correspondiente a la figura 4.8.c.

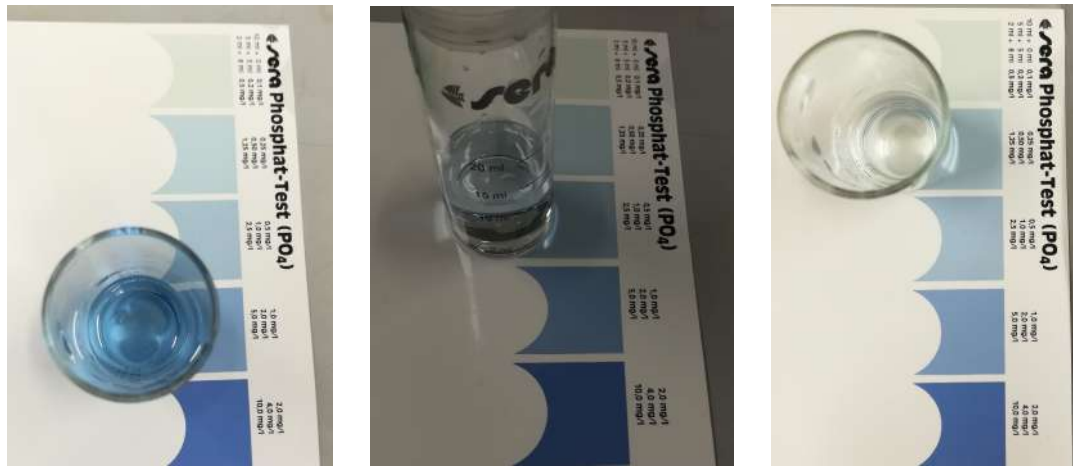
Continuando con las pruebas se realizó el test de nitrito, NO_2 .

Este parámetro se determina, dado que el nitrito se forma a partir de la oxidación de amonio/amoniaco (NH_3/NH_4^+) y por la acción de las bacterias que descomponen materia orgánica, rica tanto en compuestos nitrogenados como en proteínas. De igual manera, se destaca que las bacterias fácilmente pueden oxidar el nitrito a nitrato.

En cuanto a la figura 4.6, se puede observar el resultado de la prueba, donde, de acuerdo a la escala de colores, se determinó que la concentración de nitrito disuelto es de 0.0 [mg/L], por lo que, no hay presencia significativa de este compuesto.



Figura 4.7: Resultado de la concentración de NO_3 en la escala colorimétrica.



(a) Primera prueba de adición para PO_4^{3-} .

(b) Segunda prueba de adición para PO_4^{3-} .

(c) Tercera prueba de adición para PO_4^{3-} .

Figura 4.8: Resultado de la concentración de PO_4^{3-} en la escala colorimétrica.

Se continuó con el análisis del agua por medio del test de hierro, correspondiente al elemento *Fe*. Esta prueba indica la concentración de hierro disuelto en la muestra de agua, donde el hierro en el agua es un nutriente esencial, pero que a niveles por encima de 0,5 [mg/L] es nocivo para la vida acuática.

Respecto al resultado en la prueba colorimétrica para el hierro, en la figura 4.9 se observa que el valor para este parámetro es de 0,0 [mg/L], por lo que no hay presencia significativa de este compuesto.



Figura 4.9: Resultado de la concentración de Fe en la escala colorimétrica.

Por último, respecto al análisis de las muestras de agua, se realizó el test para cobre, *Cu*. Esta prueba indica la concentración de cobre disuelto en la muestra de agua, donde es probable que el ion cobre provenga de tubos de cobre, productos de tratamiento o alguicidas [67]. En concentraciones muy bajas, los iones de cobre disueltos son peligrosos para la vida acuática.

Tal como se observa en la figura 4.10, se ha obtenido en la prueba colorimétrica para hierro un valor de 0,0 [mg/L], por lo que no hay presencia significativa de este compuesto.

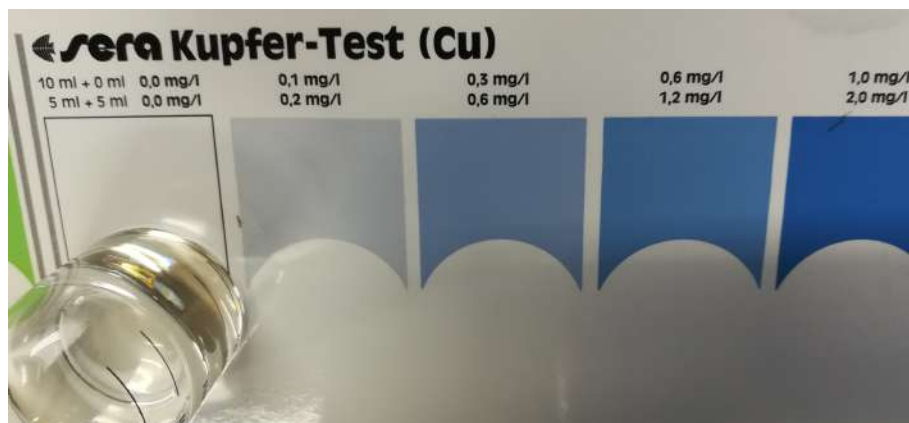


Figura 4.10: Resultado de la concentración de Cu en la escala colorimétrica.

De la información obtenida en el análisis de la muestra de agua tratada con el sensor multi-paramétrico y los test colorimétricos; estas pruebas indican que hay una alta concentración de sólidos disueltos totales, junto con una alta concentración de dureza total y carbonatada que influye en la generación de sólidos que se depositan como sarro. Mientras que, por otro lado, la información de las simulaciones de las analíticas de agua compartidas por la empresa *Glauben Ecology* spa, igualmente indican la generación de equilibrio con fases sólidas que generan sarro en la superficie de las membranas. De acuerdo con las simulaciones, los sólidos (en particular, correspondiente a sarro) estarían compuestos por sílice, hidróxidos de alúmina, óxidos, fosfato y/o sulfatos de calcio, bario, hierro, etc.

4.1.3.3. Estudio respecto al decantado de agua

A continuación se presentan los principales resultados obtenidos de las muestras del decantado proveniente del agua, mediante el uso de las técnicas de caracterización avanzadas. En una primera instancia, una parte del agua extraída del elemento de membrana del modelo *SWC6 - LD* se llevó a ebullición total, se liofilizó y se obtuvieron cristales de sólidos.

Estos cristales se analizaron por medio de la técnica de caracterización SEM/EDX, cuyo principal resultado se presenta en la figura 4.11. Además, en el anexo B se presenta el resto de resultados obtenidos por medio de la técnica SEM/EDX respecto al polvillo obtenido del decantado del agua.

Se puede observar en la figura 4.11 que los sólidos obtenidos en los resultado del SEM, tienen forma de partículas de morfología irregular; mientras que, del análisis EDX se observa una concentración elemental decreciente de: $Cl > O > Na > Fe > Ca > Mg > Si > Al$. Según los resultados obtenidos, es probable que estas partículas sean compuestos mixtos de sales dobles o con múltiples aniones y cationes, debido a su morfología irregular. Además, de los elementos encontrados en el análisis, es bien conocido que el hierro, calcio, magnesio, silicio y aluminio tienen una alta capacidad para generar incrustaciones [19].

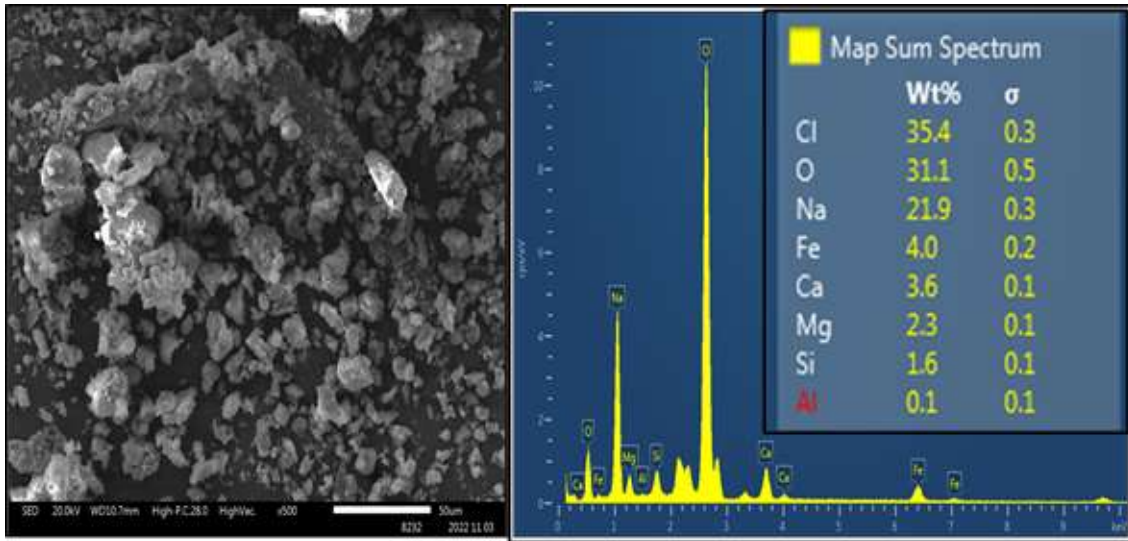


Figura 4.11: Imágenes de la microestructura obtenida por medio de la técnica de caracterización SEM/EDX de decantado obtenida del agua que entra al sistema de RO.

Posteriormente, se realizó el análisis del polvillo por medio de la técnica de caracterización FTIR, donde, en la figura 4.12 se presentan los resultados de este análisis que podrían permitir identificar parte de los elementos que causan el ensuciamiento de la membrana.

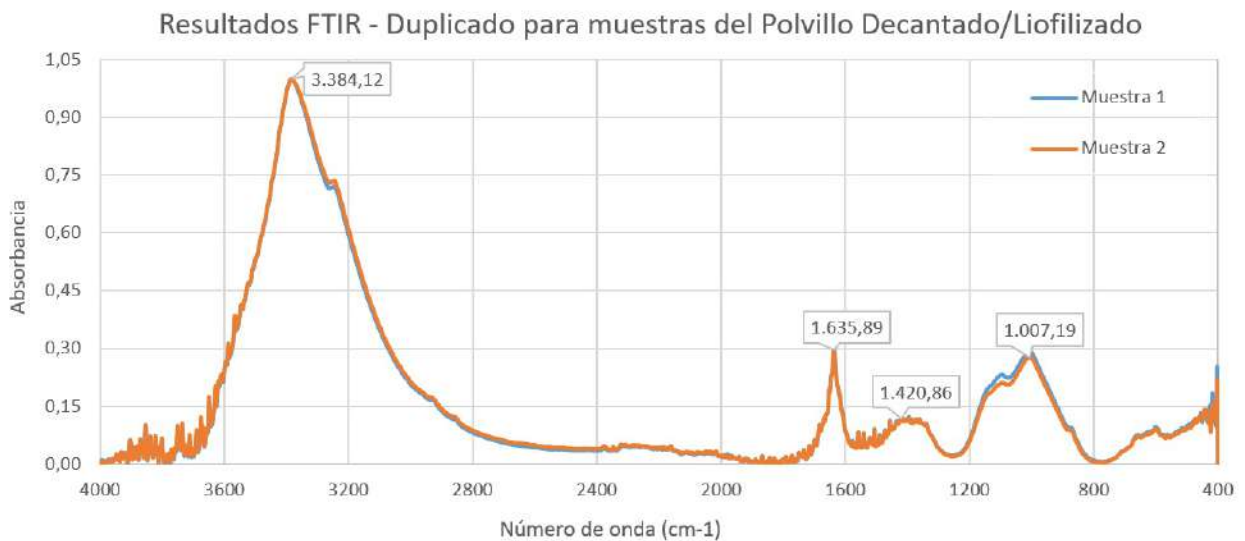


Figura 4.12: Resultados al análisis de una muestra (Muestra 1) y su duplicado (Muestra 2) del decantado por medio de la técnica de FTIR.

En particular, la figura 4.12 muestra los signos característicos de la muestra de decantado, como lo son [68], [69], [70], [71] las señales 3.384,1 [cm^{-1}] correspondiente al estiramiento de los enlaces $O - H$, o, también se puede deber a la contaminación por polisacáridos (caracterizador por sus grupos hidroxilo), o, posiblemente al agua presente en la muestra. La señal 1.635,9 [cm^{-1}], corresponde al estiramiento antisimétrico del grupo funcional COO^- , o, a la vibración de flexión de los enlaces $H - O - H$.

En cuanto a las señales de 1.558,8 [cm⁻¹], 1.540,9 [cm⁻¹], 1.533,7 [cm⁻¹] y 1.521,1 [cm⁻¹], corresponden a la tensión de los enlaces $N = O$ y a la deformación del enlace $N - H$, indicando la presencia de proteínas como contaminantes. Respecto a las señales 1.457,5 [cm⁻¹] y 1.418,4 [cm⁻¹], corresponden a la flexión simétrica del compuesto CH_2 presente en polisacáridos; mientras que la señal de 1.007,2 [cm⁻¹], corresponden al estiramiento del enlace $C - O$ o al estiramiento del enlace $C - C$. Por lo que, se podría intuir que la mayoría de las señales expresan un ensuciamiento a causa de compuestos orgánicos, pero que no se puede corroborar sólo con esta información.

Finalmente, se realizaron pruebas por medio de la técnica de caracterización del TGA con medio tanto aire, presente en la figura 4.14, como con nitrógeno, presente en la figura 4.13. Se destaca que para estas mediciones se realizó la prueba desde temperatura ambiente (aproximadamente 26 [°C]) hasta los 600 [°C].

En particular, en la figura 4.13 la curva genera una pequeña pérdida de masa (característica de los procesos de desorción/secado), que se puede atribuir a la eliminación de masa orgánica y humedad, donde esta curva alcanza la forma de una meseta de masa. Debido a la forma de una meseta de masas, no fue posible determinar los valores de $T_{30\%}$ y $T_{50\%}$, tal como se puede observar en la tabla 4.9.

En cuanto a la figura 4.14, la curva tiene forma de decrecimiento exponencial, donde se observa descomposición en varias etapas, pero, debido a la baja cantidad de materia orgánica presente en la muestra, no se producen intermedios muy estables que puedan producir rampas y escalones bien pronunciados. También se puede observar que se han generado descomposiciones termo-oxidativas, asociadas a la atmósfera de aire, mientras que en la figura 4.13 no se aprecia la degradación asociada a la atmósfera de nitrógeno.

En el rango de temperaturas analizado, la masa residual supera el 70 % tanto para tratamientos en atmósfera de nitrógeno como de aire. Por lo que, no es fácil calcular los valores de $T_{30\%}$ y $T_{50\%}$, tal como se puede observar en la tabla 4.9, dado que el valor de la pérdida de masa no supera el 20 %.

En cuanto al $T_{\text{índice de resistencia al calor}}$ en [°C] para el decantado, no fue posible calcular su valor, debido a que la masa residual final supera el 70 %, tanto para el ensayo en atmósferas de nitrógeno como para el de aire. Además, no hubo gran variación en la masa de las muestras, por lo que se desprende que la masa orgánica de las muestras de decantado de agua es menor a la masa inorgánica.

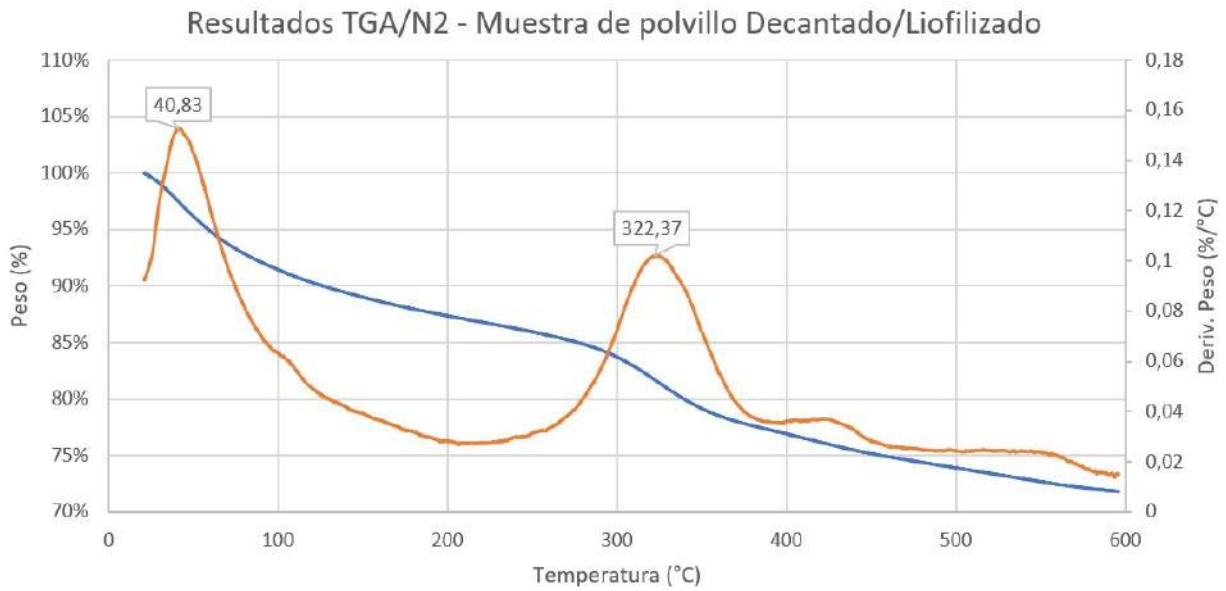


Figura 4.13: Análisis de las curvas termogravimétricas, TGA/DTG de las muestras de estudio, correspondiente a la curva de la muestra del polvillo de decantado, bajo atmósfera de nitrógeno.

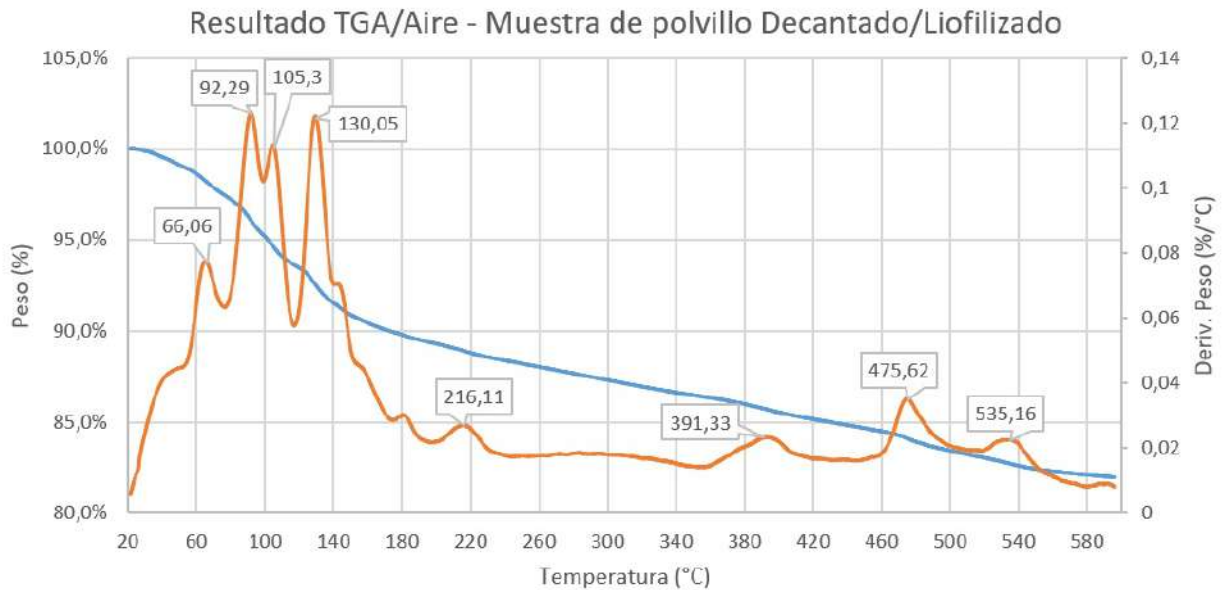


Figura 4.14: Análisis de las curvas termogravimétricas, TGA/DTG de las muestras de estudio, correspondiente a la curva de la muestra del polvillo de decantado, bajo atmósfera de aire.

Tabla 4.9: Información sobre las características térmicas de los termogramas del decantado. Se presenta la temperatura inicial de descomposición T_0 , temperaturas de descomposición del 5%, 30% y 50% ($T_{5\%}$, $T_{30\%}$ y $T_{50\%}$), índice de la temperatura de resistencia al calor ($T_{\text{índice de resistencia al calor}}$), temperaturas máximas de descomposición ($T_{\text{Descomposicion maxima,1}}$, $T_{\text{Descomposicion maxima,2}}$ y $T_{\text{Descomposicion maxima,3}}$ en $^{\circ}\text{C}$), Δ % porcentaje de masa residual y temperatura de descomposición final (T_{final} $^{\circ}\text{C}$).

| <i>Parámetros</i> | <i>Polvillo decantado (medio: nitrógeno)</i> | <i>Polvillo decantado (medio: aire)</i> |
|--|---|--|
| T_0 [$^{\circ}\text{C}$] | 30,9 | 22,6 |
| $T_{5\%}$ [$^{\circ}\text{C}$] | 57,4 | 69,5 |
| $T_{30\%}$ [$^{\circ}\text{C}$] | — | — |
| $T_{50\%}$ [$^{\circ}\text{C}$] | — | — |
| T_{final} [$^{\circ}\text{C}$] | 595,8 | 595,8 |
| $T_{\text{Descomposicion maxima,1}}$ [$^{\circ}\text{C}$] | 40,8 | 41,3 |
| $T_{\text{Descomposicion maxima,2}}$ [$^{\circ}\text{C}$] | 321,8 | 149,8 |
| $T_{\text{Descomposicion maxima,3}}$ [$^{\circ}\text{C}$] | 422,1 | 309,0 |
| Δ % Porcentaje de masa perdida | 28,1 | 19,8 |
| Δ % Porcentaje de masa residual | 71,8 | 80,1 |
| % Porcentaje de material Inorgánico | 71,8 | 80,1 |
| % Porcentaje de material Orgánico | 28,1 | 19,8 |
| $T_{\text{índice de resistencia al calor}}$ [$^{\circ}\text{C}$] | — | — |

4.2. Respecto a las membranas descartadas del proceso RO

Posterior al análisis respecto al agua que entra al proceso de RO, se realizó el estudio respecto a muestras de membranas descartadas del proceso, entregadas por parte de la empresa *Glauben Ecology* spa. En particular, estas fueron previamente inspeccionadas de manera visual, para luego ser tratadas y caracterizadas a través de las distintas técnicas tanto convencionales como avanzadas.

4.2.1. Inspección visual de la membrana descartada del proceso RO

A continuación se recompila parte de los resultados obtenidos de la inspección visual de la membrana recibida por la empresa, presentes en la figura 4.15.



(a) Inspección visual de las capas de la membrana.



(b) Inspección visual superficial de la membrana.



(c) Extracción de muestras de la membrana.



(d) Parte de las muestras cortadas de la membrana descartada.

Figura 4.15: Inspección visual de las hojas de membranas descartadas del proceso de RO, correspondientes al modelo *SWC6 - LD*.

Las muestras de membrana descartada, modelo *SWC6 - LD*, enviadas por parte de la

empresa *Glauben Ecology* spa al laboratorio se encontraban muy deteriorada, tal como se puede ver en la figura 4.15. La contaminación de la membrana se observa por rayas superficiales de tinción y ensuciamiento de material sólido, donde, al descubrir los pliegues de la muestra de membrana sucia, se percibió un leve olor a lodo, arena y tierra con materia orgánica húmeda. Donde los espaciadores de la membrana también se ven afectados por el ensuciamiento del material sólido, aunque no se observó daño físico en los espaciadores de membrana. En particular, las figuras 4.15.a y 4.15.b muestra las condiciones en las que se ha recibido la muestra de membrana enviada por la empresa, de la cual sobresale una fuerte contaminación de incrustaciones y manchas en las superficies de las membranas de RO, junto con sus respectivos espaciadores.

La característica más significativa del ensuciamiento superficial, es la presencia de manchas de color marrón oscuro y/o naranja, tal como se puede observar en las figuras 4.15.a y 4.15.b. Los puntos más oscuros se encuentran en largas tiras que cruzan toda la longitud de las capas de la membrana. También se encontró daño físico en las áreas con mayor concentración de sólidos incrustados y donde las manchas son más oscuras. Además, las manchas penetraron en los pliegues de la membrana y dañaron las áreas donde se encontraba el pegamento para pliegues de la membrana. Es probable que la alta concentración de incrustaciones superficiales en las capas de la membrana generara caídas de presión altas en el sistema, lo que, posiblemente, dañó la cubierta de fibra de vidrio que cubre el elemento de membrana.

De acuerdo a la inspección visual, se decide realizar cortes de membranas, tal como se observa en la figura 4.15.c y 4.15.d, en la zona donde se encuentran las franjas de manchas más oscuras. En una primera instancia y para las pruebas preliminares, los cortes de muestras son de 7 [cm] por 7 [cm] aproximadamente, pero que, posteriormente, se cambia esta medida para las pruebas con las técnicas de caracterización, por lo que se opta por hacer cortes de 4 [cm] por 5 [cm] aproximadamente en las zonas de interés.

Respecto al examen de la superficie de la membrana y los lugares de unión de las capas de las membranas, los espaciadores y la junta de sellado; se destaca el descubrimiento de daños físicos en las zonas donde se presentaba mayor concentración de manchas, suciedad (correspondiente a la coloración marrón) y presencia de sólidos gruesos que habían penetrado las capas compactas de las membranas. También las manchas penetraron en los pliegues de la membrana y dañaron las áreas donde se encontraba el pegamento para pliegues de la membrana.

En cuanto a la bibliografía, se destaca que Ruiz-García et al., [29] en su trabajo de autopsia sobre membranas de RO, encontraron en la inspección visual depósitos o manchas marrones en la superficie de la membrana, los cuales estaban distribuidos irregularmente, donde los depósitos podían desprenderse fácilmente de la superficie. Los resultados obtenidos de este trabajo son muy similares a los encontrados por Ruiz-García et al. Balcik et al., [28] en su investigación, donde informaron que la atribución al ensuciamiento de la superficie puede deberse a los derivados de la arcilla y sílice, que contaminan, incluso, en bajas concentraciones.

Fernández-Álvarez et al., [27] informan en su trabajo de autopsia en membranas de RO que los depósitos de incrustaciones pueden atribuirse a hilos espaciadores que ayudan en la acumulación y rugosidad de la membrana.

En particular, la rugosidad se puede aumentar, ya que la presión transmembrana puede generar un fuerte contacto entre el espaciador y la membrana, formando huellas dactilares de los hilos del espaciador en la membrana que adelgazan la capa activa de poliamida. Mientras que, García - Triñanes et al., [10] en los resultados de la autopsia de las membranas de RO, reportan que el ensuciamiento visible era irregular, siendo estas manchas de espesor muy fino y tendencia acuosa, mientras que, los espaciadores de la membrana no estaban obstruidos y sin ningún cambio de color.

4.2.2. Análisis superficial preliminar por medio del microscopio óptico

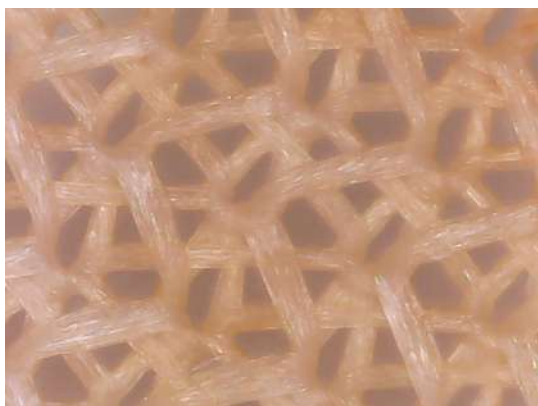
La inspección visual es uno de los aspectos más importantes en el estudio de la naturaleza del ensuciamiento en la superficie de las membranas y sus componentes. Es por ello que es necesario realizar una inspección en detalle de los elementos de la membrana, tales como los espaciadores de membrana y las capas de la membrana.



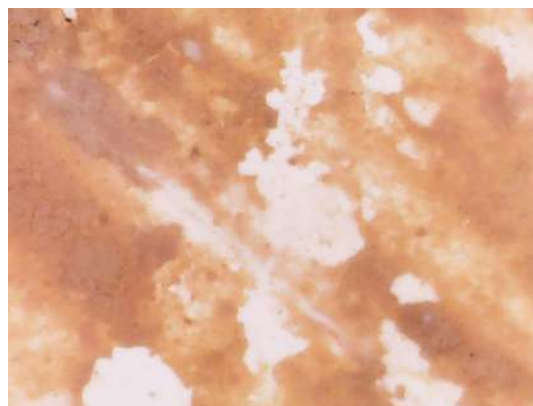
(a) Imagen superficial de las escamas de ensuciamiento del espaciador externo.



(b) Imagen superficial del de la membrana sucia, expuesta a la fase salina concentrada.

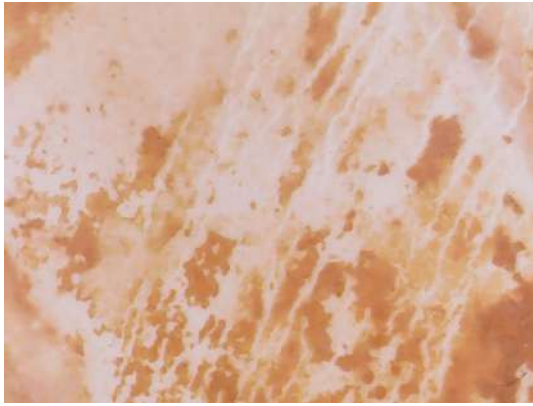


(c) Imagen superficial espaciador interno de una muestra de membrana sucia.

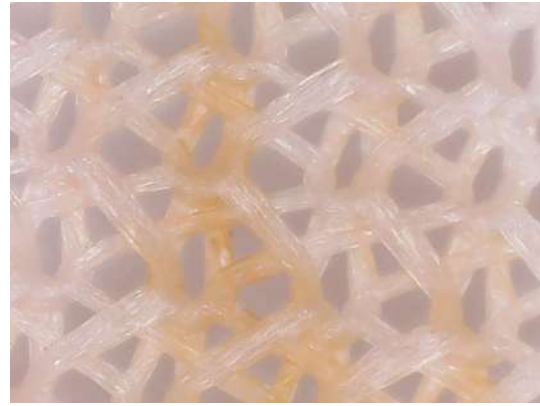


(d) Imagen superficial de la superficie de la membrana sucia interna, que no está directamente expuesta a la fase salina concentrada.

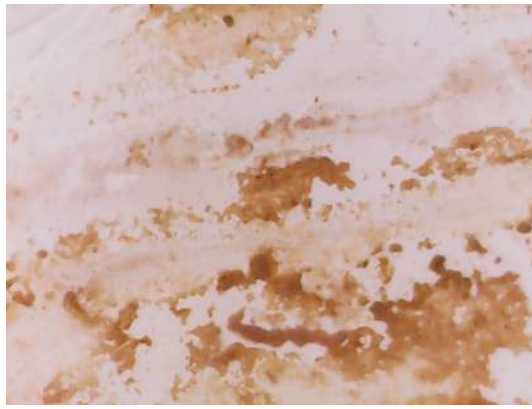
Figura 4.16: Imágenes de la inspección visual localizada del microscopio óptico de muestra de membrana sucia descartada del proceso RO, modelo *SWC6 - LD*.



(a) Imagen superficial de membrana sucia sonicada con agua, expuesta a la fase de concentrado salino.



(b) Imagen superficial del espaciador interno de una muestra de membrana sucia sonicada con agua.



(c) Imagen superficial de la membrana interna de membrana sucia sonicada con agua, que no está directamente expuesta a la fase de concentrado salino.

Figura 4.17: Imágenes de la inspección visual localizada del microscopio óptico de muestras de membrana sucia descartada del proceso RO, modelo *SWC6 - LD*, sonicada con agua.

Con la ayuda de un microscopio óptico (MLab, Microscopio Compacto Usb Led 0-500x Zoom) con un aumento de 200X, se pudo observar a nivel microscópico, en una primera instancia, las distintas capas que componen la membrana sucia sin tratar, presente en las figuras 4.16. Donde, la superficie de las fibras del espaciador externo están cubiertas por un depósito marrón distribuido irregularmente y concentrándose en los puntos de unión de las fibras, tal como se puede observar en la figura 4.16.a.

Con respecto a la superficie de la membrana expuesta a la fase de concentrado de desalinización presente en la figura 4.16.b, el espaciador interno presente en la figura 4.16.c, y la segunda membrana presente en la figura 4.16.d, todos correspondientes a los componentes de la muestra sucia, presentan una alta cantidad de materiales incrustantes depositados en sus superficies. El color del material es marrón, donde, al parecer, la rugosidad de la superficie de la membrana y el efecto del tamaño de los hilos espaciadores son los principales generadores de depósitos de incrustaciones.

El principal objetivo de los espaciadores es promover una mezcla homogénea del agua que, debido a la presión, se convierte en un concentrado salino. Sin embargo, pueden favorecer la acumulación de partículas con el paso del tiempo, dado que, cuando aumenta la presión en el lado del concentrado de solución salina, los espaciadores tienden a presionarse contra la superficie de poliamida activa, provocando marcas o roturas.

Posteriormente, las muestras de membranas fueron limpiadas por el proceso de sonicación, presente en las figuras 4.17, donde es posible observar en 4.17.a, 4.17.b y 4.17.c; que la mayor parte de la concentración del material incrustante ha sido eliminado. Pero, en algunas áreas, el material incrustante no se puede eliminar por completo. Es probable que estas imperfecciones que persisten en la superficie se adhieran, debido a imperfecciones en la superficie de la membrana.

4.2.3. Caracterización de las muestras de membrana descartada por medio de las técnicas analíticas

A continuación se presentan los resultados obtenidos respecto a la caracterización de las muestras de membrana descartadas, vírgenes y sonicadas, donde se empleó como medio agua, por medio de las técnicas de caracterización avanzadas. Con este estudio, se espera obtener información preliminar para su posterior análisis y comparación con otros resultados.

4.2.3.1. Prueba por medio de la técnica SEM/EDS

El análisis por medio de las técnicas de caracterización SEM/EDS, presentes en las figuras 4.18, 4.19, 4.20, 4.21 y 4.22, junto con las tablas 4.10, 4.11, 4.12, 4.13 y 4.14; se realizaron para confirmar la diferencia en el grado de ensuciamiento en la superficie plana expuesta al fluido de trabajo y a través de su estructura, correspondiente a la sección transversal de la membrana.

En particular, en la figura 4.18 se observa la morfología de la superficie de una muestra de membrana sucia, afectada por el ensuciamiento superficial. El material depositado tiene la apariencia de capas gruesas irregulares y quebradizas. Asimismo, se pueden observar grietas en la superficie, las cuales pueden deberse a los procesos de sobre presión que se han generado producto de los depósitos.

La información obtenida a través de la técnica EDS, presente en detalle en la tabla 4.10, informa la distribución de la concentración como $O > Si > C > N > Al > Na > Fe > Ca > Mg$. En particular, el oxígeno, carbono y nitrógeno se pueden atribuir a las capas funcionales de la membrana, como poliamida, polisulfona, material orgánico de soporte, junto con otros compuestos inmersos como polisacáridos, material extracelular y proteínas. Los elementos metálicos se atribuyen a materiales de ensuciamiento derivados de la dureza del agua a tratar.

En cuanto a la figura 4.19, se muestra la apariencia del corte transversal de las membranas sucias sin tratamiento, donde se pueden observar zonas de compresión del material sobre las fibras de soporte. A partir de los resultados obtenidos por medio de la técnica EDS y pre-

senten en detalle en la tabla 4.11, las concentraciones se encuentran de manera decrecientes como $C > O > B > Si > N > Fe > Mg > Na > K > Ca$.

En particular, el carbono, oxígeno y nitrógeno se pueden atribuir a los constituyentes de la membrana original del proceso de RO. Mientras que, los elementos inorgánicos se atribuyen a que los agentes incrustantes superficiales que han penetrado en la estructura interna de la membrana, debido a la sobrepresión, las marcas generadas por los hilos de los distanciadores y las grietas o roturas producidas en las capas de la poliamida.

Respecto a la figura 4.20, se observa la microestructura superficial de una muestra de membrana sucia sonicada, donde se puede apreciar que el proceso de sonicación no fue suficiente para remover las capas de ensuciamiento producidas por la incrustación de las partículas. El área de superficie es igual a la que se muestra para una muestra de membrana sucia, tal como se puede ver en la figura 4.18.

Considerando la información obtenida por medio de la técnica EDS, presentes en la tabla 4.12, esta indica las concentraciones elementales se encuentran de manera decrecientes como $O > Si > C > Fe > Ca > P > S > Al > N > Mg > K$. Donde, en particular, otros elementos que no habían sido detectables en muestras de membrana de poliacrilamida sin uso se encuentran presentes en esta muestra, como el fósforo, atribuible al uso de antiincrustantes [10], [20], y el azufre, atribuible a la capa de soporte de polisulfona.

En cuanto a la figura 4.21, muestra la microestructura de una sección transversal de una muestra de membrana sucia sonicada, donde se aprecia una separación entre la capa activa de poliamida y la capa soporte de polisulfona. Esto ocurre por el problema de las sobrepresiones generadas por las capas de incrustantes que debilitan la unión entre ambas capas. Asimismo, se pueden observar compresiones o hendiduras en la capa de polisulfona de soporte. Mientras que, la información que entrega la técnica EDS, presentes en la tabla 4.13, indica que las concentraciones se encuentran de manera decrecientes en función de los elementos en el siguiente orden: $O > C > Si > Fe > F > Ca > P > Al > Mg > K > S > Cl$.

Finalmente, en cuanto a la figura 4.22, muestra la microestructura superficial del espaciador externo que separa las distintas hojas de membrana, donde se observa una estructura cristalina amorfa con tendencia a la aglomeración. Mientras que, de los resultados obtenidos por el análisis EDS, presentes en la tabla 4.14, se obtiene que la concentración elemental decreciente se encuentra como $C > O > Fe > Ca > N > Si > F > K > Al > Mn > Cu > Cl > Na > Mg > S$. Cabe mencionar que la alta concentración elemental de carbono y oxígeno pueden ser indicativos de la presencia de polisacáridos como agentes contaminantes.

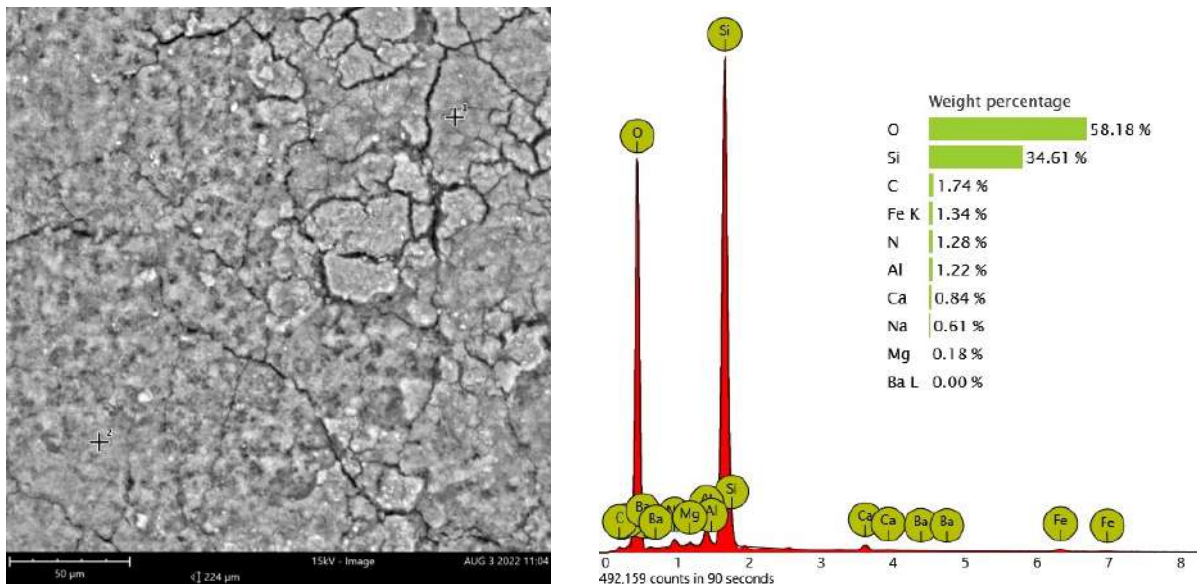


Figura 4.18: Resultados respecto al análisis SEM/EDS de muestras de membrana, modelo *SWC6 - LD* con ensuciamiento superficial y caracterización del lodo incrustado en la superficie. Los resultados corresponden al ensuciamiento de la superficie (izquierda) de la muestra de membrana sucia en 50 [μm] e información de los resultados del EDS (derecha) de un área con una alta concentración de ensuciamiento.

Tabla 4.10: Resultados respecto al análisis EDS de la superficie de la membrana sucia, donde se obtiene la composición porcentual másica y atómica de distintos elementos.

| <i>Número Elemento</i> | <i>Símbolo Elemento</i> | <i>Nombre Elemento</i> | <i>Conc. Atómica</i> | <i>Conc. Másica</i> |
|------------------------|-------------------------|------------------------|----------------------|---------------------|
| 8 | O | Oxígeno | 69,54 | 58,18 |
| 14 | Si | Silicio | 23,57 | 34,61 |
| 6 | C | Carbono | 2,77 | 1,74 |
| 7 | N | Nitrógeno | 1,74 | 1,28 |
| 13 | Al | Aluminio | 0,87 | 1,22 |
| 11 | Na | Sodio | 0,50 | 0,61 |
| 26 | Fe K | Hierro | 0,46 | 1,34 |
| 20 | Ca | Calcio | 0,40 | 0,84 |
| 12 | Mg | Magnesio | 0,14 | 0,18 |
| 56 | Ba L | Bario | 0,00 | 0,00 |

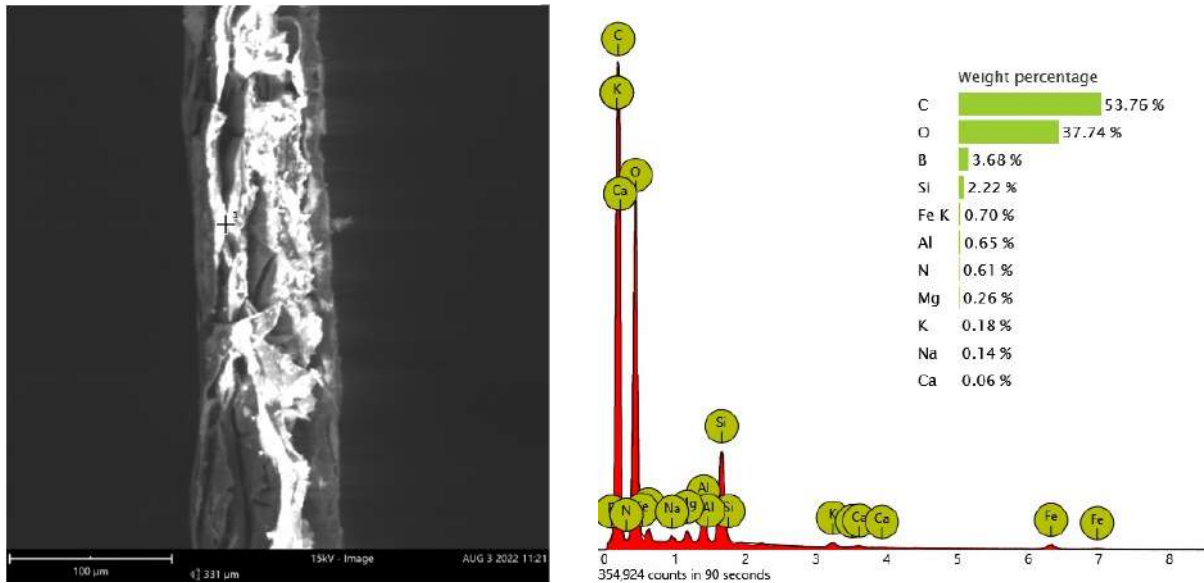


Figura 4.19: Resultados respecto al análisis SEM/EDS de muestras de membrana, modelo *SWC6 - LD* con ensuciamiento superficial y caracterización del lodo incrustado en la superficie. Los resultados corresponden al ensuciamiento transversal del ensuciamiento superficial (izquierda) de la muestra M01 en 100 [μm], e información de los resultados del EDS (derecha) de una zona con alta concentración de ensuciamiento que penetró en el interior de la membrana.

Tabla 4.11: Resultados respecto al análisis EDS de la parte lateral de la membrana sucia, donde se obtiene la composición porcentual másica y atómica de distintos elementos.

| <i>Número Elemento</i> | <i>Símbolo Elemento</i> | <i>Nombre Elemento</i> | <i>Conc. Atómica</i> | <i>Conc. Másica</i> |
|------------------------|-------------------------|------------------------|----------------------|---------------------|
| 6 | C | Carbono | 60,84 | 53,76 |
| 8 | O | Oxígeno | 32,06 | 37,74 |
| 5 | B | Boro | 4,63 | 3,68 |
| 14 | Si | Silicio | 1,07 | 2,22 |
| 7 | N | Nitrógeno | 0,59 | 0,61 |
| 26 | Fe K | Hierro | 0,17 | 0,70 |
| 12 | Mg | Magnesio | 0,15 | 0,26 |
| 11 | Na | Sodio | 0,08 | 0,14 |
| 19 | K | Potasio | 0,06 | 0,18 |
| 20 | Ca | Calcio | 0,02 | 0,06 |

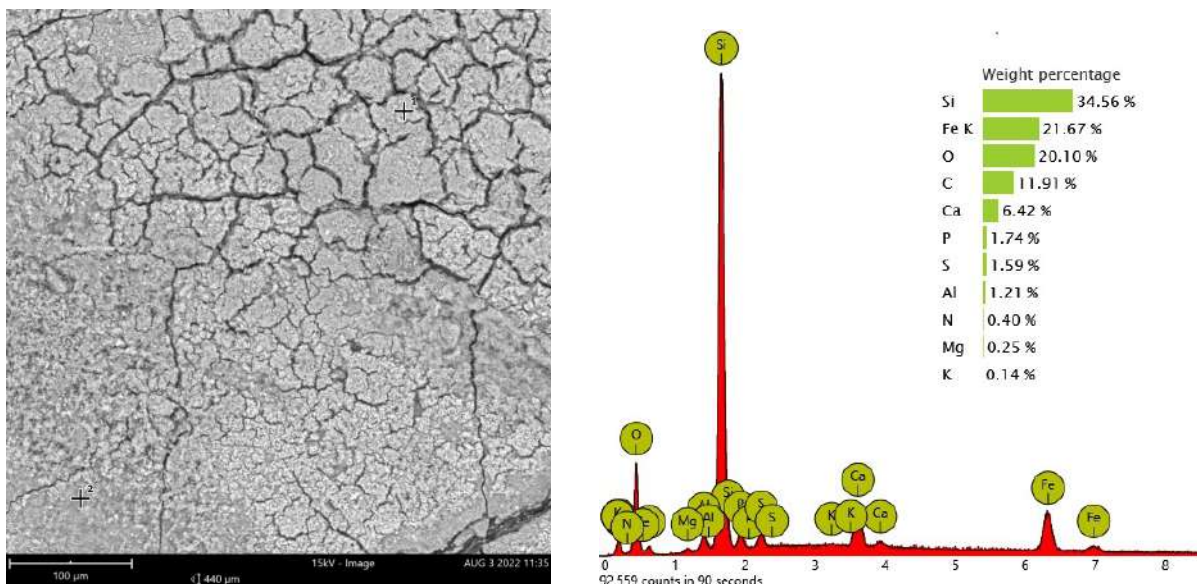


Figura 4.20: Resultados respecto al análisis SEM/EDS de muestras de membrana, modelo *SWC6 - LD* con ensuciamiento superficial y caracterización del lodo incrustado en la superficie. Los resultados corresponden al ensuciamiento de la superficie (izquierda) de una muestra de membrana sucia con proceso de sonicación en 100 [μm] e información de los resultados del EDS (derecha) de un área con una alta concentración de ensuciamiento.

Tabla 4.12: Resultados respecto al análisis EDS de la superficie de la membrana sucia sonicada, donde se obtiene la composición porcentual másica y atómica de distintos elementos.

| <i>Número Elemento</i> | <i>Símbolo Elemento</i> | <i>Nombre Elemento</i> | <i>Conc. Atómica</i> | <i>Conc. Másica</i> |
|------------------------|-------------------------|------------------------|----------------------|---------------------|
| 8 | O | Oxígeno | 29,76 | 20,10 |
| 14 | Si | Silicio | 29,16 | 34,56 |
| 6 | C | Carbono | 23,50 | 11,91 |
| 26 | Fe K | Hierro | 9,19 | 21,67 |
| 20 | Ca | Calcio | 3,80 | 6,42 |
| 15 | P | Fósforo | 1,33 | 1,74 |
| 16 | S | Azufre | 1,18 | 1,59 |
| 13 | Al | Aluminio | 1,07 | 1,21 |
| 7 | N | Nitrógeno | 0,68 | 0,40 |
| 12 | Mg | Magnesio | 0,25 | 0,25 |
| 19 | K | Potasio | 0,09 | 0,14 |

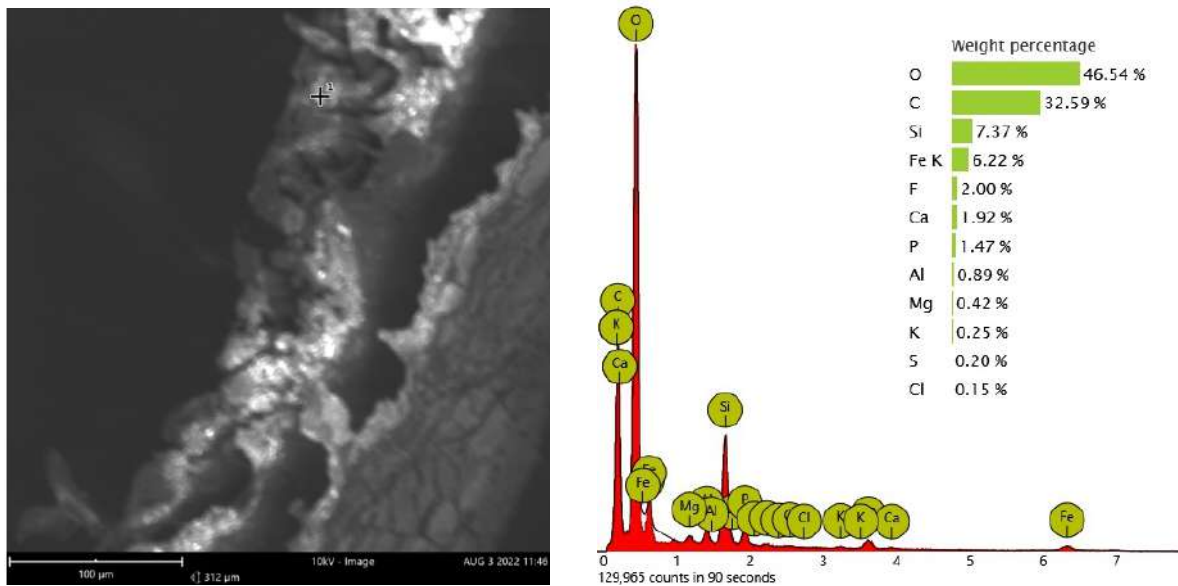


Figura 4.21: Resultados respecto al análisis SEM/EDS de muestras de membrana, modelo *SWC6 - LD* con ensuciamiento superficial y caracterización del lodo incrustado en la superficie. Los resultados corresponden al ensuciamiento de la parte transversal del ensuciamiento superficial (izquierda) de muestra de membrana sucia con proceso de sonicación en 100 [μm], y la información obtenida de la técnica EDS (derecha) de una zona con alta concentración de ensuciamiento que penetró en el interior de la membrana.

Tabla 4.13: Resultados respecto al análisis EDS de la parte lateral de la membrana sucia sonicada, donde se obtiene la composición porcentual másica y atómica de distintos elementos.

| <i>Número Elemento</i> | <i>Símbolo Elemento</i> | <i>Nombre Elemento</i> | <i>Conc. Atómica</i> | <i>Conc. Másica</i> |
|------------------------|-------------------------|------------------------|----------------------|---------------------|
| 8 | O | Oxígeno | 46,45 | 46,54 |
| 6 | C | Carbono | 43,32 | 32,59 |
| 14 | Si | Silicio | 4,19 | 7,37 |
| 26 | Fe K | Hierro | 1,78 | 6,22 |
| 9 | F | Flúor | 1,68 | 2,00 |
| 20 | Ca | Calcio | 0,76 | 1,92 |
| 15 | P | Fósforo | 0,76 | 1,47 |
| 13 | Al | Aluminio | 0,52 | 0,89 |
| 12 | Mg | Magnesio | 0,27 | 0,42 |
| 19 | K | Potasio | 0,10 | 0,25 |
| 16 | S | Azufre | 0,10 | 0,20 |
| 17 | Cl | Cloro | 0,07 | 0,15 |

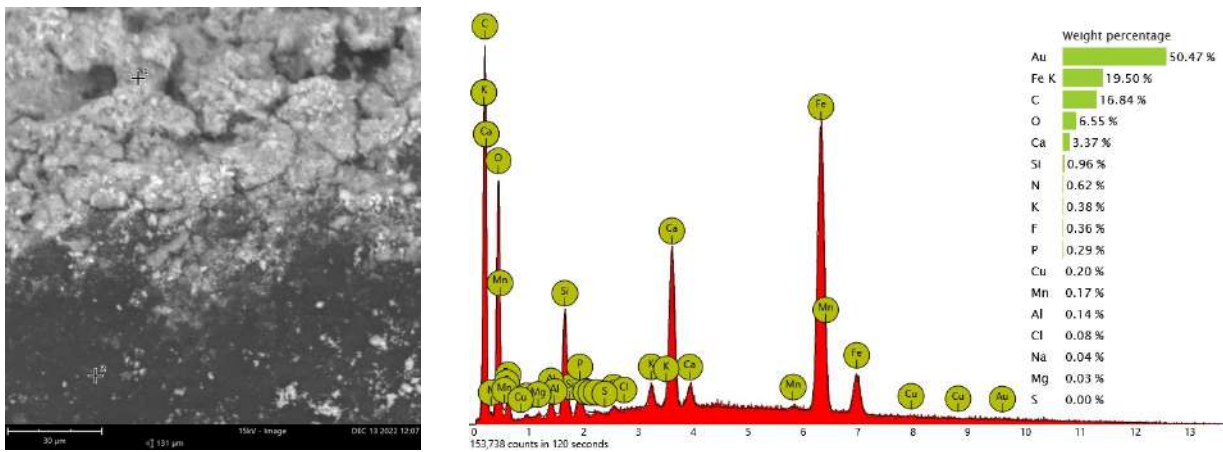


Figura 4.22: Resultados respecto al análisis SEM/EDS de muestras de membrana, modelo *SWC6 - LD* con ensuciamiento superficial y caracterización del lodo incrustado en la superficie. Los resultados corresponden al ensuciamiento (izquierda) de la microestructura del polvo sólido extraído de una muestra de agua del concentrado salino en 30 [μm], e información proveniente de la técnica EDS (derecha) de la composición del material incrustante.

Tabla 4.14: Resultados respecto al análisis EDS de la parte lateral de la membrana sucia, donde se obtiene la composición porcentual másica y atómica de distintos elementos.

| <i>Número Elemento</i> | <i>Símbolo Elemento</i> | <i>Nombre Elemento</i> | <i>Conc. Atómica</i> | <i>Conc. Másica</i> |
|------------------------|-------------------------|------------------------|----------------------|---------------------|
| 6 | C | Carbono | 53,24 | 16,84 |
| 8 | O | Oxígeno | 15,54 | 6,55 |
| 26 | Fe K | Hierro | 13,26 | 19,50 |
| 79 | Au | Oro | 9,73 | 50,47 |
| 20 | Ca | Calcio | 3,19 | 3,37 |
| 7 | N | Nitrógeno | 1,67 | 0,62 |
| 14 | Si | Silicio | 1,30 | 0,96 |
| 9 | F | Flúor | 0,72 | 0,36 |
| 19 | K | Potasio | 0,37 | 0,38 |
| 13 | Al | Aluminio | 0,20 | 0,14 |
| 25 | Mn | Manganeso | 0,12 | 0,17 |
| 29 | Cu | Cobre | 0,12 | 0,20 |
| 17 | Cl | Cloro | 0,08 | 0,08 |
| 11 | Na | Sodio | 0,07 | 0,04 |
| 12 | Mg | Magnesio | 0,04 | 0,03 |
| 16 | S | Azufre | 0,00 | 0,00 |

De los resultados obtenidos, se puede afirmar que la compactación de la membrana refleja etapas de limpieza incompletas y ensuciamiento irreversible, lo cual reduce la porosidad superficial de la polisulfona hasta en un 95 % [33]. En cuanto al fósforo, se ingresa como parte del material incrustante, debido al uso de antiincrustantes a base de fósforo y su uso inadecuado. Además, se ha informado que el uso excesivo de bisulfito de sodio reduce la sílice disuelta y provoca la formación de precipitados de silicato insolubles, que actúan como núcleos de escamas en la superficie [32].

La presencia de aluminio y sílice en los resultados es común en procesos de RO de agua de mar o agua salobre, e indican la presencia de silicatos de aluminio (correspondientes a SiO_2 y silicatos metálicos como Fe_2SiO_4 , Al_2SiO_3 y Mg_2SiO_4), arcillas, cuarzo, arenas, asociación de iones trivalentes como el hierro. Por supuesto, la solubilidad de estas sales es mucho menor que la del sílice puro [28], [32]. Además, la presencia de calcio y oxígeno también indican la precipitación de $CaCO_3$ en la superficie de las membranas [29].

Del análisis y los resultados obtenidos se puede decir que el ensuciamiento superficial es generado por partículas provenientes del efluente del tratamiento. Esta acumulación es un proceso continuo que se inicia a penas comienza el servicio en el sistema de RO. Se puede deducir que el sistema, probablemente, estaba operando a presiones más altas que las reportadas por el fabricante de la membrana, lo que generó una tensión severa en el proceso. Además, se produjeron impresiones del lugar de contacto de los alambres del espaciador y la membrana; donde las diferencias en la profundidad de la huella promovieron la mayor concentración de material incrustante acumulado. Es probable que los filtros de cartucho (5 μm a 1 μm) que son el pretratamiento del agua de alimentación, no funcionen de manera eficiente, facilitando el paso de partículas grandes y arcillas.

4.2.3.2. Prueba por medio de la técnica FTIR

Para identificar la naturaleza de la capa de ensuciamiento que recubre la membrana del modelo *SWC6 - LD*, se realiza un análisis de las señales obtenidas por espectroscopia infrarroja. En el caso de la capa activa de poliamida, se ha reportado que las bandas de adsorción posicionadas a número de onda entre 1.800 $[cm^{-1}]$ a 800 $[cm^{-1}]$ informan las señales características de la poliamida en estudio.

En la figura 4.23 se muestran las señales características que identifican una capa de poliamida activa en sentido inverso de la membrana de RO. En este caso, se utiliza una muestra de una membrana del modelo *BW40 30-30* nueva y limpia, dado que no se disponía de membrana virgen del modelo *SWC6 - LD*. Las señales que se identifican en la poliamida corresponden a 3.320,9 $[cm^{-1}]$ correspondiente al estiramiento del enlace $N - H$ y, de manera similar, puede indicar el estiramiento de los enlaces $= C - H$ aromáticos. En cuanto a la señal 2.965,6 $[cm^{-1}]$, corresponde al estiramiento de enlaces $C - H$ alifáticos, mientras que 1.709,2 $[cm^{-1}]$ corresponde a la vibración de enlaces de amida aromática. La señal 1.584,8 $[cm^{-1}]$ identifica la vibración de estiramiento del enlace amida II y $-CO - NH$ [72], [73], [74].

Respecto a las señales 1.503,786 $[cm^{-1}]$ y 1.486,429 $[cm^{-1}]$ corresponden a deformación de enlaces $C - H$ alifáticos y estiramiento de enlaces $C - O$. Considerando las señales presentes en el rango entre 1.246,3 $[cm^{-1}]$ y 1.099,2 $[cm^{-1}]$, corresponde a la capa de soporte de

polisulfona en la vibración de estiramiento del enlace $C - O - C$ asimétrico, mientras que el rango de $600 \text{ [cm}^{-1}]$ a $800 \text{ [cm}^{-1}]$, son señales correspondientes al esqueleto aromático de la poliamida [72], [73], [74].

Para el caso de las muestras de membrana de estudio, el número de onda oscila en el rango de señales entre $3.700 \text{ [cm}^{-1}]$ a $2.700 \text{ [cm}^{-1}]$, lo cual ayuda a identificar las características físicas de la superficie de la membrana. Se puede observar que, en este rango de longitud de onda en las figuras 4.24 y 4.25, muestran una intensidad más baja en comparación con el mismo rango de la capa de poliamida limpia presente en la figura 4.23. La disminución de los valores de absorbancia se debe al espesor de la capa de ensuciamiento que cubre la superficie de la membrana, lo que limita la profundidad de penetración y análisis del haz infrarrojo.

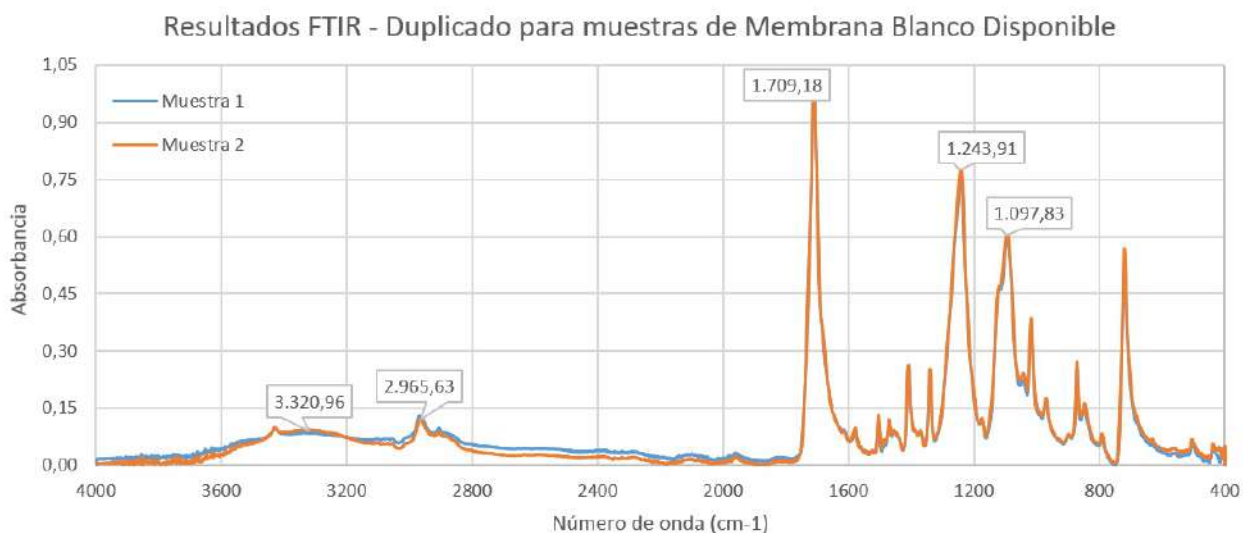


Figura 4.23: Espectro resultante de la técnica del FTIR, para el análisis de muestras de membrana con las señales características de una capa de poliamida en una membrana de RO, modelo *BW40 30-30*.

Las señales a $3.380,8 \text{ [cm}^{-1}]$, correspondiente a la figura 4.24 de la membrana sucia, y $3.388,9 \text{ [cm}^{-1}]$, correspondiente a la figura 4.25 de la membrana sucia sonicada, pueden indicar vibración del estiramiento de los enlaces libres $N - H$, o estiramiento de los enlaces $O - H$, o, a la contaminación por polisacáridos (correspondientes a los grupos hidroxilo), o, al agua, o, a la presencia de sulfonamidas primarias, correspondientes al compuesto $-S(=O)_2 = NH_2$.

Las señales $2.962,3 \text{ [cm}^{-1}]$, presente la figura 4.24 de la membrana sucia y en la figura 4.25 de la membrana sucia sonicada, indican vibración del estiramiento de los enlaces $C - H$ alifáticos. Mientras que, las señales $1.714,0 \text{ [cm}^{-1}]$ y $1.712, \text{ [cm}^{-1}]$, correspondientes a la figura 4.24 de la membrana sucia respectivamente, se encuentran asociados a la característica amida I, y también indican ensuciamiento por depósitos de proteínas. Las señales $1.548,6 \text{ [cm}^{-1}]$, asociada a la figura 4.24 de la membrana sucia, y $1.560,7 \text{ [cm}^{-1}]$, asociada a la figura 4.25 de la membrana sucia sonicada, corresponden a la vibración del estiramiento de los enlaces del grupo $-CO - NH$, flexión en el plano del enlace $N - H$ de la amida II.

En cuanto a las señales $1.241,5 \text{ [cm}^{-1}\text{]}$, asociada a la figura 4.24 de la membrana sucia, y $1.243,4 \text{ [cm}^{-1}\text{]}$, asociada a la figura 4.25 de la membrana sucia sonicada, corresponden a la vibración de estiramiento asimétrica $C - -O - -C$ del grupo arilo-O-arilo. Las señales $1.095,9 \text{ [cm}^{-1}\text{]}$, asociada a la figura 4.24 de la membrana sucia, y $1.101,6 \text{ [cm}^{-1}\text{]}$, asociada a la figura 4.25 de la membrana sucia sonicada, corresponden a la banda elástica del enlace $C - O$, vinculado a carbohidratos o polisacáridos, correspondientes a sustancias extracelulares. Por último, las señales entre $1.027 \text{ [cm}^{-1}\text{]}$ y $468 \text{ [cm}^{-1}\text{]}$, indican la presencia de SiO_2 y sustancias aromáticas húmicas [73], [74], [75], [76], [31].

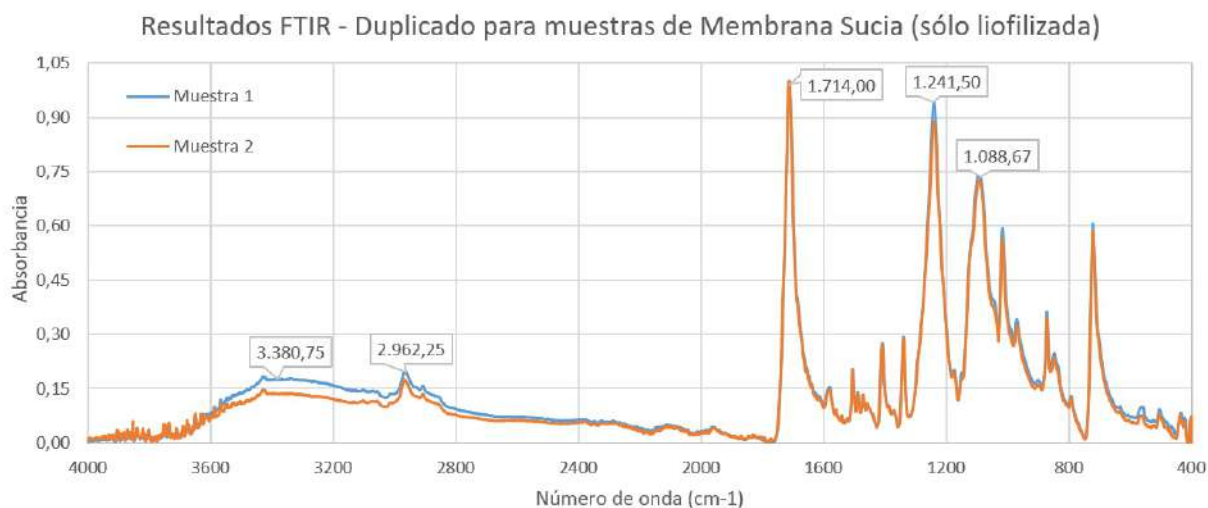


Figura 4.24: Espectro resultante de la técnica del FTIR, para el análisis de muestras de membrana con las señales características obtenidas para una muestra de membrana sucia, modelo *SWC6 - LD*.

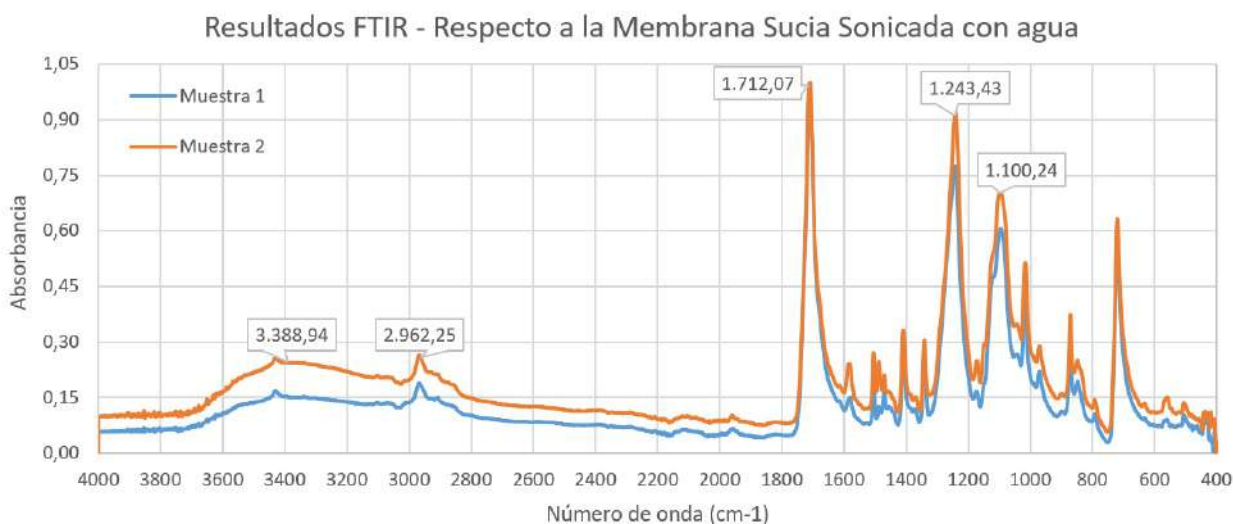


Figura 4.25: Espectro resultante de la técnica del FTIR, para el análisis de muestras de membrana con las señales características obtenidas para una muestra de membrana sucia sonicada, modelo *SWC6 - LD*.

4.2.3.3. Prueba por medio de la técnica TGA

Las estimaciones de las fracciones orgánicas e inorgánicas que componen las membranas fraguadas y el ensuciamiento de la superficie se pueden determinar analizando los termogramas de descomposición. Los termogramas que se muestran en las figuras 4.26, 4.27, 4.28 y 4.29, describen procesos de descomposición térmica con la formación de productos de reacción volátiles y la generación de pasos térmicos en la degradación.

En cuanto a las regiones de descomposición, en primera instancia se puede identificar [74], [75] que de 30 [°C] a 170 [°C] se produce la descomposición de moléculas volátiles, ensuciamientos orgánicos e inorgánicos liberados y evaporación del agua absorbida, de 190 [°C] a 340 [°C] ocurre descomposición térmica de materia orgánica como grupos carboxílicos, fenólicos, húmicos, fúlvicos e hidrocarbonados (capas de polímero que constituyen la membrana), de 340 [°C] a 550 [°C] descomposición de compuestos aromáticos estables, de 450 [°C] a 550 [°C] escisión de las cadenas carbonadas columnas vertebrales de las membranas.

Los resultados obtenidos para las muestras de membrana sucia, correspondientes a las figuras 4.27 y 4.26, muestran 3 regiones o pasos de pérdida de masa, que se pueden clasificar como una descomposición multietapa. En ella se reducirá el consumo de toda la materia orgánica tanto de la membrana de RO como de los componentes orgánicos que puedan estar presentes en las capas de incrustaciones. Sin embargo, los valores de temperatura (T_0 , $T_{5\%}$, $T_{30\%}$ y $T_{50\%}$), cuando se procesan bajo aire atmosférico son más bajos que los valores determinados bajo atmósfera de nitrógeno, como se puede ver en la tabla 4.15. Solo el termograma de la membrana sucia correspondiente a la figura 4.26 en la atmósfera del aire genera 3 temperaturas máximas de descomposición y los demás termogramas solo producen 2. De igual forma, en condiciones de aire atmosférico, las temperaturas máximas de descomposición son inferiores a las que se alcanzan bajo la atmósfera de nitrógeno tal como se puede ver en las figuras 4.27 y 4.26, junto con la tabla 4.15.

Este resultado puede deberse al exceso de materia orgánica presente en las capas de incrustantes que pueden corresponder a proteínas, polisacáridos, restos de material antiincrustante y sustancias extracelulares. De los resultados de la masa residual, dato presente en la tabla 4.15, y en función de los tramos de descomposición se obtiene aproximadamente un 18 %, que corresponde a materia orgánica como ceniza. El porcentaje de pérdida de masa es mucho mayor cuando se analiza bajo una atmósfera de aire en comparación con una atmósfera de nitrógeno, ya que entre 250 [°C] y 500 [°C] se produce una descomposición termo-oxidativa. La masa residual obtenida bajo la atmósfera de aire es principalmente óxidos metálicos y sales no oxidables.

En el caso de las muestras de membrana sucia sonicada, donde se buscó despejar un poco la superficie de la membrana y solo dejar las capas más compactas y adheridas a la superficie de la membrana de RO; los resultados obtenidos en los termogramas presentes en las figuras 4.29 y 4.28, son prácticamente idénticos a los obtenidos para las muestras de membrana sucia. Además, estos resultados se pueden clasificar como una descomposición multietapa. Para las muestras de membrana sucia sonicada, los fenómenos térmicos ocurridos entre 250 [°C] y 500 [°C] en las operaciones en atmósfera de aire, correspondiente a una descomposición termo-oxidativa, y en atmósfera de nitrógeno, correspondiente a una degradación térmica, parecen ser de la misma naturaleza.

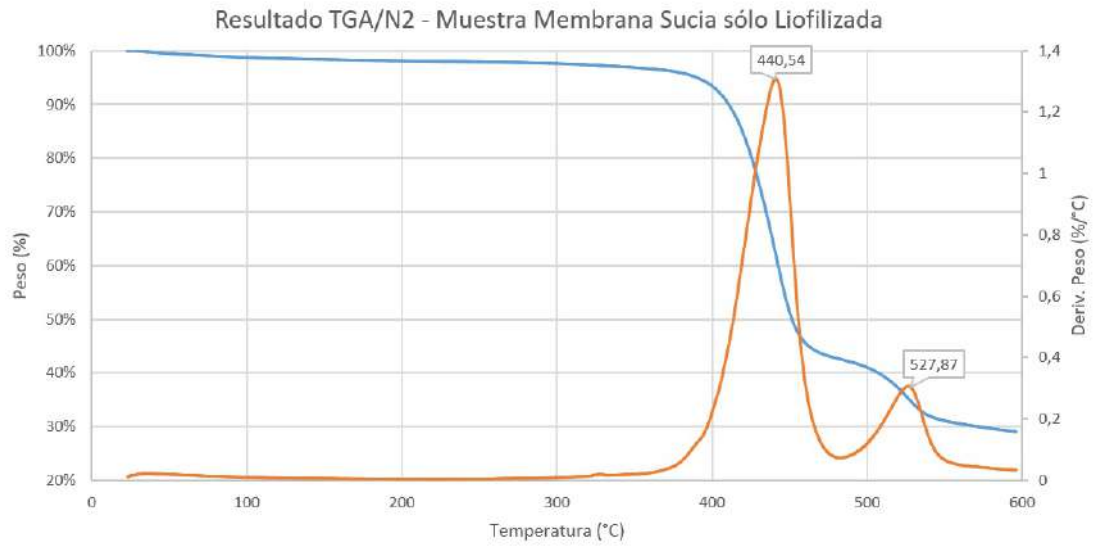


Figura 4.26: Análisis de las curvas termogravimétricas, TGA/DTG de las muestras de estudio, correspondiente a la curva de la muestra de la membrana sucia del modelo *SWC6 - LD*, bajo atmósfera de nitrógeno.

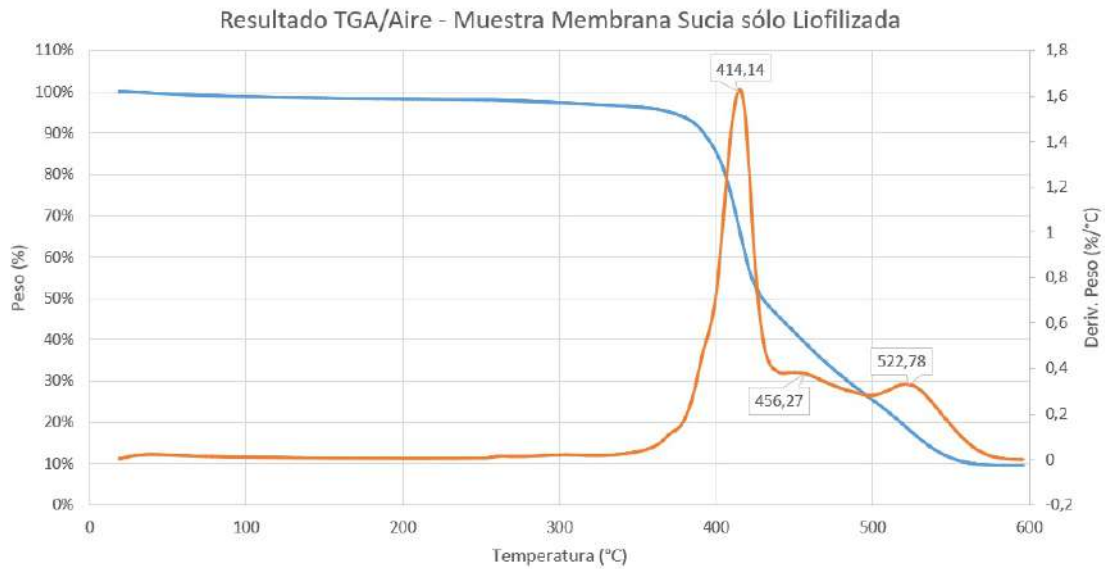


Figura 4.27: Análisis de las curvas termogravimétricas, TGA/DTG de las muestras de estudio, correspondiente a la curva de la muestra de la membrana sucia del modelo *SWC6 - LD*, bajo atmósfera de aire.

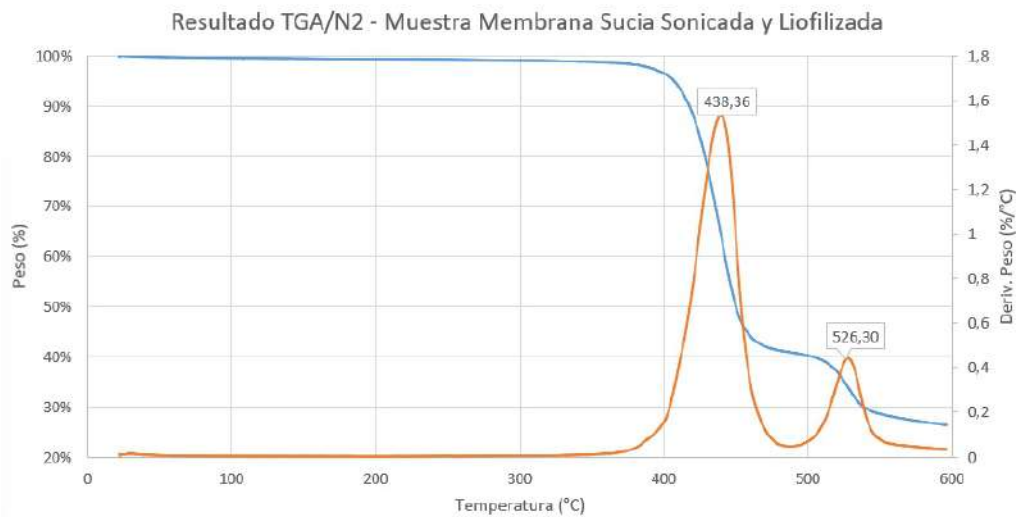


Figura 4.28: Análisis de las curvas termogravimétricas, TGA/DTG de las muestras de estudio, correspondiente a la curva de la muestra de la membrana sucia sonicada del modelo *SWC6 - LD*, bajo atmósfera de nitrógeno.

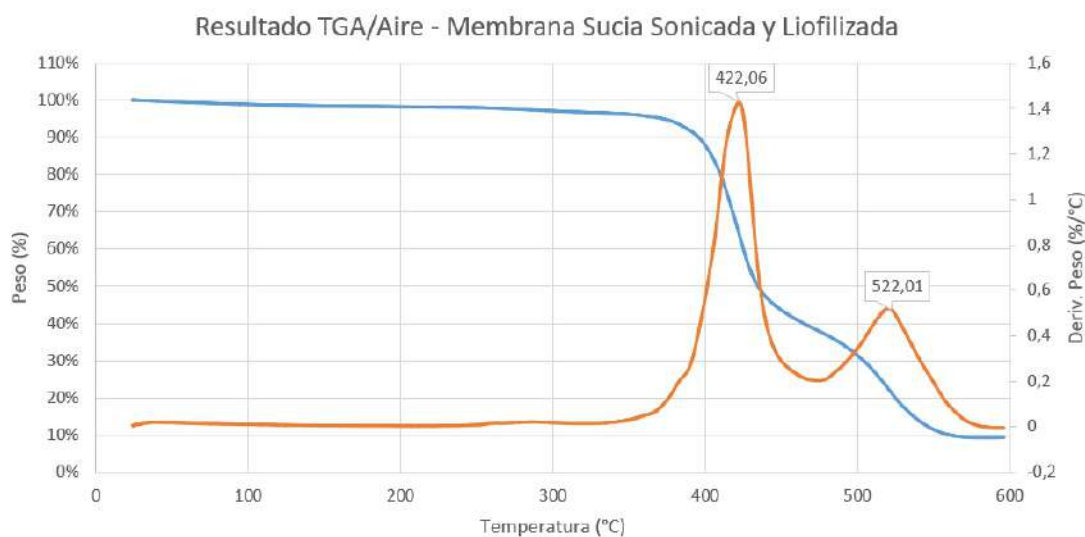


Figura 4.29: Análisis de las curvas termogravimétricas, TGA/DTG de las muestras de estudio, correspondiente a la curva de la muestra de la membrana sucia sonicada del modelo *SWC6 - LD*, bajo atmósfera de aire.

El mismo resultado se obtiene con los valores de temperaturas (T_0 , $T_{5\%}$, $T_{30\%}$ y $T_{50\%}$), presentes en la tabla 4.15, en los diferentes ambientes de nitrógeno y atmósferas de aire. Con respecto a las temperaturas máximas de descomposición, solo se genera la $T_{Descomposicion\ maxima,1}$ y $T_{Descomposicion\ maxima,3}$; la $T_{Descomposicion\ maxima,2}$ no se genera, debido a que el proceso de sonicación ha eliminado las capas de suciedad más gruesas y externas de la superficie de la membrana, tal como se puede ver en las figuras 4.29 y 4.28, junto con la tabla 4.15. De los resultados de la masa residual, presente en la tabla 4.15, y en función de los tramos de descomposición se obtiene aproximadamente un 16 %, que corresponde a materia orgánica como ceniza.

En cuanto al valor de $T_{\text{índice de resistencia al calor}}$ [°C], presente en la tabla 4.15, ha sido reportado a 210,2 [°C] [53], mientras que los valores obtenidos para las membranas en este trabajo son muy cercanos a este valor. Por lo tanto, no existe un efecto significativo de las capas de ensuciamiento superficial que afectar este parámetro. Al parecer, la naturaleza de la contaminación es del tipo orgánica, la cual debe ser controlada adecuadamente en los procesos de pretratamiento del agua que será procesada por el sistema de RO.

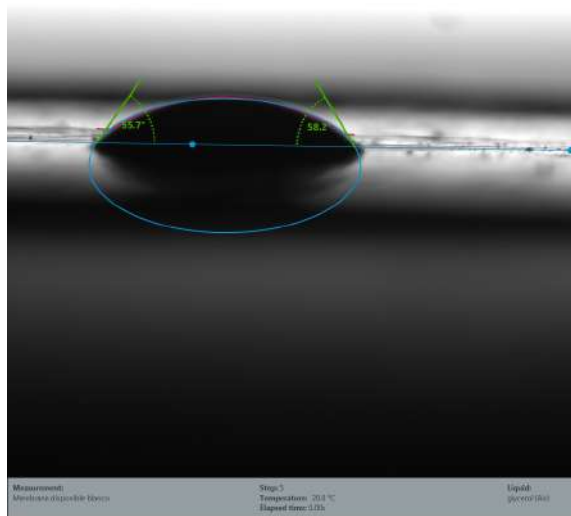
Tabla 4.15: Información sobre las características térmicas de los termogramas individuales de las membranas. Donde se presenta la temperatura inicial de descomposición T_0 , temperaturas de descomposición del 5%, 30% y 50% ($T_{5\%}$, $T_{30\%}$ y $T_{50\%}$), índice de la temperatura de resistencia al calor o $T_{\text{índice de resistencia al calor}}$, temperaturas máximas de descomposición ($T_{\text{Descomposicion maxima,1}}$ [°C], $T_{\text{Descomposicion maxima,2}}$ [°C] y $T_{\text{Descomposicion maxima,3}}$ [°C]), $\Delta\%$ porcentaje de masa residual y temperatura de descomposición final T_{final} [°C]. Además, MS corresponde a la membrana sucia, mientras que MSS, corresponde a la membrana sucia sonicada.

| Parámetros | MS (aire) | MS (nitrógeno) | MSS (aire) | MSS (nitrógeno) |
|--|----------------------|---------------------------|-----------------------|----------------------------|
| T_0 [°C] | 382,3 | 406,6 | 344,6 | 384,4 |
| $T_{5\%}$ [°C] | 382,4 | 418,9 | 394,6 | 413,0 |
| $T_{30\%}$ [°C] | 406,9 | 426,9 | 406,6 | 431,2 |
| $T_{50\%}$ [°C] | 421,6 | 445,5 | 425,4 | 445,9 |
| T_{final} [°C] | 595,9 | 595,9 | 595,9 | 596,0 |
| $T_{\text{Descomposicion maxima,1}}$ [°C] | 415,1 | 441,0 | 422,0 | 438,6 |
| $T_{\text{Descomposicion maxima,2}}$ [°C] | 449,6 | — | — | — |
| $T_{\text{Descomposicion maxima,3}}$ [°C] | 520,1 | 525,6 | 519,0 | 527,5 |
| $\Delta\%$ Porcentaje de masa perdida | 91,5 | 73,0 | 92,1 | 75,7 |
| $\Delta\%$ Porcentaje de masa residual | 8,4 | 26,9 | 7,8 | 24,3 |
| % Porcentaje de material Inorgánico | 8,4 | | 7,8 | |
| % Porcentaje de material Orgánico | 18,5 | | 16,4 | |
| $T_{\text{índice de resistencia al calor}}$ [°C] | 194,6 | 207,6 | 196,8 | 207,7 |

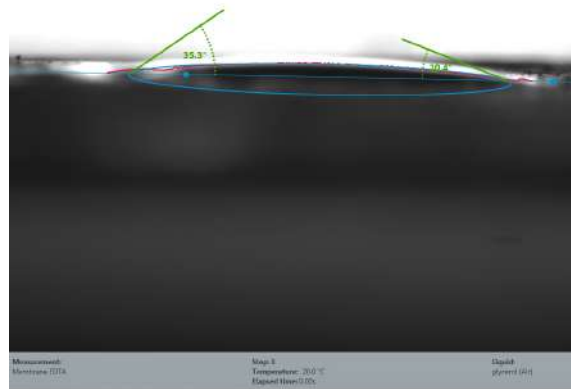
4.2.3.4. Prueba por medio del ángulo de contacto

Al momento de analizar las propiedades de la membrana, en particular si es hidrófila o hidrófoba la superficie de la membrana del proceso de RO, se empleó la prueba de ángulo de contacto, tal como se muestra en la figura 4.30. En la figura 4.30.a se analizó una muestra de membrana del modelo *BW40 30-30* nueva y limpia, la cual presenta un ángulo de contacto promedio de $56,5^\circ$ y propiedades hidrofílica, lo cual permite caracterizar en parte las propiedades entregadas por la capa de poliamida [77], [78], [79], [80].

En cuanto a la figura 4.30.b, esta corresponde al análisis realizado en una membrana sucia del modelo *SWC6 - LD* sin tratamientos, la cual se caracteriza por tener un ángulo de contacto promedio de $32,5^\circ$ y propiedades con tendencia hidrofílicas. Este incremento en el ángulo en comparación a la membrana nueva y limpia, lo cual puede deberse a que parte de los materiales ensuciantes están en la estructura de la matriz de polímeros que conforman las capas de la membrana y que alteran las propiedades superficiales de la capa de poliamida. Cabe mencionar que ambas membranas probablemente se encuentra disipadas y/o alteradas, debido a la posible presencia de materiales orgánicos adheridos en su superficie, junto con contribuciones proviene de sales y compuestos hidrófilos [77], [78], [79], [80].



(a) Imagen de uno de los resultados obtenidos de la prueba del ángulo de contacto para la membrana del modelo *BW40 30-30* nueva y limpia. Representativa para las capas de poliamida de una membrana de RO.



(b) Imagen de uno de los resultados obtenidos de la prueba del ángulo de contacto para la membrana sucia del modelo *SWC6 - LD*.

Figura 4.30: Resultados obtenidos de la prueba del ángulo de distintas muestras de membranas no tratadas, utilizadas en el proceso de RO. Resolución de 1 [nm].

4.2.4. Caracterización exhaustiva de las muestras de membrana descartada por medio de las técnicas convencionales y analíticas

A continuación se presentan los resultados obtenidos respecto a la caracterización de las muestras de membrana descartadas del proceso de RO, modelo *SWC6 - LD*, por medio de las técnicas robustas o, correspondientes a las técnicas que se puedan realizar a nivel de laboratorio. Además, a estos resultados se les realiza la comparación y corroboración de la información por medio de las técnicas de caracterización avanzadas.

4.2.4.1. Prueba de pérdida por ignición con suciedad (LOI)

El procedimiento de prueba de pérdida de peso por ignición destruye el material orgánico en la muestra [81], [82] y este porcentaje generalmente se considera representativo de la porción orgánica del ensuciamiento. El porcentaje restante es generalmente representativo de la porción inorgánica de la muestra. Se usó esta prueba para determinar los porcentajes relativos en peso de la porción orgánica y la porción inorgánica del ensuciamiento de los componentes de la membrana en la muestra de membrana sucia. Posterior a las mediciones, tanto previamente al proceso como posterior al proceso de la prueba de LOI, cuyos resultados se presentan en el anexo D, se obtuvo la tabla 4.16 y la figura 4.31, donde se presenta el porcentaje de cambio en la masa de las muestras.

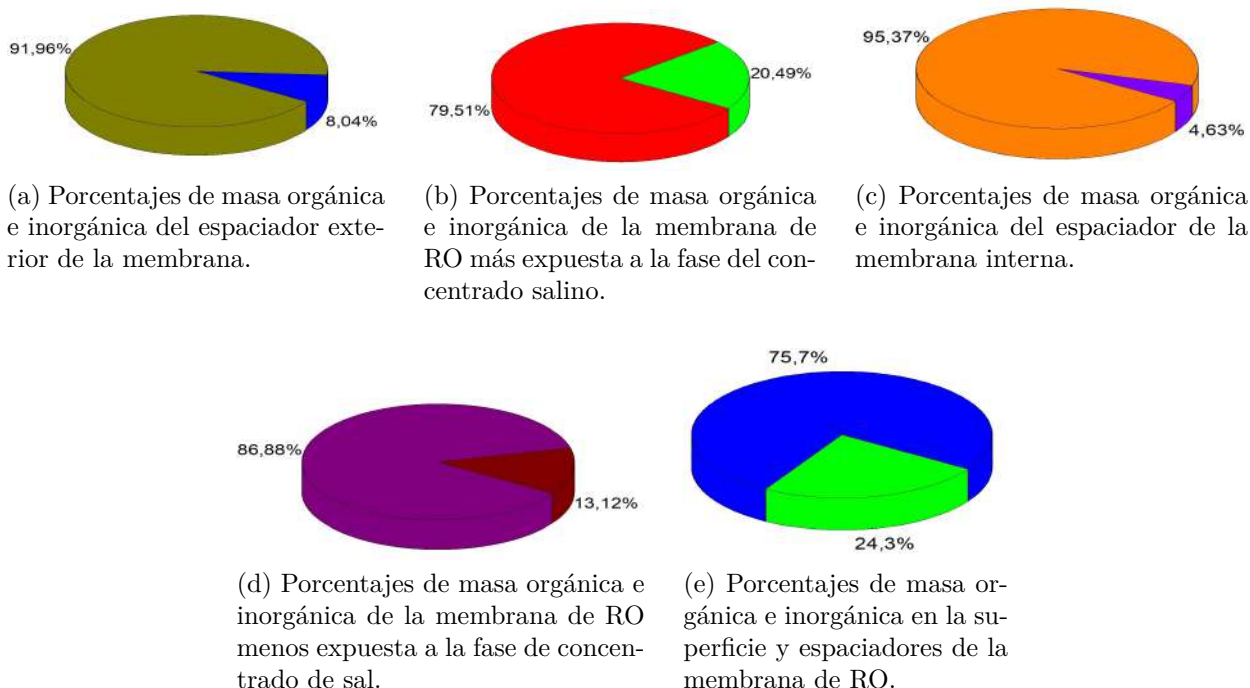


Figura 4.31: Resultados obtenidos de la prueba de LOI de los componentes de muestras de membrana, modelo *SWC6 - LD* con ensuciamiento superficial y caracterización del lodo incrustado en la superficie.

Tabla 4.16: Resultados finales respecto al cambio de masa de las muestras luego del proceso de calentamiento. Donde EG corresponde al espaciador grande, EP espaciador pequeño, ME membrana externa, MI, membrana interna y PD polvillo decantado.

| <i>Crisol</i> | <i>Nombre</i> | <i>Peso [g]</i> |
|---------------|--------------------|-----------------|
| EG | espaciador grande | 91,97 % |
| EP | espaciador pequeño | 95,37 % |
| ME | membrana externa | 79,94 % |
| MI | membrana interna | 86,88 % |
| PD | polvillo decantado | 24,32 % |

En la figura 4.31 se puede observar la distribución de los porcentajes inorgánicos y orgánicos para cada componente, donde el espaciador de la membrana externa presente en la figura 4.31.a), que a pesar de estar cubierto de capas de incrustaciones, generó un mayor porcentaje de masa orgánica (91,96 %) en comparación con masa inorgánica (8,04 %). Mientras que, la membrana más expuesta a la fase del concentrado salino presente en la figura 4.31.b), también genera un mayor porcentaje en la orgánica (79,51 %) frente a la inorgánica (20,49 %).

En cuanto al espaciador de membrana interna, presente en la figura 4.31.c), generó un mayor porcentaje en lo orgánico (95,37 %) en comparación con lo inorgánico (4,63 %), y la membrana menos expuesta a la fase de concentrado de sal presente en la figura 4.31.d), la cual generó un mayor porcentaje en los orgánicos (86,88 %) frente a los inorgánicos (13,12 %). Por otro lado, si la pérdida de peso en la ignición es superior al 35 %, este resultado es indicativo de un fuerte ensuciamiento orgánico [83]. Sin embargo, los resultados anteriores pueden estar opacados por la base orgánica de los componentes de la membrana, por lo que se considera que estos resultados no son precisos.

Mientras que, el material sólido responsable del ensuciamiento depositado sobre la membrana superficial presente en la figura 4.31.e) generó un mayor porcentaje de masa inorgánica en comparación con la masa orgánica. Por lo tanto, se puede inferir que el material de ensuciamiento de la membrana de ósmosis es de naturaleza inorgánica (75,68 %) principalmente, y para la masa orgánica los hay (24,3 %).

4.2.4.2. Prueba de ácidos húmicos y fúlvicos

Dentro del procedimiento experimental de la prueba de ácidos húmicos y fúlvico, se destaca que, después del tratamiento por sonicación en ambiente altamente alcalino, se obtuvieron dos disoluciones de coloración marrón levemente naranjas. Las dos disoluciones fueron filtradas y se tomaron una muestra de 20 [mL] de cada una de las disoluciones filtradas. El aspecto de las disoluciones filtradas era transparente sin la presencia de materia suspendida. Además, las mediciones del valor de pH en ambas disoluciones estaban fuera del rango de la escala del pH del sensor.

Luego del proceso de acidificar, que en el anexo E se presentan en detalle los resultados obtenidos, cada una de las disoluciones al presentar valores de pH cerca de 5,0, no se observaba cambio de coloración ni del aspecto. En particular, luego de alcanzar valores de pH cercanos

a 2,0, no fue apreciable ningún cambio del aspecto a simple vista. Donde luego, al finalizar la centrifugación de las muestras, no se observó un cambio en el aspecto de las disoluciones, ni tampoco la generación de un precipitado. Por tal motivo, la prueba para verificar la presencia de ácidos húmicos y fúlvicos arroja un resultado negativo.

4.2.4.3. Prueba de oxidación de Fujiwara

La prueba de Fujiwara se utiliza como prueba indicativa para comprobar si la membrana y sus espaciadores se ven afectados por la exposición a agentes oxidantes. La formación de la coloración de rosa pálido a rojo en la fase orgánico-acuosa es el resultado positivo, lo cual confirma la degradación oxidativa de la capa activa de poliamida de las membranas [28], [84].

En particular, para todas las muestras de los componentes de la membrana sucia, tras ser sometidas a las condiciones de reacción del test de Fujiwara, presentan un cambio de color muy ligero a rosa pálido. Este cambio no es difícil de percibir a simple vista, tal como se puede observar en la figura 4.32.



Figura 4.32: Imagen de los resultados obtenidos en la prueba Fujiwara de la muestra sucia, donde, de derecha a izquierda se analizó el espaciador de membrana externa, el espaciador interno, la muestra externa, la membrana interna y el blanco comparativo, correspondiente a la mezcla de $NaOH$ - 10 [mol/L] con piridina.

Asimismo, este tipo de prueba tiene la capacidad de detectar cuantitativamente la presencia de compuestos orgánicos halogenados mediante análisis espectrofotométrico, con una longitud de onda de absorción de 530 [nm] [84]. Por lo tanto, para las fases acuosas y las fases orgánicas de las muestras de los componentes de la muestra de membrana sucia, se analizaron y determinaron los valores de absorción a 530 [nm]; para luego ser comparados con un blanco experimental de solo la mezcla de $NaOH$ - 10 [mol/L] con piridina.

Tabla 4.17: Resultados respecto a la absorbancia de las distintas capas de una muestra sucia analizada con la prueba de Fujiwara. Donde EG corresponde al espaciador grande, EP espaciador pequeño, ME membrana externa, MI, membrana interna y PD polvillo decantado.

| <i>Muestra</i> | <i>Absorbancia a 530 [nm]</i> |
|----------------|-------------------------------|
| Blanco Abajo | 0 |
| Blanco Arriba | -0,23 |
| EG Abajo | 1,234 |
| EG Arriba | -0,192 |
| ME Abajo | 1,638 |
| ME Arriba | 1,052 |
| EP Abajo | 1 |
| EP Arriba | 0,118 |
| MI Abajo | 1,062 |
| MI Arriba | 0,528 |

Los valores de absorbancia obtenidos y presentados en la tabla 4.17 para los distintos componentes de la membrana sucia, dieron como resultado valores de absorbancia a 530 [nm] superiores a 0, mientras que el blanco de mezcla dio una absorbancia de 0. Por lo tanto, se considera un resultado positivo, donde la membrana del modelo *SWC6-LD* ha estado expuesta a agentes oxidantes halogenados, que han generado degradación de la membrana.

4.2.4.4. Prueba de solubilidad química del incrustante de la membrana

Posterior a realizar las debidas pruebas a las membranas descartadas con su solvente y frecuencia aplicada por 15 [min], se analizaron de manera cuantitativa el porcentaje de cambio en la masa, tal como se muestra en el anexo C. En función de estos datos se realizó tanto el análisis ANOVA, como la posterior selección de las membranas con mayor y menor eliminación de contaminantes superficiales para su análisis por medio de las técnicas de caracterización avanzadas.

4.2.4.4.1. Resumen de los resultados obtenidos del análisis ANOVA

A continuación se presentan los principales resultados obtenidos del análisis ANOVA:

- Al probar la hipótesis de que existe al menos un nivel en el factor que tiene un efecto significativo en la media, lo cual quiere decir que el valor del estadístico p es menor que 0,05; se destaca que, para el parámetro del compuesto químico se obtiene que el valor del estadístico p es menor que 0,05. Por lo tanto, cumple con el postulado de la hipótesis y tiene una significancia en los resultados.
- En cuanto a los valores de la contribución respecto a la fuente de variación de la media, este indica que la naturaleza del compuesto químico a utilizar en el tratamiento tiene un 54,31 % de incidencia en los resultados.

- Otro parámetro a considerar respecto a la contribución es el error, lo cual significa que todas las pruebas se debieron realizar en un mismo tiempo y no debieron ser segmentadas por filas de trabajo cada día. La variación en los valores se debe principalmente a la naturaleza del compuesto químico empleado para realizar la limpieza del ensuciamiento de la membrana
- Al realizar un estudio comparativo del efecto que generan los compuestos químicos en los resultados, se utiliza el método de Tukey, donde se ha encontrado que, entre este conjunto de compuestos químicos, el que mejor resultados produce es F (Surfact), pero es estadísticamente igual a C (H.Acét.) en resultados. Por otro lado, F (Surfact) es mucho mejor que A (HCl) en resultados de desempeño de limpieza, estadísticamente hablando.
- Al realizar el estudio comparativo respecto a los valores del porcentaje de la frecuencia del sonicador, se encuentra que todos los valores del porcentaje de las frecuencias usadas son estadísticamente iguales al igual que las concentraciones en % [p/p] de los compuestos químicos.
- En cuanto a la validez del análisis de varianza, este recae en tres supuestos que son cumplidos durante el análisis, los cuales corresponden a la normalidad, ya que más del 90 % de los puntos están distribuidos sobre una línea recta; varianza constante, debido a que los valores de los residuos se ubican aleatoriamente dentro de una banda horizontal e independencia, dado que se observa dispersión aleatoria de los valores del residuo en la banda.
- De los resultados obtenidos de los efectos principales de los factores de estudio, se destaca que el compuesto B (N aOH), es el que genera una mayor remoción de material en las muestras de membranas. Es posible que, de forma adicional a la remoción, se esté desgastando parte de los materiales que componen las membranas de ósmosis, lo cual puede ser considerado como un deterioro por agente químico.
- Respecto al porcentaje de la frecuencia del sonicador, los datos se encuentran muy cercanos al valor medio, por lo que no afectan directamente en los resultados. De igual manera, se destaca que una frecuencia del 34 % es la que mayor remoción de material produce en las muestras de membranas, mientras que un 30 % genera la menor.

El análisis completo, junto con las tablas e imágenes obtenidas respecto al análisis ANOVA en los resultados de la prueba de solubilidad química, se encuentran en el anexo C.2.

4.2.4.4.2. Inspección visual por medio de la microscopia óptica

Para poder identificar de manera visual el efecto de los distintos solventes sobre muestras de membrana descartadas del proceso de RO, modelo *SWC6 - LD*, se apoyó el estudio con un microscopio óptico (MLab, Microscopio Compacto Usb Led 0-500x Zoom) con un aumento de 200X.

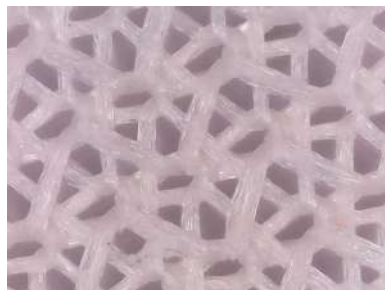
Con esta herramienta fue posible observar los distintos componentes de las membranas tratadas, tal como se puede observar en las figuras 4.33, 4.34, 4.35, 4.36, 4.37 y 4.38. Estas fueron elegidas, debido a que presentaban de manera preliminar (previo al análisis ANOVA)

el mayor porcentaje promedio de eliminación del ensuciamiento superficial. El detalle de esta información y a qué membranas corresponden se encuentra en el anexo C.1.

En la figura 4.33 se puede observar parte de los resultados de la membrana tratada con HCl , donde, a primera vista, pareciera tener una alta efectividad en la remoción del ensuciamiento, en particular en el espaciador interno, correspondiente a la figura 4.33.b. Eso si, las figuras asociadas a la membrana externa, 4.33.a, y a la membrana interna, 4.33.c, presentan manchas de color marrón, junto con otras menos notorias de color rosa; las cuales se pueden deber a que el ensuciamiento se impregnó en la membrana y el agente no fue capaz de eliminarlas por completo.



(a) Imagen superficial de membrana sucia sonicada con HCl , expuesta a la fase de concentrado salino.



(b) Imagen superficial del espaciador interno de una muestra de membrana sucia sonicada con HCl .

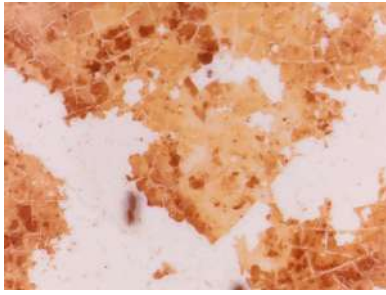


(c) Imagen superficial de la membrana interna de membrana sucia sonicada con HCl , que no está directamente expuesta a la fase de concentrado salino.

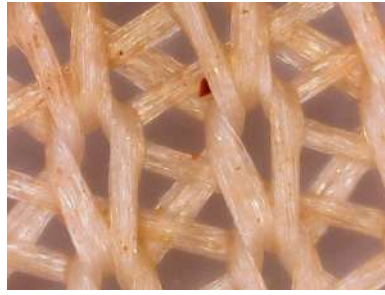
Figura 4.33: Imágenes de la inspección visual del microscopio óptico de muestras de membrana sucia sonicada con HCl , modelo $SWC6 - LD$.

En cuanto a la figura 4.34, se puede observar parte de los resultados de la membrana tratada con $NaOH$, donde es claro que el tratamiento no es efectivo, dado el calor del espaciador, correspondiente a la figura 4.34.b. Mientras que, la membrana externa, correspondiente a la figura 4.34.a, y la membrana interna, correspondiente a la figura 4.34.c, presentan zonas limpias, pero con otras grandes zonas con alta concentración de ensuciamiento de color café y café oscuro, parecidas a escamas y zonas quebradizas.

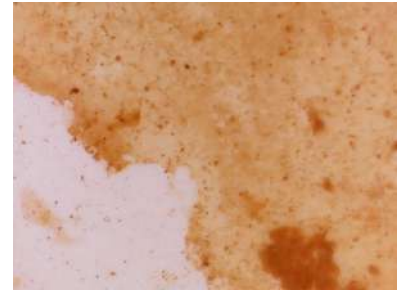
Esto se puede deber a dos probables causas no controlables dentro del proceso, donde se destaca que se podría haber realizado una mala etapa de limpieza o que la zona empleada en esta prueba tuviera tan alta concentración de incrustantes y ensuciamiento, que requiriera un mayor tratamiento.



(a) Imagen superficial de membrana sucia sonicada con $NaOH$, expuesta a la fase de concentrado salino.



(b) Imagen superficial del espaciador interno de una muestra de membrana sucia sonicada con $NaOH$.

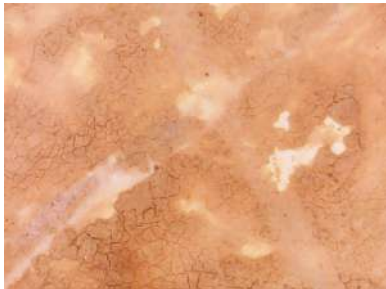


(c) Imagen superficial de la membrana interna de membrana sucia sonicada con $NaOH$, que no está directamente expuesta a la fase de concentrado salino.

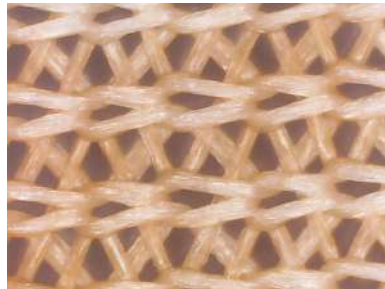
Figura 4.34: Imágenes de la inspección visual del microscopio óptico de muestras de membrana sucia sonicada con $NaOH$, modelo $SWC6 - LD$.

Respecto a la figura 4.35 se puede observar parte de los resultados de la membrana tratada con ácido acético, donde es claro que el tratamiento no fue efectivo, al igual que el realizado con $NaOH$.

En particular, el espaciador, presente en la figura 4.35.b, se encuentra teñido de color marrón con zonas de escamas, mientras que, tanto la membrana externa, correspondiente a la figura 4.35.a, como la membrana interna, correspondiente a la figura 4.35.c, no presentan zonas claras que indiquen la eliminación del ensuciamiento, y son más parecidas a las membranas sucias, presentes en la figura 4.16.



(a) Imagen superficial de membrana sucia sonicada con ácido acético, expuesta a la fase de concentrado salino.



(b) Imagen superficial del espaciador interno de una muestra de membrana sucia sonicada con ácido acético.



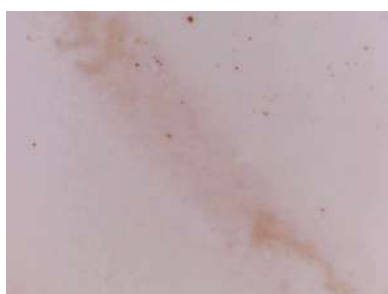
(c) Imagen superficial de la membrana interna de membrana sucia sonicada con ácido acético, que no está directamente expuesta a la fase de concentrado salino.

Figura 4.35: Imágenes de la inspección visual del microscopio óptico de muestras de membrana sucia sonicada con ácido acético, modelo $SWC6 - LD$.

Finalmente, al analizando los resultados obtenidos al tratar las membranas sucias con EDTA, ácido cítrico y surfactante, correspondientes a las figuras 4.36, 4.37 y 4.38 respectivamente; se observan resultados similares con una alta eficacia visual en la remoción del ensuciamiento de la membrana. Donde los espaciadores, correspondientes a las figuras 4.36.b del EDTA, 4.37.b del ácido cítrico y 4.38.b del surfactante, no presentan coloración manchas o restos de agentes ensuciantes.

En cuanto a las membranas, tanto las externas (correspondientes a las figuras 4.36.a del EDTA, 4.37.a del ácido cítrico y 4.38.a del surfactante) como las internas (correspondientes a las figuras 4.36.c del EDTA, 4.37.c del ácido cítrico y 4.38.c del surfactante) no presentan costras o manchas de color marrón, pero si presentan manchas de color rosa, las cuales se pueden deber a manchas de incrustantes que penetraron la membrana, debido a la presión ejercida del sistema que causó la compresión de los espaciadores en la membrana.

Cabe destacar que esta información es sólo preliminar respecto a lo que se puede ver en la superficie de las membranas tratadas, de modo que no es posible concluir de manera certera respecto a la efectividad de los tratamientos sólo con este resultado. Además, sólo se analizó una de las muestras de cada tratamiento sin certeza respecto a si correspondía o no a una muestra representativa. Por lo que, se consideran estos datos como información introductoria al análisis de las muestras, no corresponde a un resultado definitivo.



(a) Imagen superficial de membrana sucia sonicada con EDTA, expuesta a la fase de concentrado salino.



(b) Imagen superficial del espaciador interno de una muestra de membrana sucia sonicada con EDTA.

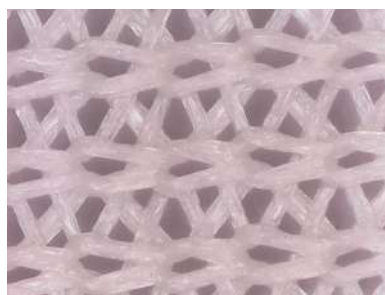


(c) Imagen superficial de la membrana interna de membrana sucia sonicada con EDTA, que no está directamente expuesta a la fase de concentrado salino.

Figura 4.36: Imágenes de la inspección visual del microscopio óptico de muestras de membrana sucia sonicada con EDTA, modelo *SWC6 - LD*.



(a) Imagen superficial de membrana sucia sonicada con ácido cítrico, expuesta a la fase de concentrado salino.



(b) Imagen superficial del espaciador interno de una muestra de membrana sucia sonicada con ácido cítrico.

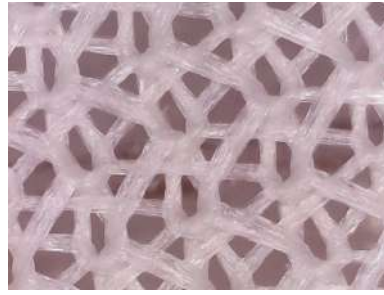


(c) Imagen superficial de la membrana interna de membrana sucia sonicada con ácido cítrico, que no está directamente expuesta a la fase de concentrado salino.

Figura 4.37: Imágenes de la inspección visual del microscopio óptico de muestras de membrana sucia sonicada con ácido cítrico, modelo *SWC6 - LD*.



(a) Imagen superficial de membrana sucia sonicada con surfactante, expuesta a la fase de concentrado salino.



(b) Imagen superficial del espaciador interno de una muestra de membrana sucia sonicada con surfactante.



(c) Imagen superficial de la membrana interna de membrana sucia sonicada con surfactante, que no está directamente expuesta a la fase de concentrado salino.

Figura 4.38: Imágenes de la inspección visual del microscopio óptico de muestras de membrana sucia sonicada con surfactante, modelo *SWC6 - LD*.

4.2.4.4.3. Técnicas analíticas: Imágenes de la prueba por medio de la técnica SEM/EDS

El análisis por medio de las técnicas de caracterización SEM/EDS, presentes en las figuras 4.39, 4.40, 4.47, 4.48, 4.41, 4.42, 4.43, 4.44, 4.49, 4.50, 4.45 y 4.46; se realizaron tanto para determinar la composición de la membrana luego del tratamiento químico, como para confirmar la diferencia en el grado de ensuciamiento en la superficie plana expuesta al fluido de trabajo y, a través de su estructura, correspondiente a la sección transversal de la membrana.

En la figura 4.39, 4.41, 4.43 y 4.45 se muestran los resultados respecto al análisis morfológico y elemental de la superficie de la membrana tratada con *HCl*, ácido acético, ácido cítrico y surfactante, respectivamente. En particular, se puede observar que la superficie de la membrana aún presenta el ensuciamiento e incrustaciones al igual que la membrana sucia, correspondiente a la figura 4.18. Donde, para las membranas tratadas con ácido acético y cítrico, presentan una extensa zonas de partículas de morfología irregular y gruesas; mientras que para el suftactante y *HCl* presentan zonas compactas y quebradizas. En cuanto al análisis elemental por medio de la técnica EDS, las concentraciones se encuentran de manera decrecientes como $O > Si > C > FeK > N > S > P > Al > Cl > Mg > Na$, $O > FeK > C > F > P > Si > Al > S > Ca > Na > Mg > K$, $O > Si > C > N > Al > FeK > S > F > K > Na > Mg > Ca > P$ y $O > Si > C > N > S > Al > F > Ca > Na > Cl > Mg > P$; para *HCl*, ácido acético, ácido cítrico y surfactante, respectivamente.

En cuanto a la figura 4.40, 4.42, 4.44 y 4.46 se muestran los resultados respecto al análisis morfológico y elemental de la parte lateral de la membrana tratada con *HCl*, ácido acético, ácido cítrico y surfactante, respectivamente. Donde, el resultado obtenido por medio de la técnica SEM permite determinar que el ensuciamiento, con el tiempo, creó una capa gruesa encima de la capa de poliamida para las membranas tratadas con *HCl*, ácido acético, ácido cítrico y surfactante, aunque para el último de estos compuestos la imagen no es clara. Además, las membranas tratadas con *HCl* y ácido cítrico presentan capas compactas de ensuciamiento, mientras que la tratada con ácido acético presenta zonas irregulares, cristalinas y amorfas.

Por último, los resultados obtenidos por medio de la técnica EDS determinaron que las concentraciones elementales se encuentran de manera decrecientes como $C > O > Si > FeK > P > N > Ca > Al > F > Cl > S > Na > Mg$, $O > C > FeK > F > P > Si > N > Al > S > Ca > K > Na > Mg > Cl$, $O > Si > C > N > Al > S > F > FeK > Na > Ca > Mg > K > P > Cl$ y $C > O > N > Si > S > Ca > F > FeK > Al > Na$; para *HCl*, ácido acético, ácido cítrico y surfactante, respectivamente.

En consideración a los resultados previamente descritos respecto a las membranas tratadas con *HCl*, ácido acético, ácido cítrico y surfactante, se deduce que estos compuestos por separado no permiten eliminar el contenido de ensuciamiento e incrustantes de la membrana, por lo que se debe buscar otras alternativas para tratarlas, por ejemplo, realizar el tratamiento con más de un agente químico.

A pesar de ello, en bibliografía se ha descrito que el *HCl* se ha considerado como uno de los agentes eficientes en la remoción de ensuciamiento inorgánico en membranas, además de ser económicamente viable [85]. En cuanto a los ácidos, se ha descrito que la limpieza con este compuesto es eficaz en la eliminación de sales precipitadas (escamas) de la superficie de la membrana y de los poros [86]. Finalmente, respecto al surfactante, este posee propiedades hidrofílicas e hidrofóbicas [86], por lo que, es probable que, debido a la naturaleza heterogénea del ensuciamientos sólo eliminan el menor porcentaje de éste.

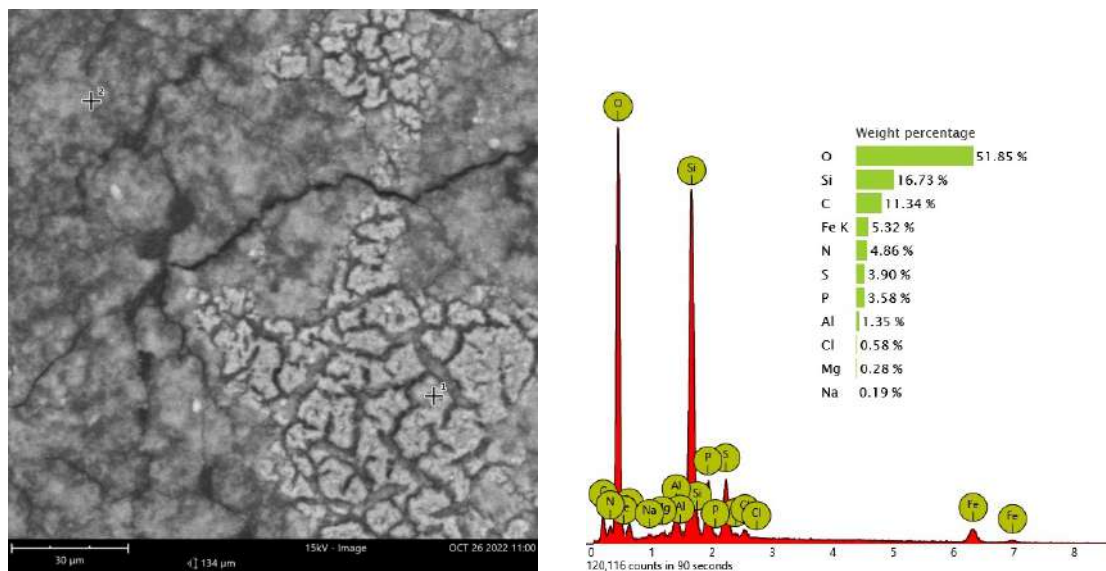


Figura 4.39: Resultados respecto al análisis SEM/EDS de muestras de membrana, modelo *SWC6 - LD* sonicada con *HCl*. Los resultados corresponden a una imagen superficial por medio de la técnica SEM (izquierda), y la información obtenida de la técnica EDS (derecha) de una zona con alta concentración de ensuciamiento.

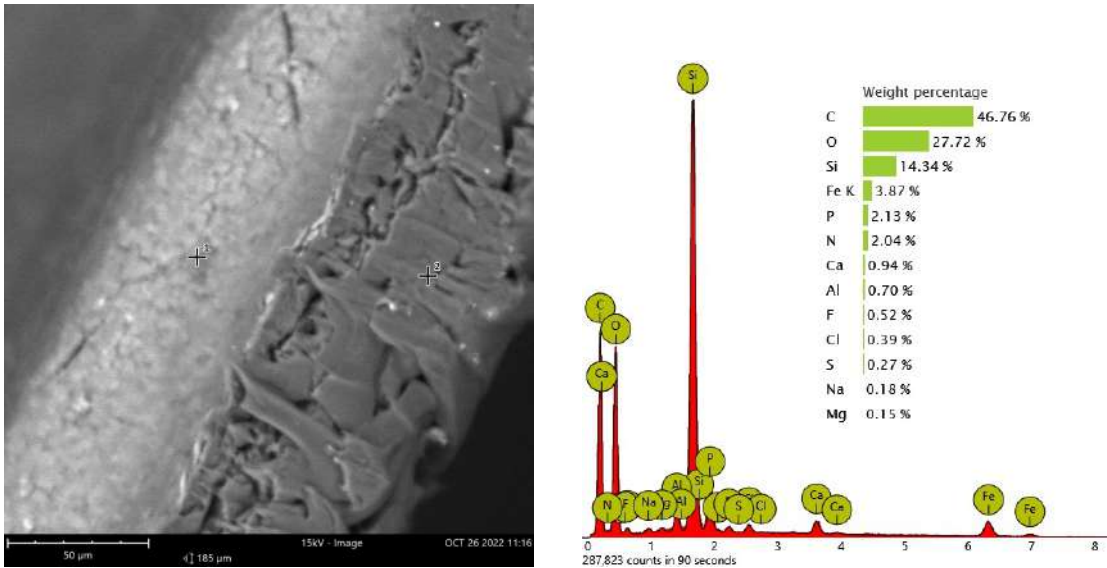


Figura 4.40: Resultados respecto al análisis SEM/EDS de muestras de membrana, modelo *SWC6 - LD* sonicada con *HCl*. Los resultados corresponden a una imagen lateral por medio de la técnica SEM (izquierda), y la información obtenida de la técnica EDS (derecha) de una zona con alta concentración de ensuciamiento.

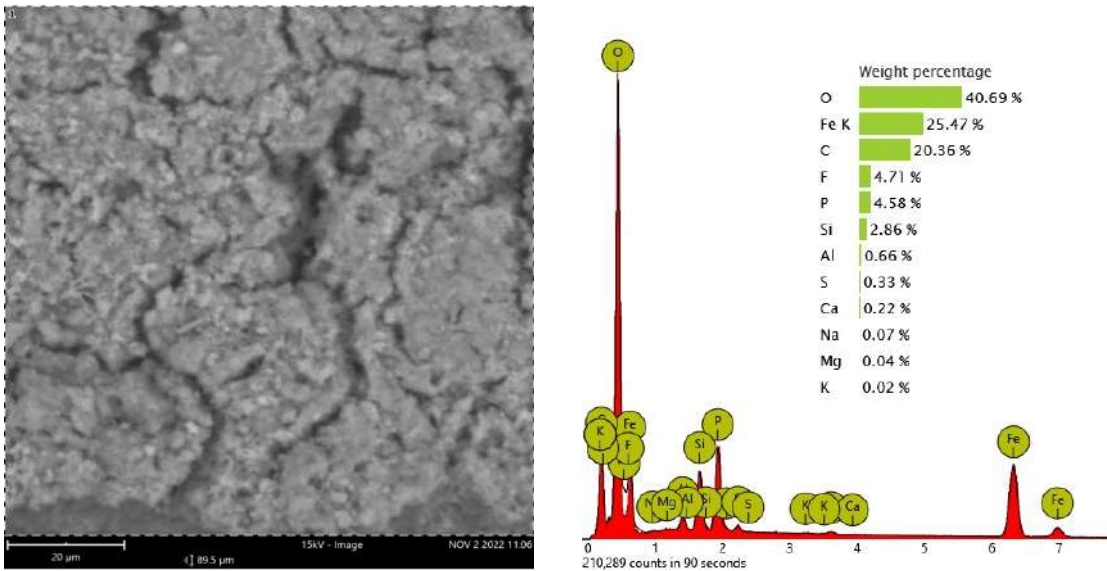


Figura 4.41: Resultados respecto al análisis SEM/EDS de muestras de membrana, modelo *SWC6 - LD* sonicada con ácido acético. Los resultados corresponden a una imagen superficial por medio de la técnica SEM (izquierda), y la información obtenida de la técnica EDS (derecha) de una zona con alta concentración de ensuciamiento.

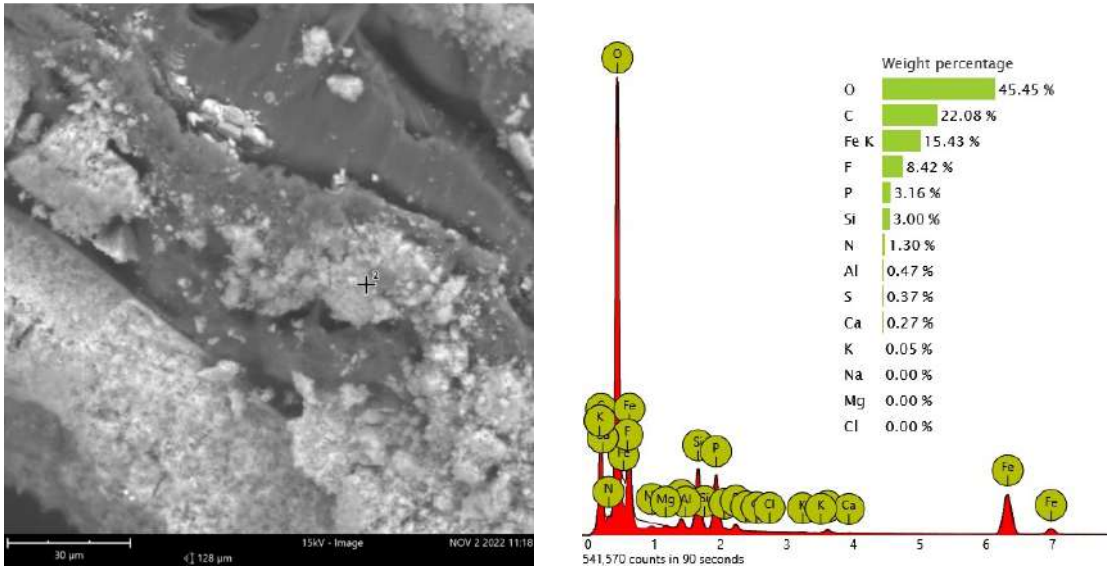


Figura 4.42: Resultados respecto al análisis SEM/EDS de muestras de membrana, modelo *SWC6 - LD* sonicada con ácido acético. Los resultados corresponden a una imagen lateral por medio de la técnica SEM (izquierda), y la información obtenida de la técnica EDS (derecha) de una zona con alta concentración de ensuciamiento.

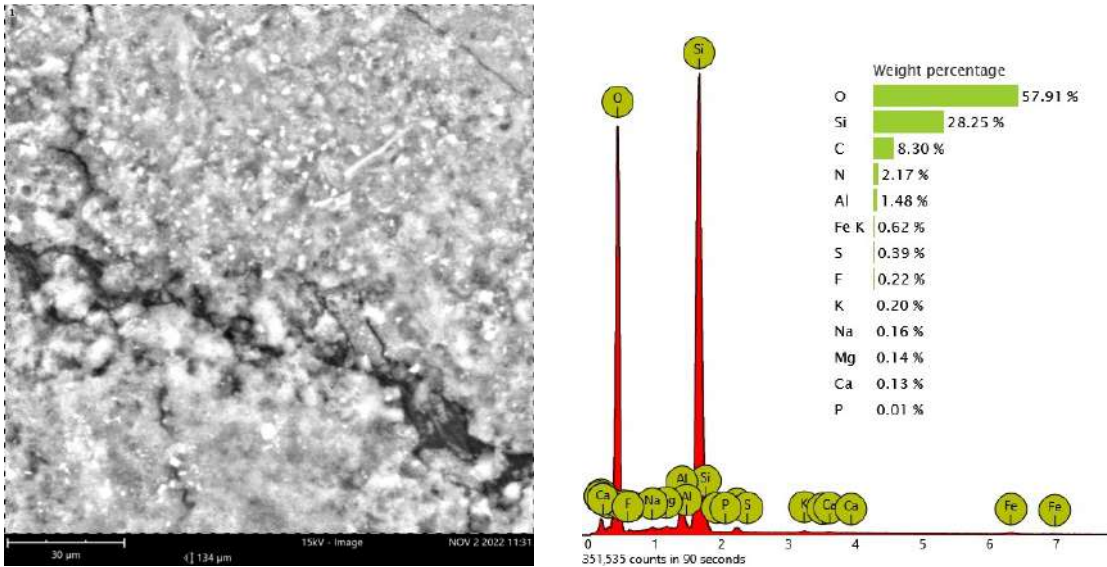


Figura 4.43: Resultados respecto al análisis SEM/EDS de muestras de membrana, modelo *SWC6 - LD* sonicada con ácido cítrico. Los resultados corresponden a una imagen superficial por medio de la técnica SEM (izquierda), y la información obtenida de la técnica EDS (derecha) de una zona con alta concentración de ensuciamiento.

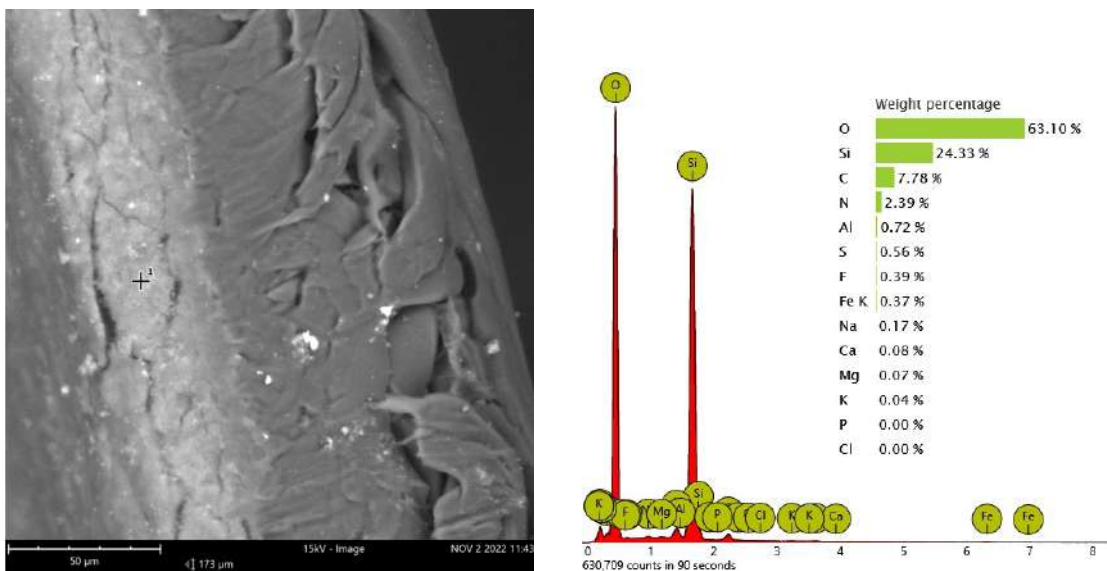


Figura 4.44: Resultados respecto al análisis SEM/EDS de muestras de membrana, modelo *SWC6 - LD* sonicada con ácido cítrico. Los resultados corresponden a una imagen lateral por medio de la técnica SEM (izquierda), y la información obtenida de la técnica EDS (derecha) de una zona con alta concentración de ensuciamiento.

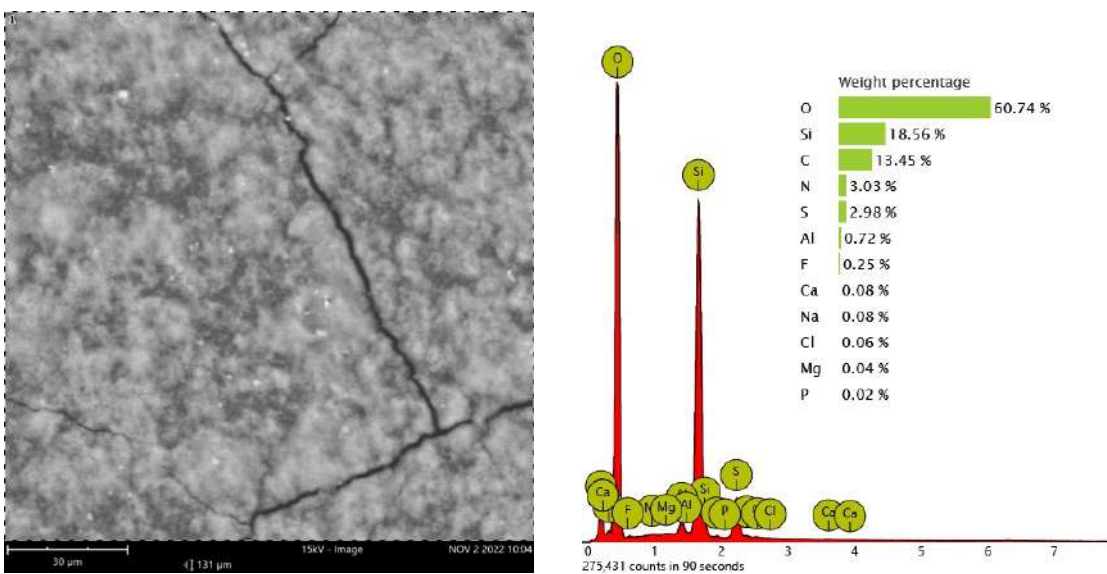


Figura 4.45: Resultados respecto al análisis SEM/EDS de muestras de membrana, modelo *SWC6 - LD* sonicada con surfactante. Los resultados corresponden a una imagen superficial por medio de la técnica SEM (izquierda), y la información obtenida de la técnica EDS (derecha) de una zona con alta concentración de ensuciamiento.

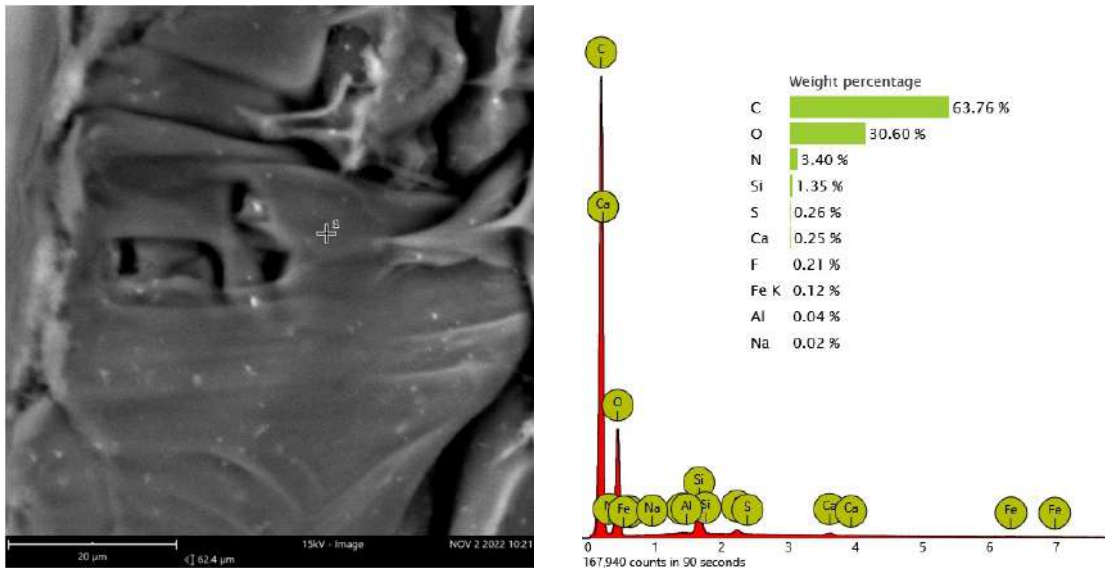


Figura 4.46: Resultados respecto al análisis SEM/EDS de muestras de membrana, modelo *SWC6 - LD* sonicada con surfactante. Los resultados corresponden a una imagen lateral por medio de la técnica SEM (izquierda), y la información obtenida de la técnica EDS (derecha) de una zona con alta concentración de ensuciamiento.

Respecto a los resultados obtenidos para las membranas tratadas con *NaOH* y EDTA, correspondientes a las figuras 4.47 y 4.49; se observan zonas fibrosas, posiblemente correspondiente a la capa de poliamida, junto con zonas que presentan estructuras sólidas asociadas al ensuciamiento, donde para la membrana tratada con *NaOH* las zonas de ensuciamiento son más extensas y claras que de la membrana tratada con EDTA. El análisis elemental de esta sección por medio de la técnica EDS determinó que las concentraciones se encuentran de manera decrecientes como $O > C > FeK > F > Si > S > Ca > Na > Mg > Al > Cl > P$ y $C > O > N > Si > S > F > Al > Na > Mg$ para *NaOH* y EDTA, respectivamente.

Finalmente, en cuanto a las figuras 4.48 y 4.50, se presenta el análisis de la zona lateral para las membranas tratadas con *NaOH* y EDTA, respectivamente; donde el resultado obtenido por medio de la técnica SEM permite determinar que encima de la capa de poliamida se presentan zonas con altas concentraciones de ensuciamiento, pero de menor espesor en comparación a los resultados obtenidos para *HCl*, ácido acético, ácido cítrico y surfactante. Además, por medio de la técnica EDS se determinó que las concentraciones se encuentran de manera decrecientes como $C > O > Si > FeK > P > N > Ca > Al > F > Cl > S > Na > Mg$ y $C > O > N > Si > S > F > Al > Na > Mg$ para *NaOH* y EDTA, respectivamente.

Con esta información es posible deducir que los tratamientos realizados con EDTA y *NaOH* fueron más eficaces que los previamente descritos, pero que no permiten eliminarlo totalmente. Esto se puede deber a que, como se ha descrito en bibliografía, el *NaOH*, correspondiente al una solución alcalina, limpia la membrana de la suciedad orgánica por hidrólisis y solubilización de los compuestos [86]; mientras que el EDTA, correspondiente a un agente quelante de metales, elimina los cationes divalentes de las moléculas orgánicas complejas y mejora la limpieza de la membrana sucia [87]. Eso si, no se puede saber con certeza que tan destructivos y/o abrasivos pueden ser para la membrana.

Además, recopilando el análisis de resultados obtenido por medio de las técnicas SEM/EDS y bibliografía, es posible identificar que la mayoría del ensuciamiento se encuentra compuesto por elementos orgánicos y en menor medida a compuestos inorgánicos.

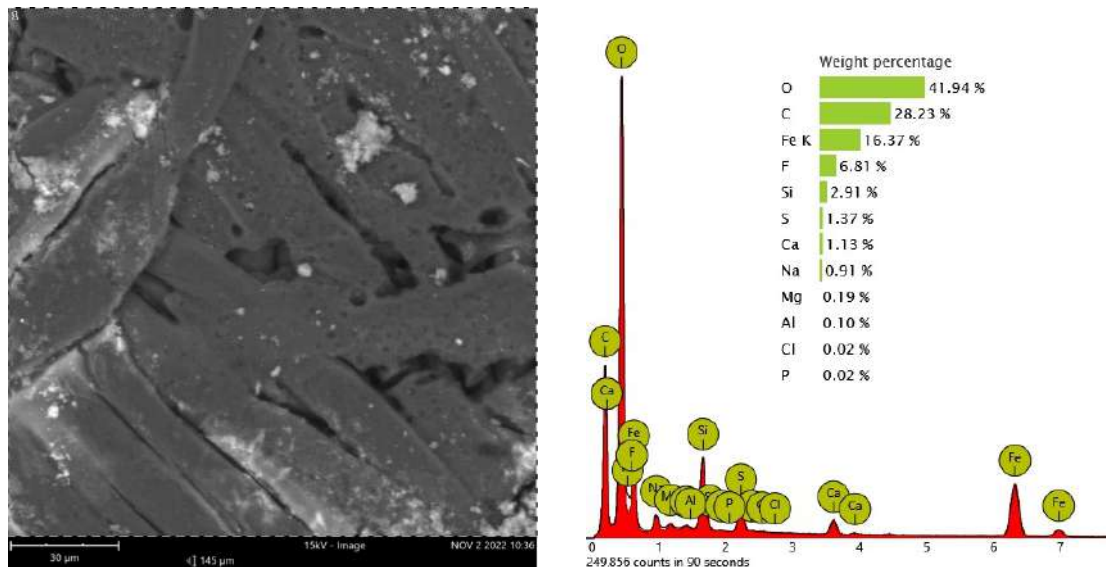


Figura 4.47: Resultados respecto al análisis SEM/EDS de muestras de membrana, modelo *SWC6 - LD* sonicada con *NaOH*. Los resultados corresponden a una imagen superficial por medio de la técnica SEM (izquierda), y la información obtenida de la técnica EDS (derecha) de una zona con alta concentración de ensuciamiento.

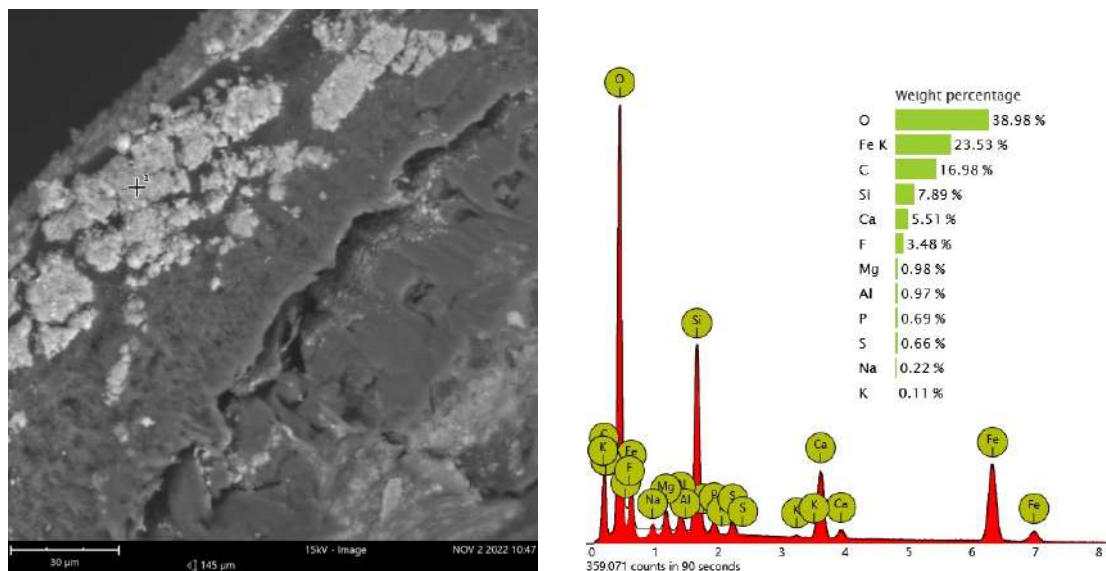


Figura 4.48: Resultados respecto al análisis SEM/EDS de muestras de membrana, modelo *SWC6 - LD* sonicada con *NaOH*. Los resultados corresponden a una imagen lateral por medio de la técnica SEM (izquierda), y la información obtenida de la técnica EDS (derecha) de una zona con alta concentración de ensuciamiento.

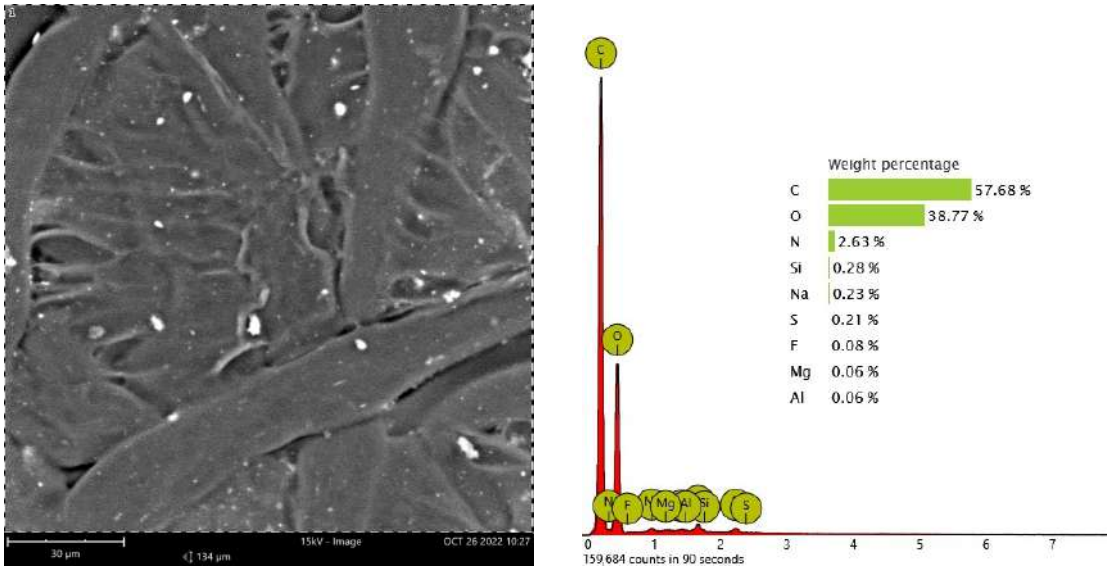


Figura 4.49: Resultados respecto al análisis SEM/EDS de muestras de membrana, modelo *SWC6 - LD* sonicada con EDTA. Los resultados corresponden a una imagen superficial por medio de la técnica SEM (izquierda), y la información obtenida de la técnica EDS (derecha) de una zona con alta concentración de ensuciamiento.

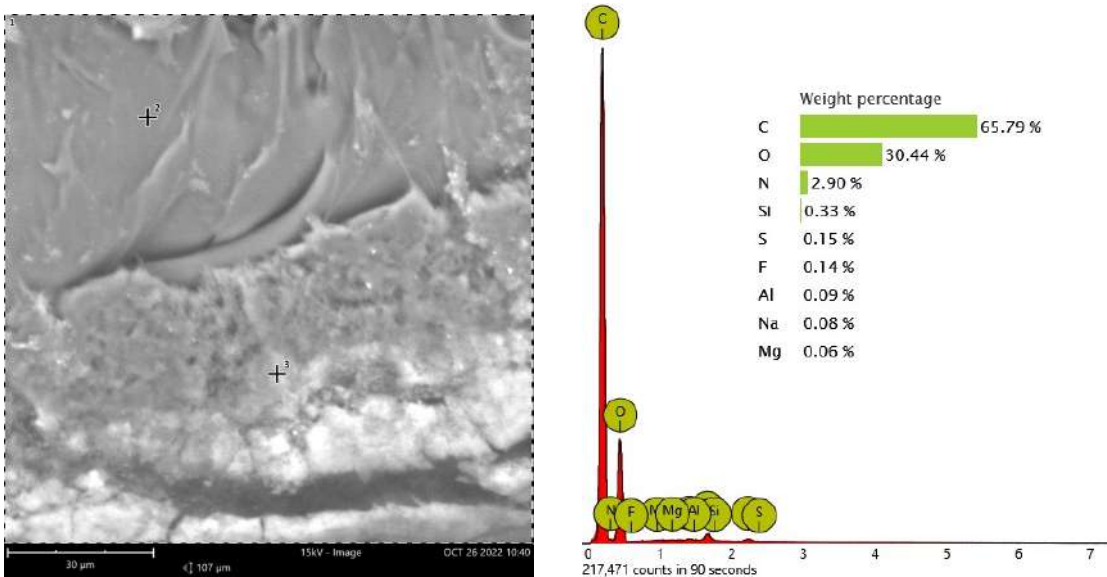


Figura 4.50: Resultados respecto al análisis SEM/EDS de muestras de membrana, modelo *SWC6 - LD* sonicada con EDTA. Los resultados corresponden a una imagen lateral por medio de la técnica SEM (izquierda), y la información obtenida de la técnica EDS (derecha) de una zona con alta concentración de ensuciamiento.

4.2.4.4.4. Técnicas analíticas: Comparación de la composición por medio de la técnica SEM/EDS

Para realizar un análisis mejor fundamentado respecto a la capacidad que posee cada uno de los agentes químicos para eliminar el ensuciamiento de la membrana, se optó por comparar los resultados obtenidos del análisis SEM/EDS y determinar la pérdida de masa, donde los valores bajo 0 se consideran sin remoción del compuesto, mientras que los valores 1 se consideran como remoción total del compuestos. El detalle respecto al procedimiento empleado para la obtención de estos resultados se presenta en el anexo C.3.

En la tabla 4.18 se puede observar la comparación de la pérdida de masa superficial para las distintas membranas tratadas, donde los compuestos EDTA y *NaOH* son los que eliminar la mayor cantidad de compuestos ensuciantes, a excepción del sodio. Mientras que los compuestos *HCl*, surfactante, ácido acético y cítrico son deficientes en la eliminación de los elementos ensuciantes de la membrana, en particular el silicio y sodio.

En cuanto a la tabla 4.19, esta presenta la pérdida de masa de la zona lateral interna (correspondiente a la zona no expuesta al flujo directo de tratamiento del sistema de RO) para las distintas membranas tratadas, donde todos los compuestos presentan una alta efectividad de eliminación de los agentes ensuciantes, a excepción del EDTA, *HCl* y ácido cítrico, que no son capaces de eliminar el sodio. Esto se puede deber a que el ensuciamiento no logra penetrar en altas concentraciones la membrana, por lo que los distintos compuestos empleados de la limpieza son capaces de eliminar los agentes ensuciantes.

Finalmente, respecto a la tabla 4.20 correspondiente a la comparación de la pérdida de masa de la zona lateral externa (correspondiente a la zona expuesta al flujo directo de tratamiento del sistema de RO) para las distintas membranas tratadas, se puede observar la baja eficiencia de los distintos compuestos empleados para eliminar el ensuciamiento. Se destaca que el compuesto más eficaz en la eliminación de compuestos corresponde al EDTA, el menos capaz corresponde al *NaOH* y el elemento más difícil de eliminar corresponde al sodio. Esta mayor dificultad se puede deber a que, al menos en la superficie de la membrana expuesta al flujo a tratar, el ensuciamiento e incrustantes se encuentra fuertemente impregnado en la membrana, por lo que lo vuelve difícil de eliminar con el tipo de tratamiento realizado.

Tabla 4.18: Comparación respecto a la variación de la composición superficial del SEM/EDX de las distintas membranas. En rojo se presentan compuestos que no se presentan en la membrana sucia y en azul, aquellos pertenecientes a la membrana virgen.

| Número Elemento | Símbolo Elemento | Nombre Elemento | Pérdida de masa superficial | | | | | |
|-----------------|------------------|-----------------|-----------------------------|-------|-------------|-------|---------|-----------|
| | | | Tipo de Membrana | | | | | |
| | | | EDTA | HCl | Surfactante | NaOH | H. Acét | H. Cítric |
| 8 | O | Oxígeno | - | - | - | - | - | - |
| 6 | C | Carbono | - | - | - | - | - | - |
| 26 | Fe K | Hierro | 1,00 | 0,70 | 0,98 | 0,85 | -3,44 | 0,97 |
| 14 | Si | Silicio | 0,97 | -1,00 | -1,67 | 0,92 | 0,91 | -2,37 |
| 20 | Ca | Calcio | 1,00 | 1,00 | 0,99 | 0,94 | 0,90 | 0,96 |
| 15 | P | Fósforo | 1,00 | -0,41 | 1,00 | 0,99 | 0,41 | 1,00 |
| 13 | Al | Aluminio | 0,97 | 0,33 | 0,63 | 0,91 | 0,89 | 0,26 |
| 12 | Mg | Magnesio | 0,93 | 0,69 | 0,96 | 0,87 | 1,00 | 0,84 |
| 16 | S | Azufre | - | - | - | - | - | - |
| 19 | K | Potasio | 1,00 | 1,00 | 1,00 | 0,94 | 0,81 | 0,35 |
| 11 | Na | Sodio | -0,92 | -0,58 | -0,25 | -0,75 | 0,67 | -0,33 |
| 7 | N | Nitrógeno | - | - | - | - | - | - |
| 9 | F | Flúor | - | - | - | - | - | - |
| 17 | Cl | Cloro | - | - | - | - | - | - |

Tabla 4.19: Comparación respecto a la variación de la composición de la parte lateral interna del SEM/EDX de las distintas membranas. En azul se presentan aquellos compuestos pertenecientes a la membrana virgen.

| Número Elemento | Símbolo Elemento | Nombre Elemento | Pérdida de masa - zona lateral interna | | | | | |
|-----------------|------------------|-----------------|--|-------|-------------|------|---------|-----------|
| | | | Tipo de Membrana | | | | | |
| | | | EDTA | HCl | Surfactante | NaOH | H. Acét | H. Cítric |
| 8 | O | Oxígeno | - | - | - | - | - | - |
| 6 | C | Carbono | - | - | - | - | - | - |
| 14 | Si | Silicio | 0,96 | 0,90 | 0,82 | 0,95 | 0,99 | 0,20 |
| 26 | Fe K | Hierro | 1,00 | 0,95 | 0,98 | 1,00 | 0,84 | 0,96 |
| 9 | F | Flúor | 0,93 | 0,98 | 0,90 | 0,54 | 0,57 | 0,90 |
| 20 | Ca | Calcio | 1,00 | 0,97 | 0,87 | 0,85 | 1,00 | 1,00 |
| 15 | P | Fósforo | 1,00 | 0,89 | 1,00 | 0,99 | 0,96 | 1,00 |
| 13 | Al | Aluminio | 0,90 | 0,92 | 0,96 | 0,92 | 1,00 | 0,64 |
| 12 | Mg | Magnesio | 0,86 | 0,86 | 1,00 | 0,86 | 1,00 | 0,81 |
| 19 | K | Potasio | 1,00 | 1,00 | 1,00 | 1,00 | 1,00 | 1,00 |
| 16 | S | Azufre | - | - | - | - | - | - |
| 17 | Cl | Cloro | 1,00 | 0,67 | 1,00 | 1,00 | 1,00 | 1,00 |
| 7 | N | Nitrógeno | - | - | - | - | - | - |
| 11 | Na | Sodio | -0,60 | -0,20 | 0,60 | 0,00 | 1,00 | -0,80 |

Tabla 4.20: Comparación respecto a la variación de la composición de la parte lateral externa del SEM/EDX de las distintas membranas. En azul se presentan aquellos compuestos pertenecientes a la membrana virgen.

| Número Elemento | Símbolo Elemento | Nombre Elemento | Pérdida de masa - zona lateral externa | | | | | |
|-----------------|------------------|-----------------|--|-------|-------------|-------|---------|-----------|
| | | | Tipo de Membrana | | | | | |
| | | | EDTA | HCl | Surfactante | NaOH | H. Acét | H. Cítric |
| 8 | O | Oxígeno | - | - | - | - | - | - |
| 6 | C | Carbono | - | - | - | - | - | - |
| 14 | Si | Silicio | 0,82 | 0,17 | -0,36 | 0,54 | 0,95 | -0,42 |
| 26 | Fe K | Hierro | 1,00 | 0,76 | 0,99 | -0,48 | -0,27 | 0,98 |
| 16 | S | Azufre | - | - | - | - | - | - |
| 20 | Ca | Calcio | 1,00 | 0,67 | 0,98 | -0,96 | 0,91 | 0,97 |
| 9 | F | Flúor | 0,91 | 0,59 | 0,91 | -1,74 | -4,94 | 0,69 |
| 13 | Al | Aluminio | 0,88 | 0,61 | 1,00 | 0,46 | 0,90 | 0,60 |
| 15 | P | Fósforo | 1,00 | -0,20 | 0,98 | 1,00 | -1,90 | 1,00 |
| 12 | Mg | Magnesio | 1,00 | 0,72 | 0,91 | -0,81 | 0,87 | 0,87 |
| 19 | K | Potasio | 1,00 | 1,00 | 1,00 | 0,63 | 0,90 | 0,87 |
| 11 | Na | Sodio | -1,00 | -1,00 | -0,22 | -1,44 | 0,44 | -0,89 |
| 17 | Cl | Cloro | 1,00 | -2,25 | 1,00 | 1,00 | 1,00 | 1,00 |
| 7 | N | Nitrógeno | - | - | - | - | - | - |

Cabe mencionar que los parámetros empleados corresponden al porcentaje de la concentración másica en zonas específicas de la muestra, por lo que este valor depende de la zona analizada, de la resolución de la técnica EDS y la homogeneidad de la muestra. Es por esta razón que se recomienda realizar esta prueba y comparación varias veces, para obtener un análisis significativo para toda la muestra.

4.2.4.4.5. Técnicas analíticas: Prueba por medio de la técnica TGA con medio aire

Para estimar las fracciones orgánicas e inorgánicas que componen las membranas luego de ser tratadas con distintos solventes, se pueden determinar por medio de los termogramas de descomposición de la técnica TGA. Donde los termogramas que se muestran en las figuras 4.51, 4.52, 4.53, 4.54, 4.55, 4.56 y 4.57; describen procesos de descomposición térmica con la formación de productos de reacción volátiles y la generación de pasos térmicos en la degradación. Cabe mencionar que la figura 4.51 corresponde a la membrana sucia analizada hasta los 800 [°C], el resto de condiciones empleadas anteriormente (con las cuales se obtuvo la figura 4.27 de la membrana sucia) se mantienen, correspondientes a una velocidad de calentamiento de 10 [°C/min] y un caudal de 250 [mL/min].

En cuanto a las regiones de descomposición, estas se pueden atribuir claramente a dos zonas [74], [75], primero una zona desde 340 [°C] hasta 550 [°C], asociada a la descomposición de compuestos aromáticos estables y la segunda desde 450 [°C] hasta 550 [°C], donde corre la escisión de las cadenas carbonadas de la columna vertebral de las membranas.

Los resultados obtenidos para las muestras de membranas tratadas con los distintos solventes muestran 3 regiones o pasos de pérdida de masa, que se pueden clasificar como una descomposición multietapa. Eso si, para el caso de la membrana tratada con surfactante,

correspondiente a la figura 4.57, presenta un paso adicional, pero que se clasifica de igual manera a una descomposición multietapa. En ella se reducirá el consumo de toda la materia orgánica tanto de la membrana de RO como de los componentes orgánicos que puedan estar presentes en las capas de incrustaciones. Este tipo de resultado se puede deber al exceso de material orgánica presente en las capas de incrustantes, el cual puede corresponder a proteínas, polisacáridos, restos de material antiincrustante y sustancias extracelulares.

De los resultados de la masa residual presentes en la tabla 4.21, se obtiene que los valores se encuentran en un rango entre 2% y 10,5%, que corresponde a óxidos metálicos y sales no oxidables como ceniza. Se destaca que la membrana tratada con surfactante presenta el menor porcentaje de masa residual, mientras que la tratada con ácido acético presenta la mayor. Por lo que, al comparar estos resultados con los obtenidos de la membrana sucia, los agentes pueden afectar en el ensuciamiento superficial y su posterior descomposición de manera tanto positiva como negativa.

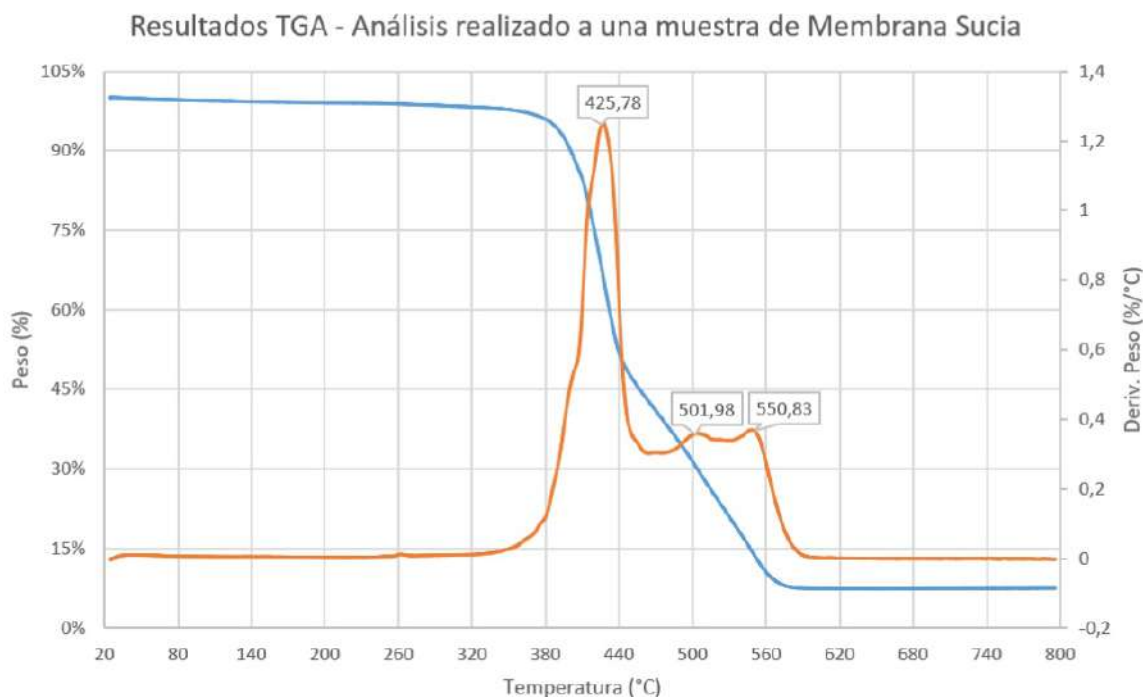


Figura 4.51: Análisis de las curvas termogravimétricas, TGA, de una muestra de membrana sucia del proceso de RO, modelo *SWC6 - LD*, bajo atmósfera de aire.

Resultados TGA - Prueba de solubilidad de la membrana con HCl

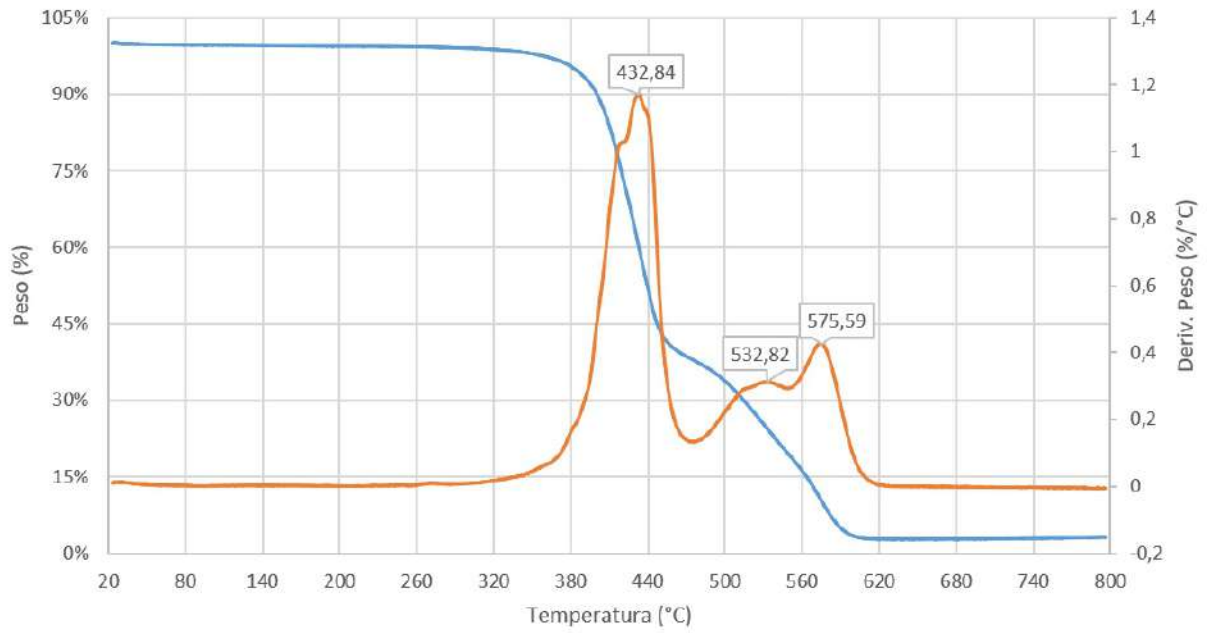


Figura 4.52: Análisis de las curvas termogravimétricas, TGA, de una muestra de membrana sucia sonicada con HCl , bajo atmósfera de aire.

Resultados TGA - Prueba de solubilidad de la membrana con NaOH

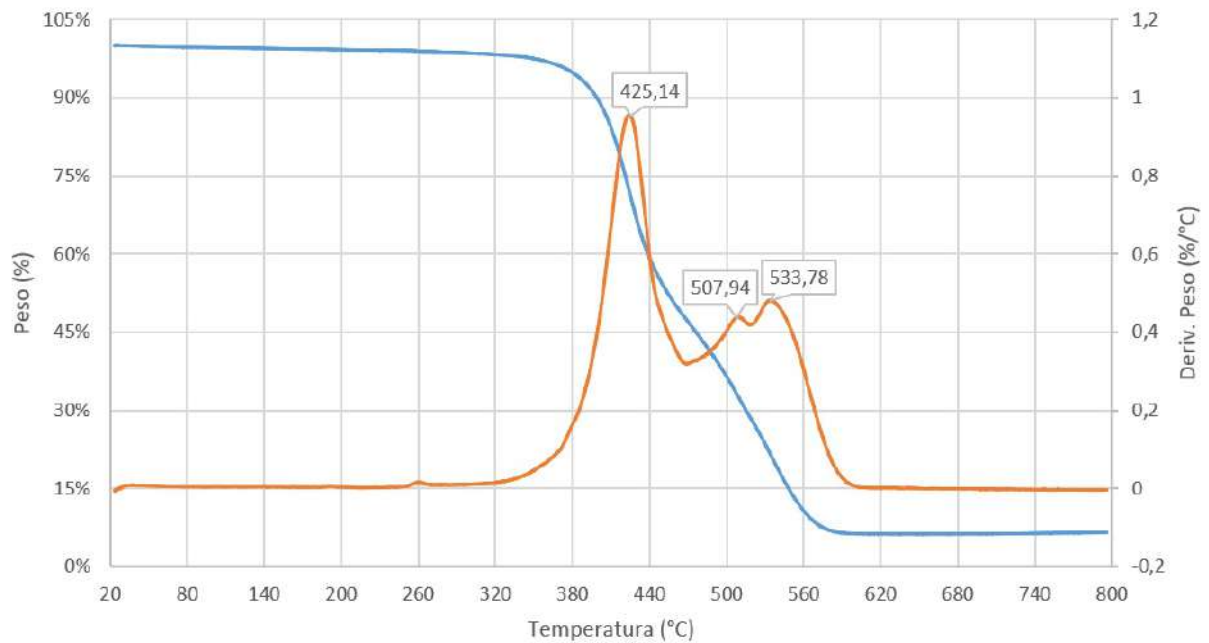


Figura 4.53: Análisis de las curvas termogravimétricas, TGA, de una muestra de membrana sucia sonicada con $NaOH$, bajo atmósfera de aire.

Resultados TGA - Prueba de solubilidad de la membrana con Ác. Acético

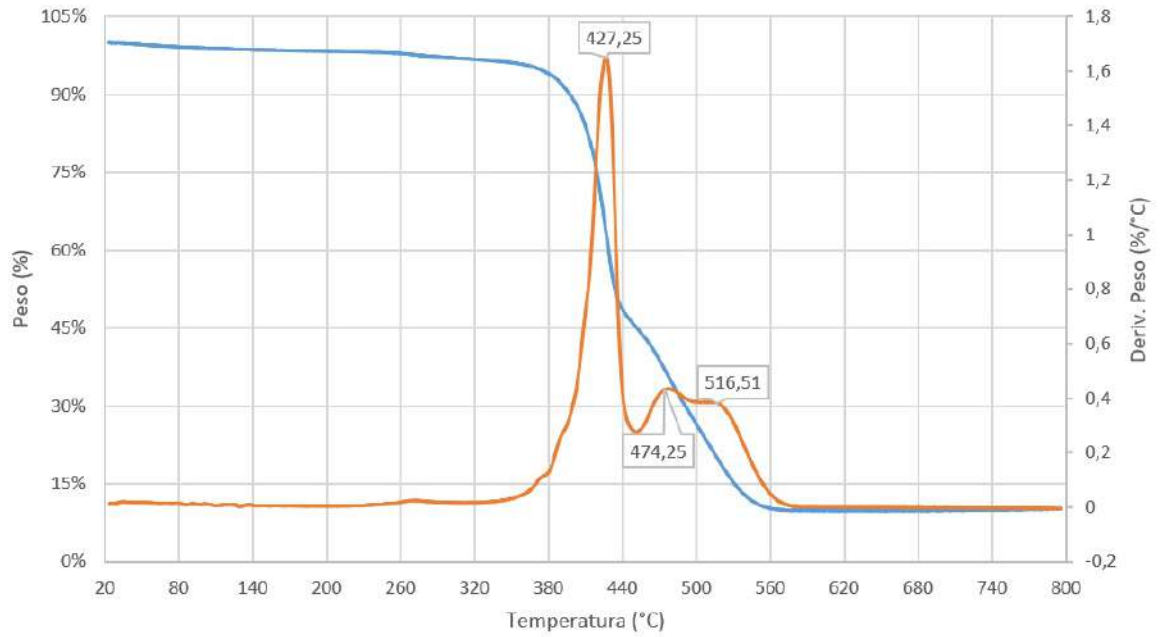


Figura 4.54: Análisis de las curvas termogravimétricas, TGA, de una muestra de membrana sucia sonicada con ácido acético, bajo atmósfera de aire.

Resultados TGA - Prueba de solubilidad de la membrana con EDTA

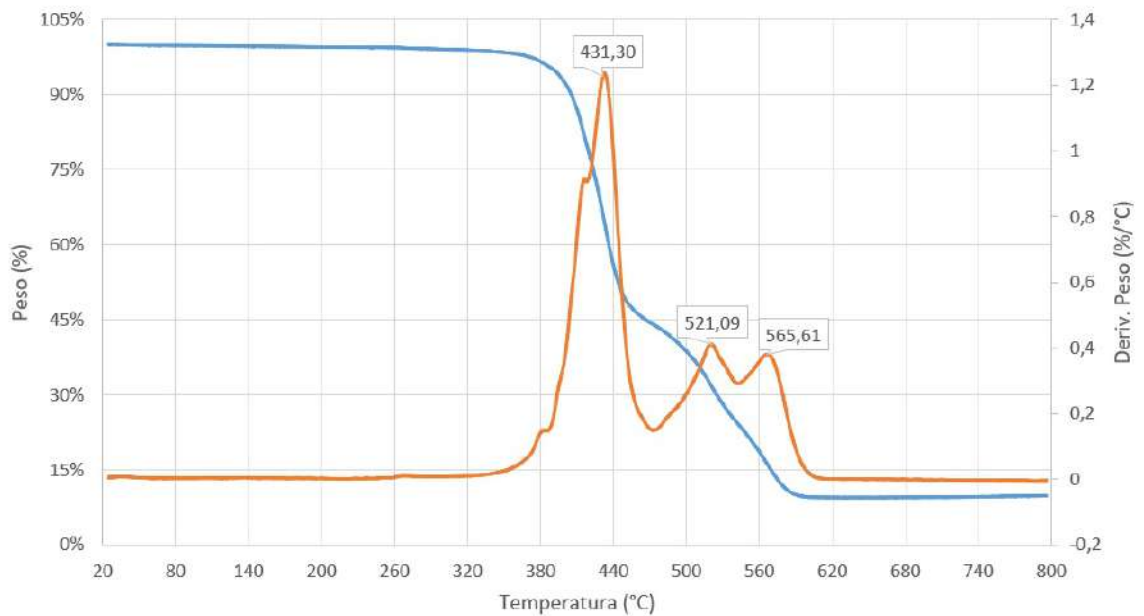


Figura 4.55: Análisis de las curvas termogravimétricas, TGA, de una muestra de membrana sucia sonicada con EDTA, bajo atmósfera de aire.

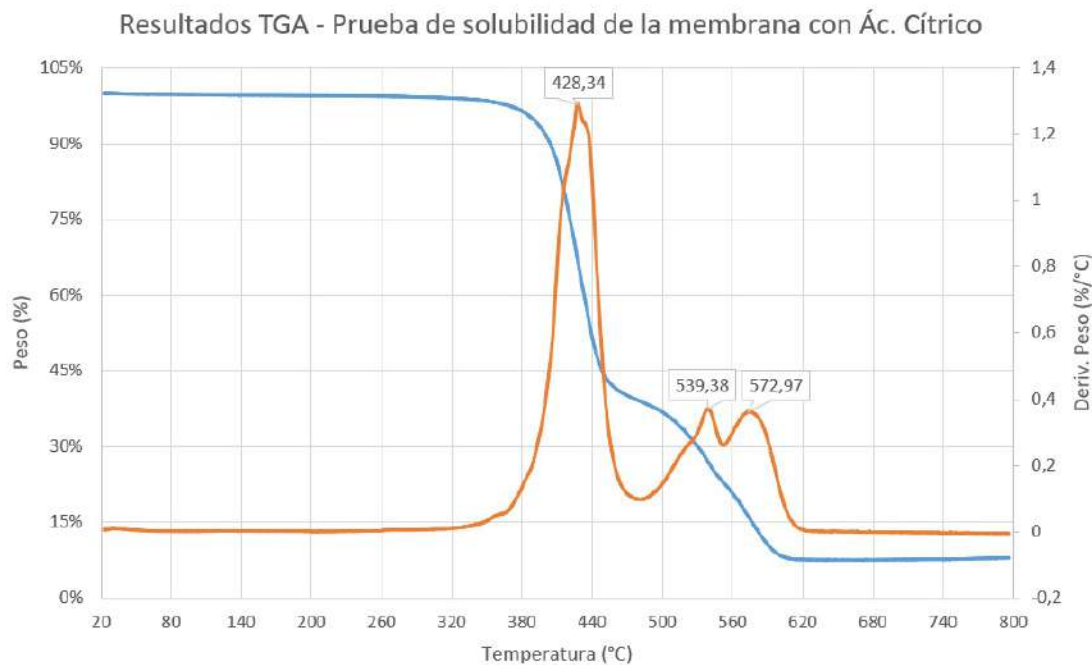


Figura 4.56: Análisis de las curvas termogravimétricas, TGA, de una muestra de membrana sucia sonicada con ácido cítrico, bajo atmósfera de aire.

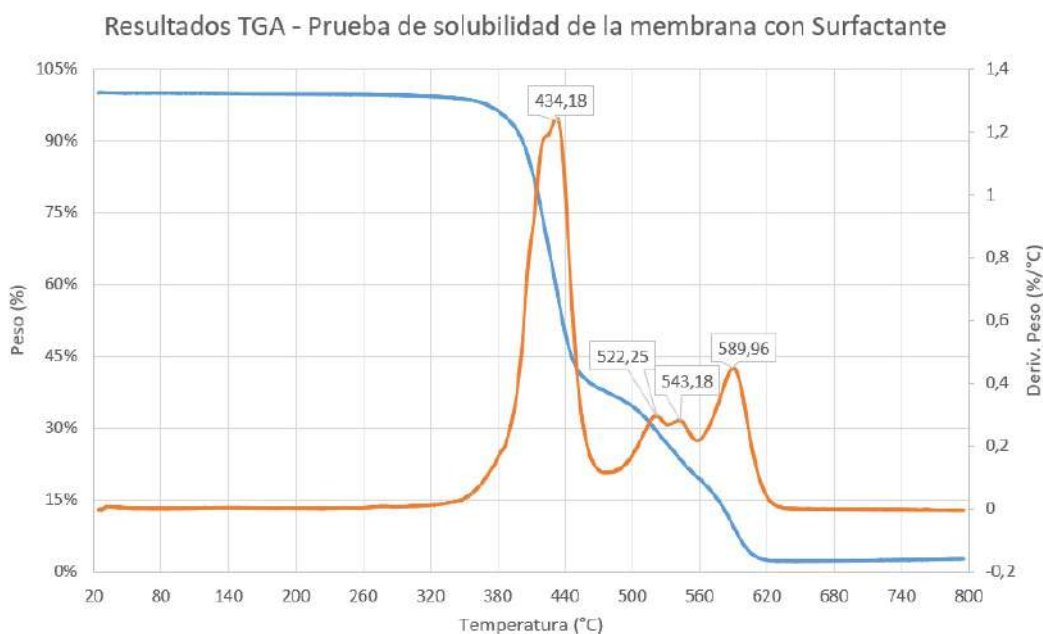


Figura 4.57: Análisis de las curvas termogravimétricas, TGA, de una muestra de membrana sucia sonicada con surfactante, bajo atmósfera de aire.

Respecto a los valores de temperatura (T_0 , $T_{5\%}$, $T_{30\%}$ y $T_{50\%}$) presentes en la tabla 4.21, estas presentan una cierta tendencia a una temperatura promedio, a excepción de $T_{50\%}$. En el caso particular del $NaOH$, éste presenta una temperatura alejada del promedio, lo cual se puede deber a la alteración de la composición de la superficie de la membrana o a la presencia de este compuesto. De igual manera se ve reflejado este efecto en los valores de

las temperaturas máximas de descomposición, donde sólo $T_{Descomposicion\ maxima,1}$ presenta una cierta tendencia a una temperatura promedio, las otras dos fluctúan dependiendo del agente químico.

En cuanto al valor de $T_{indice\ de\ resistencia\ al\ calor}$ [°C], presente en la tabla 4.15, ha sido reportado a 210,2 [°C] [53], mientras que los valores obtenidos para las membranas en este trabajo son menores a este valor, difiriendo en un 12 % aproximadamente. Por lo tanto, existe un efecto significativo del tratamiento realizado a las capas de ensuciamiento superficial que afecta este parámetro. Esto se puede deber a posibles cambios en la composición del ensuciamiento o a la presencia del mismo agente en la membrana.

Tabla 4.21: Información sobre las características térmicas de los termogramas de las membranas tratadas con distintos solventes. Se presenta la temperatura inicial de descomposición T_0 , temperaturas de descomposición del 5 %, 30 % y 50 % ($T_{5\%}$, $T_{30\%}$ y $T_{50\%}$), índice de la temperatura de resistencia al calor ($T_{indice\ de\ resistencia\ al\ calor}$), temperaturas máximas de descomposición ($T_{Descomposicion\ maxima,1}$, $T_{Descomposicion\ maxima,2}$ y $T_{Descomposicion\ maxima,3}$ en [°C]), Δ % porcentaje de masa residual y temperatura de descomposición final (T_{final} [°C]).

| <i>Parámetros</i> | <i>Membrana Sucia</i> | <i>HCl</i> | <i>NaOH</i> | <i>Ácido Acético</i> | <i>EDTA</i> | <i>Ácido Cítrico</i> | <i>Surfactante</i> |
|---|-----------------------|------------|-------------|----------------------|-------------|----------------------|--------------------|
| T_0 [°C] | 385,2 | 381,85 | 379,85 | 385,75 | 392,13 | 386,59 | 377,28 |
| $T_{5\%}$ [°C] | 386,12 | 382,6 | 378,8897 | 371,4758 | 390,3588 | 388,6194 | 386,9152 |
| $T_{30\%}$ [°C] | 424,0416 | 424,2175 | 426,2933 | 422,8481 | 427,9719 | 425,257 | 423,601 |
| $T_{50\%}$ [°C] | 443,2998 | 441,8539 | 460,7332 | 437,225 | 447,7704 | 441,5458 | 440,1948 |
| T_{final} [°C] | 795 | 795 | 795 | 795 | 795 | 795 | 796 |
| $T_{Descomposicion\ maxima,1}$ [°C] | 426,86 | 432,27 | 423,24 | 426,88 | 432,3 | 427,27 | 431,6 |
| $T_{Descomposicion\ maxima,2}$ [°C] | 502,14 | 531,65 | 508,44 | 475,52 | 519,85 | 537,47 | 520,08 |
| $T_{Descomposicion\ maxima,3}$ [°C] | 584,48 | 574,59 | 533,67 | 512,36 | 565,86 | 572,89 | 590,04 |
| Δ % Porcentaje de pérdida de masa | 92,46 | 96,84 | 93,42 | 89,8 | 90,17 | 92,05 | 97,4 |
| Δ % Porcentaje de masa residual | 7,54 | 3,16 | 6,58 | 10,2 | 9,83 | 7,95 | 2,6 |
| $T_{indice\ de\ resistencia\ al\ calor}$ [°C] | 189,1988 | 187,474 | 185,65595 | 182,02314 | 191,27581 | 190,42351 | 189,58845 |

4.2.4.4.6. Técnicas analíticas: Prueba por medio de la técnica FTIR

Otro método para analizar los efectos de los distintos agentes químicos en la membrana, es que se realiza un análisis de las señales obtenidas por espectroscopia infrarrojo. En este estudio se realiza la comparación de las señales con la membrana sucia y virgen, presentes en la sección 4.2.3.2.

De las señales presentes en la poliamida [72], [73], [74], considerando el rango de señales entre 3.700 [cm⁻¹] a 2.700 [cm⁻¹] para identificar las características físicas de la superficie de la membrana, se observa que en la figuras 4.59 de *HCl*, 4.61 de surfactante y 4.63 de ácido cítrico; muestran una muy baja intensidad, lo cual se puede deber al espesor de la capa de ensuciamiento que cubre la superficie de la membrana, lo que limita la profundidad de penetración y análisis del haz infrarrojo.

Mientras que las membranas tratadas con EDTA, *NaOH* y ácido acético muestran una

alta intensidad, pero que se puede confundir con otras señales en este rango. Esto, debido a que las señales cercanas a $3.380 \text{ [cm}^{-1}]$, pueden indicar la vibración del estiramiento de los enlaces libres $N - H$, o estiramiento de los enlaces $O - H$, o, a la contaminación por polisacáridos (correspondientes a los grupos hidroxilo), o, al agua, o, a la presencia de sulfonamidas primarias, correspondientes al compuesto $-S(=O)_2 = NH_2$. En cuanto a las señales se encuentra presente en todos los resultados de las membranas tratadas, sin grandes variaciones en la posición e intensidad se destacan las siguientes señales [73], [74], [75], [76], [31]:

- Las señales cercanas a $2.960 \text{ [cm}^{-1}]$ indican la vibración del estiramiento de los enlaces $C - H$ alifáticos.
- Las señales al rededor de $1.710 \text{ [cm}^{-1}]$ se encuentran asociadas a la característica amida I, y también indican ensuciamiento por depósitos de proteínas.
- Las señales próximas a $1.560 \text{ [cm}^{-1}]$, corresponden a la vibración del estiramiento de los enlaces del grupo $-CO - NH$, flexión en el plano del enlace $N - H$ de la amida II.
- las señales próximas a $1.240 \text{ [cm}^{-1}]$ se asocian a la vibración de estiramiento asimétrica $C - -O - -C$ del grupo arilo-O-arilo.
- Las señales entre $1.027 \text{ [cm}^{-1}]$ y $468 \text{ [cm}^{-1}]$, indican la presencia de SiO_2 y sustancias aromáticas húmicas.

En general, los resultados obtenidos por medio de la prueba del FTIR para las membranas tratadas con los distintos agentes químicos no difieren de manera notoria con los resultados obtenidos de la membrana sucia, a excepción de la intensidad de algunas de las señales. Por lo que se requiere de un análisis en mayor detalle para identificar los compuestos de interés en este tipo de prueba. De todas formas, este tipo de análisis permite identificar la presencia o no de la capa de poliamida y que tan disipadas están sus señales características a causad del ensuciamiento, lo cual es información valiosa para inferir daños en la membrana.

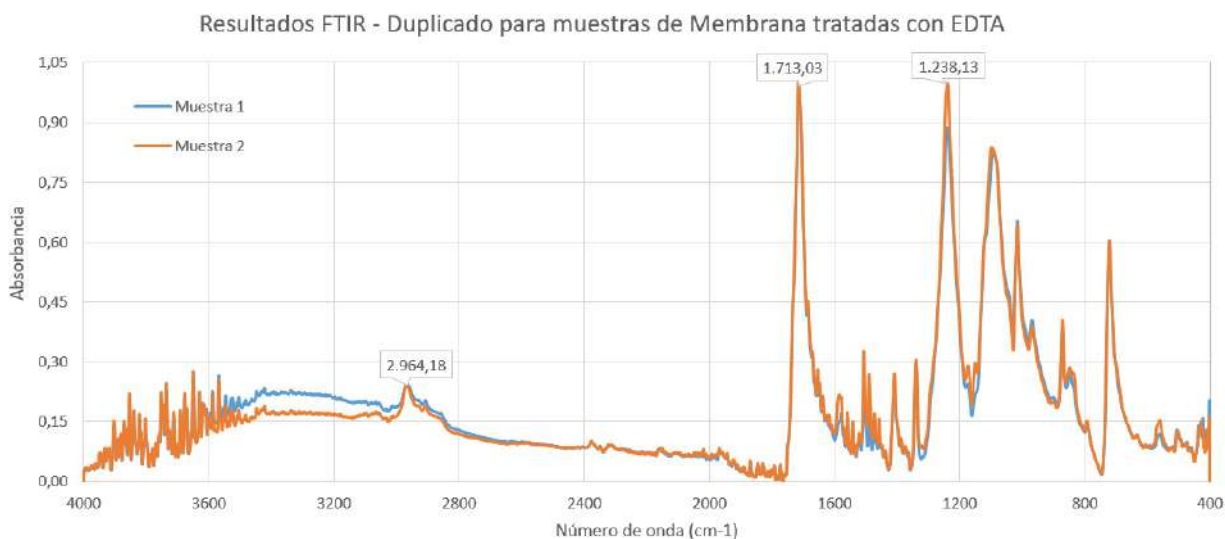


Figura 4.58: Espectro resultante de la técnica del FTIR, para el análisis de una muestra de membrana tratada con EDTA.

Resultados FTIR - Duplicado para muestras de Membrana tratadas con Ácido Clorhídrico (HCl)

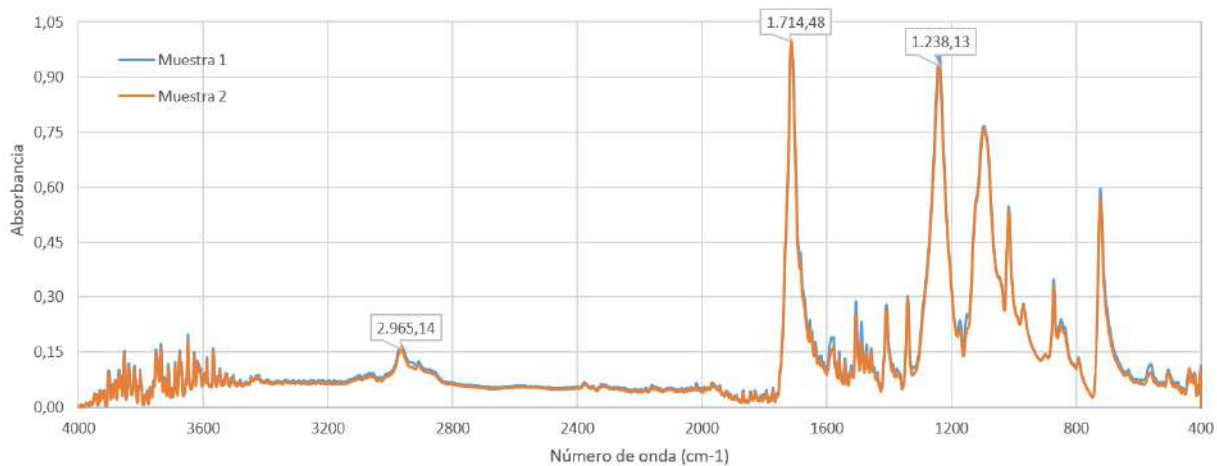


Figura 4.59: Espectro resultante de la técnica del FTIR, para el análisis de una muestra de membrana tratada con HCl .

Resultados FTIR - Duplicado para muestras de Membrana tratadas con Hidróxido de Sodio (NaOH)

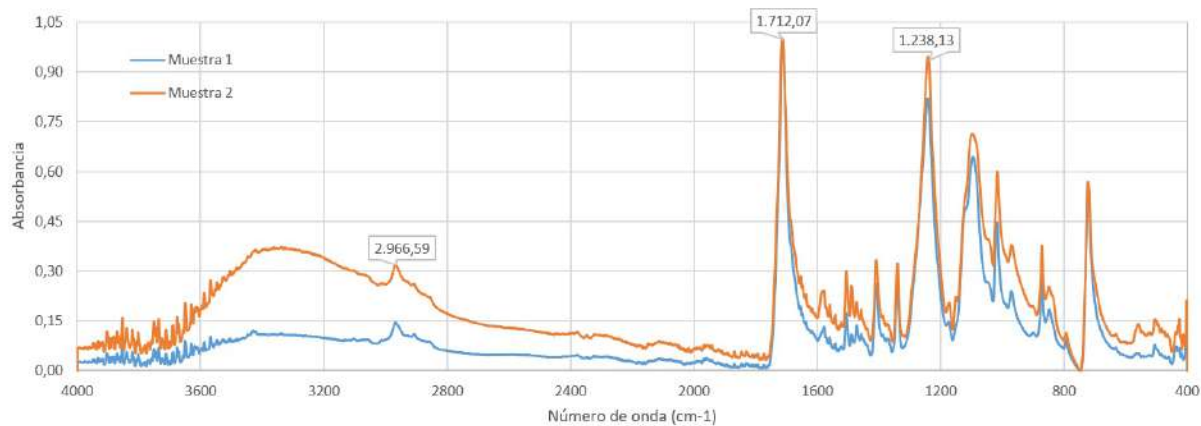


Figura 4.60: Espectro resultante de la técnica del FTIR, para el análisis de una muestra de membrana tratada con $NaOH$.

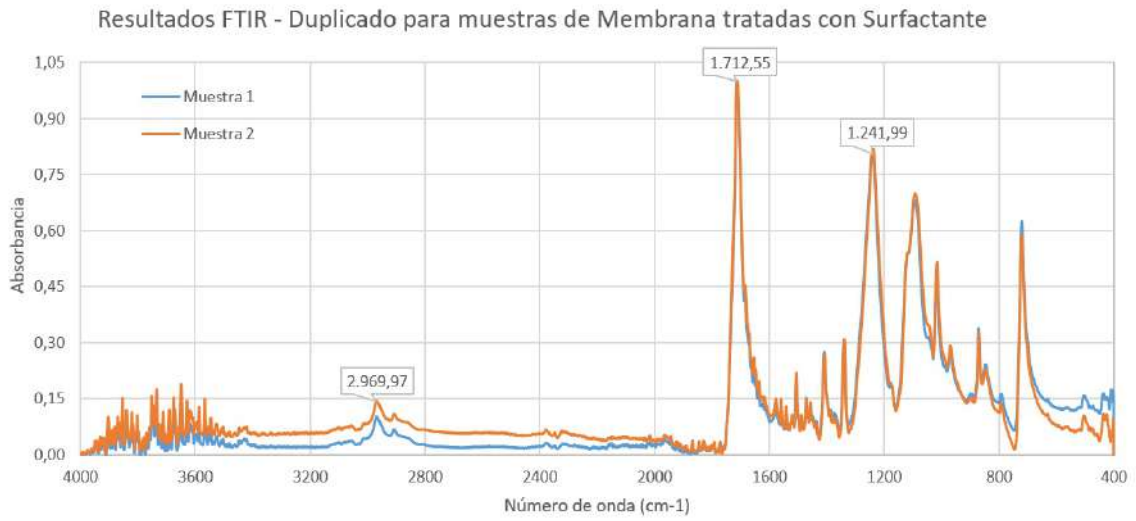


Figura 4.61: Espectro resultante de la técnica del FTIR, para el análisis de una muestra de membrana tratada con surfactante.

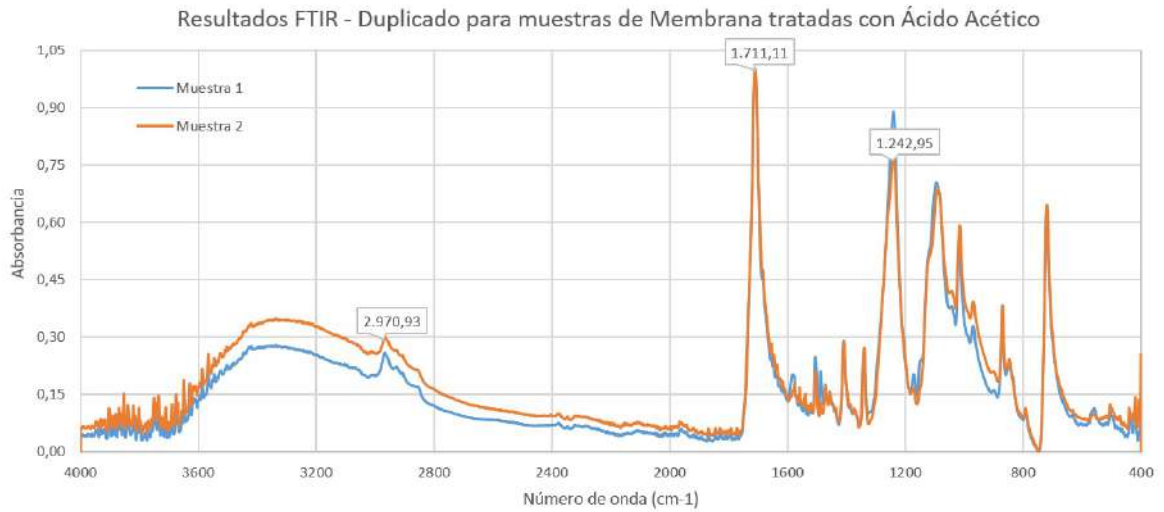


Figura 4.62: Espectro resultante de la técnica del FTIR, para el análisis de una muestra de membrana tratada con ácido acético.

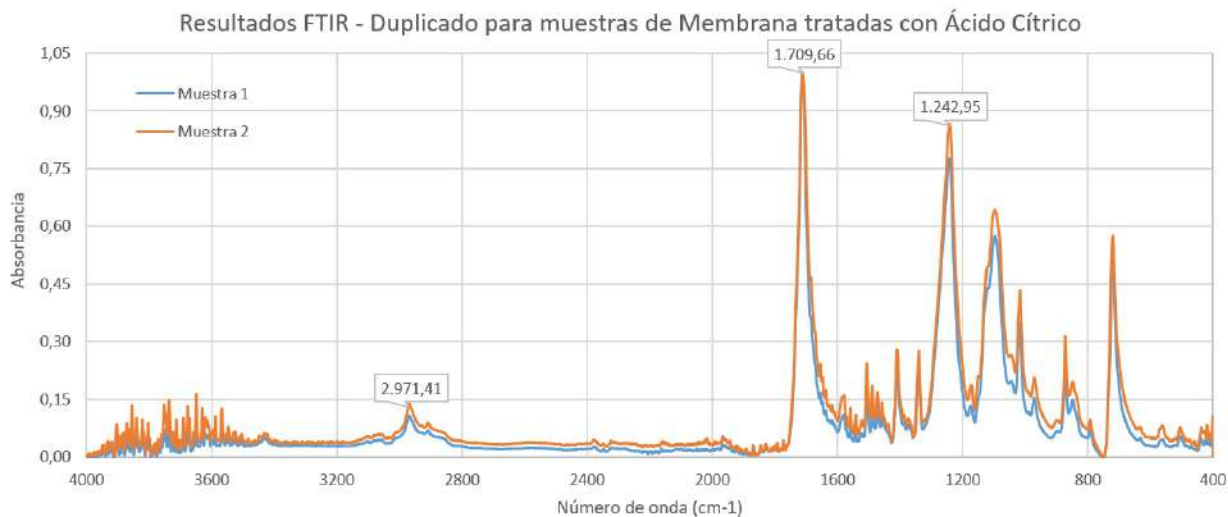


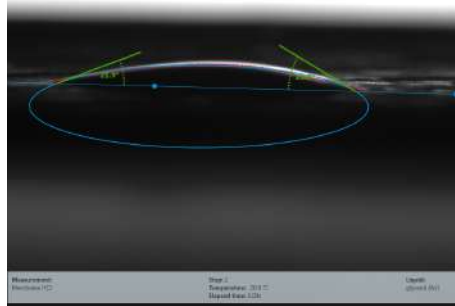
Figura 4.63: Espectro resultante de la técnica del FTIR, para el análisis de muestras de una muestra de membrana tratada con ácido cítrico.

4.2.4.4.7. Técnicas analíticas: Prueba por medio del ángulo de contacto

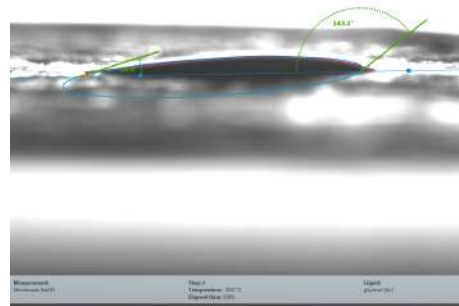
Al analizar las variaciones de las propiedades superficiales de las membranas tratadas con los distintos solventes por medio de la prueba de ángulo de contacto, se obtienen los resultados presentes en la figura 4.64. Donde se puede observar que las muestras A (*HCl*), presente en la figura 4.64.a con un ángulo de contacto promedio de $17,52^\circ$, y B (*NaOH*), presente en la figura 4.64.b con un ángulo de contacto promedio de $16,40^\circ$; después del tratamiento químico, se puede apreciar que la superficie de las membranas tiene un carácter hidrófilo, lo que indica que estos compuestos químicos tienen la capacidad de eliminar material ensuciante [77], [78], [79], [80].

En cuanto a la muestra C (*H.Acét.*), presente en la figura 4.64.c con un ángulo de contacto promedio de $91,04^\circ$, esta alcanza un valor de ángulo de contacto muy hidrófobo, el cual puede atribuirse a un encapsulamiento del material ensuciante orgánico, el cual puede adherirse más en la estructura de la membrana de ósmosis. Respecto a la muestra D (*EDTA*), presente en la figura 4.64.d con un ángulo de contacto promedio de $58,28^\circ$, igualmente tiene una tendencia a comportarse como un material hidrófobo. En particular, es probable que C y D no hayan sido lavadas correctamente después del proceso de limpieza, ó, que parte del ácido acético y el EDTA se hayan introducido al interior de la matriz polimérica de la estructura de la membrana de ósmosis [77], [78], [79], [80].

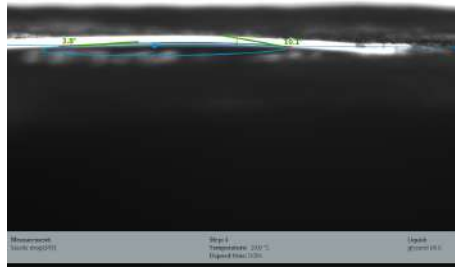
Finalmente, las muestras E (*H.Cítric.*), presente en la figura 4.64.e con un ángulo de contacto promedio de $17,59^\circ$, y F (*Surfact.*), presente en la figura 4.64.f con un ángulo de contacto promedio de $12,13^\circ$, presentan valores de ángulo de contacto hidrófilos. Esto se puede atribuir a que pueden eliminar tanto material orgánico como inorgánico y es posible que se puedan absorber en la estructura de la matriz de la membrana otorgando esta propiedad hidrófila [77], [78], [79], [80].



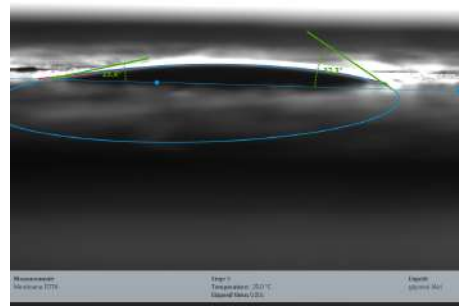
(a) Imagen de uno de los resultados obtenidos de la prueba del ángulo de contacto para la membrana de RO tratada con HCl .



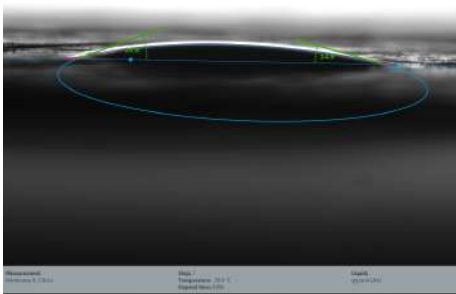
(b) Imagen de uno de los resultados obtenidos de la prueba del ángulo de contacto para la membrana de RO tratada con $NaOH$.



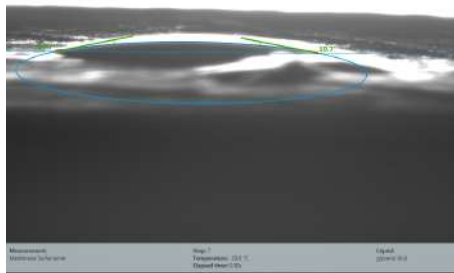
(c) Imagen de uno de los resultados obtenidos de la prueba del ángulo de contacto para la membrana de RO tratada con ácido acético.



(d) Imagen de uno de los resultados obtenidos de la prueba del ángulo de contacto para la membrana de RO tratada con $EDTA$.



(e) Imagen de uno de los resultados obtenidos de la prueba del ángulo de contacto para la membrana de RO tratada con ácido cítrico.



(f) Imagen de uno de los resultados obtenidos de la prueba del ángulo de contacto para la membrana de RO tratada con surfactante.

Figura 4.64: Resultados obtenidos de la prueba del ángulo de distintas muestras de membranas tratadas con distintos solventes y sonicadas, del modelo $SWC6 - LD$. Resolución de 1 [nm].

Capítulo 5

Análisis de Resultados Integrados

A continuación, se presentan los tópicos más relevantes y concluyentes del capítulo anterior, respecto a la caracterización del agua, los hallazgos de los softwares, de la caracterización del polvillo y de la caracterización de las membranas tanto tratadas como no tratadas.

Respecto a los resultados obtenidos por medio de los distintos softwares, se destaca que el modelo termodinámico del software *PHREEQC*, en particular, de los resultados del SI para $CaSO_4$, $BaSO_4$, $SrSO_4$, CaF_2 y $CaCO_3$; estos coinciden con los resultados obtenidos por el modelado estequiométrico del software *Hydranautics - IMSDesign*. En cuanto al software *PHREEQC Interactive*, éste permite definir los compuestos con mayor probabilidad de ensuciar la superficie de la membrana del modelo *SWC6 - LD*, los cuales correspondan a SiO_2 , Fe_2O_3 , $FeOOH$, $KAl_3Si_3O_{10}(OH)_2$, $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$, $Al_2Si_2O_5(OH)_4$, $KAlSi_3O_8$, $NaAlSi_3O_8$, $Al_2Si_2O_5(OH)_4$, $KAlSi_3O_8$, $Fe_3(PO_4)_2 \cdot 8H_2O$, $CaMg(CO_3)_2$ y $CaAl_2Si_2O_8$. Estos resultados corresponden a una primera estimación respecto a los posibles compuestos que precipitan dentro de la membrana, por lo que se deben comparar posteriormente con los obtenidos del análisis del decantado del agua y de la membrana.

Además, el software *OriginLab 2018* entrega la información de clasificación de agua cruda y permeado por medio del diagrama de *Piper-Hill-Langelier*. Donde, los cationes se concentran en la zona sodio potasio, los aniones en la zona de cloruros típicos y su proyección se sitúa en la región de las aguas cloradas y/o sulfatadas sódicas [63] [64] [65]. Estas aguas brutas son de tipo marino o salobre, correspondiente a la descripción entregada por parte de la empresa.

Ya pasando al análisis de las muestras de agua, se destaca que, de acuerdo con las simulaciones y el test colorimétrico, los sólidos (en particular, correspondiente a sarro) estarían compuestos por sílice, hidróxidos de alúmina, óxidos, fosfato y/o sulfatos de calcio, bario, hierro, etc. También es relevante considerar los resultados obtenidos del decantado, donde los sólidos obtenidos en los resultado del SEM, tienen forma de partículas de morfología irregular; mientras que, del análisis EDX se observa una concentración elemental decreciente de: $Cl > O > Na > Fe > Ca > Mg > Si > Al$.

Al pasar al análisis de la membrana descartada, se destaca que, al realizar una primera inspección visual, la contaminación de la membrana se observa por rayas superficiales de tinción y ensuciamiento de material sólido, donde, al descubrir los pliegues de la muestra de

membrana sucia, se percibió un leve olor a lodo, arena y tierra con materia orgánica húmeda.

Al analizar este material con las técnicas de SEM/EDS, el material depositado tiene la apariencia de capas gruesas irregulares y quebradizas. Se destaca que los elementos metálicos se atribuyen a materiales de ensuciamiento derivados de la dureza del agua a tratar, mientras que, los elementos inorgánicos se atribuyen a que los agentes incrustantes superficiales que han penetrado en la estructura interna de la membrana. En cuanto al proceso de sonicación en la membrana descartada, éste no fue suficiente para remover las capas de ensuciamiento producidas por la incrustación de las partículas. Cabe mencionar que la alta concentración elemental de carbono y oxígeno pueden ser indicativos de la presencia de polisacáridos como agentes contaminantes.

Dentro de los resultados obtenidos, se puede afirmar que la compactación de la membrana refleja etapas de limpieza incompletas y ensuciamiento irreversible. En cuanto a la presencia de fósforo, éste se ingresa como parte del material incrustante, donde se ha informado que el uso excesivo de bisulfito de sodio reduce la sílice disuelta y provoca la formación de precipitados de silicato insolubles. La presencia de aluminio y sílice en los resultados es común en procesos de RO de agua de mar o agua salobre, e indican la presencia de silicatos, Además, la presencia de calcio y oxígeno también indican la precipitación de $CaCO_3$ en la superficie de las membranas.

En cuanto al uso de la técnica de FTIR para el análisis, la disminución de los valores de absorbancia se debe al espesor de la capa de ensuciamiento que cubre la superficie de la membrana, lo que limita la profundidad de penetración y análisis del haz infrarrojo. De las señales obtenidas, se destaca la posible contaminación de la superficie de la membrana por polisacáridos (señal alrededor de $3.380,8 \text{ [cm}^{-1}\text{]}$) o carbohidratos (señal alrededor de $1.101,6 \text{ [cm}^{-1}\text{]}$), junto con ensuciamiento por depósito de proteínas (señal alrededor de $2.962,3 \text{ [cm}^{-1}\text{]}$) y presencia de SiO_2 y sustancias aromáticas húmicas (señal entre 1.027 y $468 \text{ [cm}^{-1}\text{]}$).

Respecto al uso de la técnica del TGA en muestras de membrana sucia, los resultados obtenidos muestran 3 regiones o pasos de pérdida de masa, que se pueden clasificar como una descomposición multietapa. Este resultado puede deberse al exceso de materia orgánica presente en las capas de incrustantes que pueden corresponder a proteínas, polisacáridos, restos de material antiincrustante y sustancias extracelulares. De los resultados de la masa residual se obtiene aproximadamente un 18 %, que corresponde a materia orgánica como ceniza. La masa residual obtenida bajo la atmósfera de aire es principalmente óxidos metálicos y sales no oxidables. Al parecer, la naturaleza de la contaminación es del tipo orgánica, la cual debe ser controlada adecuadamente en los procesos de pretratamiento del agua que será procesada por el sistema de RO.

Al pasar al análisis de las muestras de membrana descartada tratadas con distintos solventes químicos, en la inspección visual, al analizar los resultados obtenidos al tratar las muestras de membrana con EDTA, ácido cítrico y surfactante, se observan resultados similares con una alta eficacia visual en la remoción del ensuciamiento de la membrana. En cambio, cuando fueron analizadas por medio de las técnicas de SEM/EDS, para las membranas tratadas con ácido acético y cítrico, presentan una extensa zonas de cristales gruesos y amorfos; mientras que, para el surfactante y HCl presentan zonas compactas y quebradizas.

En cuanto al análisis elemental por medio de la técnica EDS, las concentraciones se encuentran de manera decrecientes como $O > Si > C > FeK > N > S > P > Al > Cl > Mg > Na$ para *HCl*, $O > FeK > C > F > P > Si > Al > S > Ca > Na > Mg > K$ para ácido acético, $O > Si > C > N > Al > FeK > S > F > K > Na > Mg > Ca > P$ para ácido cítrico y $O > Si > C > N > S > Al > F > Ca > Na > Cl > Mg > P$ para el surfactante. Se destaca que el sodio, magnesio, sílice y aluminio coinciden, en distintas proporciones, con los resultados obtenidos al analizar el decantado con EDX. Además, estos resultados son coherentes con los obtenidos por el software *PHREEQC Interactive*, ya que estos elementos se encuentran presentes en la mayoría de los compuestos obtenidos con mayor probabilidad de ensuciar la superficie de la membrana.

En consideración a los resultados previamente descritos respecto a las membranas tratadas con *HCl*, ácido acético, ácido cítrico y surfactante, se deduce que estos compuestos por separado no permiten eliminar el contenido de ensuciamiento e incrustantes de la membrana provenientes del agua a tratar, por lo que, se debe buscar otras alternativas para tratarlas; por ejemplo, realizar el tratamiento con más de un agente químico. Respecto a los resultados obtenidos para las membranas tratadas con *NaOH* y EDTA, se observan zonas fibrosas, posiblemente correspondiente a la capa de poliamida, junto con zonas que presentan estructuras cristalinas asociadas al ensuciamiento. Al analizar la zona lateral de estas membranas, el resultado obtenido por medio de la técnica SEM permite determinar que encima de la capa de poliamida se presentan zonas con altas concentraciones de ensuciamiento, pero de menor espesor en comparación a los resultados obtenidos para *HCl*, ácido acético, ácido cítrico y surfactante.

Con esta información, es posible deducir que los tratamientos realizados con EDTA y *NaOH* fueron más eficaces que el resto, pero que no permiten eliminarlo totalmente. Esto se puede deber a que, como se ha descrito en bibliografía, el *NaOH* limpia la membrana de la suciedad orgánica por hidrólisis y solubilización de los compuestos [86]; mientras que el EDTA elimina los cationes divalentes de las moléculas orgánicas complejas y mejora la limpieza de la membrana sucia [87]. Eso sí, no se puede saber con certeza que tan destructivos y/o abrasivos pueden ser para la membrana.

Respecto al uso de la técnica TGA para analizar las membranas descartadas tratadas con distintos solventes químicos, se destaca que los resultados obtenidos se pueden deber al exceso de material orgánica presente en las capas de incrustantes, el cual puede corresponder a proteínas, polisacáridos, restos de material antiincrustante y sustancias extracelulares. Además, de los resultados de la masa residual se obtiene que los valores se encuentran en un rango entre 2% y 10,5%, que corresponde a óxidos metálicos y sales no oxidables como ceniza. Estos resultados coinciden con los resultados obtenidos del análisis por medio de FTIR y TGA del decantado, dado que hay una alta presencia de elementos orgánicos contaminantes y coincide su posible naturaleza. Por lo que, es claro que este ensuciamiento proviene del agua a tratar y no de otra fuente, junto con que requiere de otros procedimientos para ser eliminado.

En cuanto a los resultados respecto al ángulo de contacto de estas membranas, de las muestras tratadas con *HCl* y *NaOH* se puede apreciar que la superficie de las membranas tiene un carácter hidrófilo, lo que indica que estos compuestos químicos tienen la capacidad

de eliminar material ensuciante.

En cuanto a la muestra tratada con ácido acético, esta alcanza un valor de ángulo de contacto muy hidrófobo, el cual puede atribuirse a un encapsulamiento del material ensuciante orgánico, el cual puede adherirse más en la estructura de la membrana de ósmosis.

En cuanto a la prueba LOI realizada a muestras de membranas descartadas, el espaciador tanto externo (que se encontraba cubierto de capas de incrustaciones) como interno generaron porcentajes de masa orgánica superiores al 90 % en comparación con la masa inorgánica, mientras que las membranas tanto interna como externa, generaron porcentajes de masa orgánica entre 79 % y 87 % en comparación con masa inorgánica. Eso sí, los resultados anteriores pueden estar opacados por la base orgánica de los componentes de la membrana, por lo que se considera que estos resultados no son precisos. Sin embargo, el resultado para el decantado generó un mayor porcentaje de masa inorgánica en comparación con la masa orgánica. Por lo tanto, se puede inferir que el material de ensuciamiento de la membrana de ósmosis es de naturaleza inorgánica principalmente.

Finalmente, respecto a la prueba de Fujiwara realizada a muestras de membranas descartadas, se destaca que este tipo de prueba tiene la capacidad de detectar cuantitativamente la presencia de compuestos orgánicos halogenados. En particular, se considera un resultado positivo para la membrana del modelo *SWC6-LD*, la cual ha estado posiblemente expuesta a agentes oxidantes halogenados que han generado degradación de la membrana.

Capítulo 6

Definición protocolos

A continuación se presenta un protocolo tentativo propuesto para la empresa *Glauben Ecology* spa, que le permita en en futura su implementación en planta. Con ellos se espera poder hacer un estudio y análisis tanto preliminar como definitivo respecto al ensuciamiento que presentan las membranas del modelo *SWC6-LD* en el proceso de RO. Por su puesto, al ser una propuesta, este puede ser rectificado, modificado y adaptado, según las necesidades que presente la industria.

6.1. Protocolo de alerta temprana

Respecto al protocolo de alerta temprana, éste tiene como objetivo poder identificar posibles agentes ensuciantes sobre la membrana, en base a la calidad del agua de alimentación al proceso de RO. Dado que la empresa ya ha implementado un proceso de caracterización de los principales parámetros respecto al agua salobre que entra al sistema de RO, es recomendable mantener este proceso y agregar etapas de caracterización de esta agua. A continuación se presenta la propuesta para realizar el análisis preliminar del agua:

1. Se debe realizar de manera periódica estudios respecto al agua que entra al proceso de RO que permita la medición de los parámetros más relevantes del agua. Este tipo de servicio puede ser realizado de manera interna o externa, y se recomienda que al menos sea una vez al mes.
2. Se debe realizar una primera comparación y análisis de estos parámetros, donde se recomienda comparar los resultados con la información bibliográfica presente en las tablas 2.1 y 2.2. De esta forma es posible determinar de manera preliminar la calidad del agua, junto con los posibles elementos que dentro de la membrana formarían incrustaciones.
3. Se debe analizar los compuestos formados dentro del proceso de RO por medio del software *Hydranautics - IMSDesign* para determinar los parámetros relevantes que podrían saturar en la membrana. En la tabla 6.1 se detallan los valores umbrales de los parámetros más relevantes y su efecto en la membrana.

Tabla 6.1: Tabla de análisis de los resultado obtenidos por medio del software *Nitto Hydronautics* para la data de agua que entra al sistema de RO.

| Información de Saturación | Concentración Máxima | Descripción | | Referencias |
|--|----------------------|--|--|------------------|
| | | Problemas por concentraciones superiores a la umbral | | |
| $CaSO_4 / KSP \cdot 100$ | 230 % | Compuesto principal de la dureza del agua salobre. Su control se logra por medio de antiincrustantes. | | [56] |
| $BaSO_4 / KSP \cdot 100$ | 6000 % | Alta afinidad, formador de incrustaciones. Es importante extraer el bario previo al proceso de RO. | | [56] |
| $SrSO_4 / KSP \cdot 100$ | 800 % | Formación de incrustaciones. | | [56] |
| $CaF_2 / KSP \cdot 100$ | 12000 % | Formación de incrustaciones. | | [56] |
| Saturación de SiO_2 | 100 % | Una cantidad considerable de sílica entre 80 % a 90 %, genera un ensuciamiento e incrustación en la superficie de la membrana. | | [57] |
| $Ca_3(PO_4)_2$ índice de saturación | <0 | Solución insaturada. | | [58] |
| | >0 | Solución sobresaturada, precipitación de sólidos. | | |
| | 0 % | Solución en equilibrio, ante cambios podría llegar a saturarse y precipitar sólidos. | | |
| CCPP, [mg/L] | >0 | Presenta precipitaciones como incrustaciones protectoras. | | [59] |
| | [- 5] - 0 | Presenta una solución pasiva, posiblemente sin precipitaciones que alteren la operación del sistema RO. | | |
| | [- 10] - [- 5] | Solución ligeramente corrosiva, sin precipitaciones que puede alterar tanto el proceso de RO como el sistema de tuberías. | | |
| | <[-10] | Corrosivo agresivo y no precipitado, que puede ser perjudicial tanto para el proceso RO como del sistema de tuberías. | | |
| Índice de saturación Langelier | - 0,2 | Valor recomendado. | | [17], [18], [57] |
| | + 2,0 | Solución no corrosiva, pero con fuerte formación de incrustaciones de carbonato de calcio. | | |
| | + 0,5 | Solución no corrosiva, pero con ligera formación de incrustaciones de carbonato de calcio. | | |
| | 0,0 | Solución en estado balanceado, posible efecto corrosivo. | | |
| | - 0,5 | Solución ligeramente corrosiva, sin formación de incrustaciones de carbonato de calcio. | | |
| | - 2,0 | Solución fuertemente corrosiva, sin formación de incrustaciones de carbonato de calcio. | | |

- Se debe determinar de manera cuantitativa las fases sólidas en equilibrio dentro del proceso de RO en las aguas que entran al sistema RO, por medio del software *VISUAL MINTEQ*. En particular, este software de equilibrio químico permite calcular la especiación, solubilidad, equilibrio sólido y las fases minerales disueltas en sistemas acuosos naturales y de laboratorio [47].
- Se debe analizar las posibles especies tanto simples como complejas que precipitan en las condiciones de la membrana de RO, por medio del índice de saturación (SI) obtenido a través del software *PHREEQC Interactive*.

Para el análisis de resultados, se debe considerar los valores de SI mayores a 0 se asocian a que la solución puede estar en equilibrio con su fase sólida presente. Por lo que, si el índice de saturación SI es mayor que cero, la solución acuosa está sobresaturada con un mineral específico; mientras que, si el valor de SI es menor que cero, indica que la solución acuosa está subsaturada con respecto al mineral.

- Se debe analizar la clasificación del agua a tratar en función de los iones presentes en ella por medio del software *OriginLab 2018* para la obtención del diagramas de *Piper-Hill-Langelier*. De esta manera, es posible tanto corroborar el tipo de agua empleada, como

identificar las características y propiedades de interés para su posterior tratamiento.

7. Finalmente, se recomienda que, cuando ya se reconozcan los compuestos por sobre las concentraciones máximas, correspondientes a los agentes ensuciantes de la membrana, se debe investigar la mejor forma para eliminarlos previo al proceso de RO. Esto puede ser por medio de manuales de uso [88] o por medio de algún agente químico que lo permita eliminar [89], [90], [91].

6.2. Protocolo de autopsia de membranas descartadas del proceso de RO

La propuesta de protocolo de autopsia de membranas descartadas del proceso de RO, tiene por finalidad determinar la composición y características del ensuciamiento de las membranas que ya no se encuentra operando en el proceso de RO para su posterior análisis e implementación de mejoras.

En función de la información bibliográfica y las pruebas realizadas para esta tesis se propone realizar e implementar el siguientes procedimiento de autopsia, paso a paso:

1. Primero se debe realizar la recepción del material, en este caso las membranas descartadas del proceso de RO, junto con posibles muestras de agua, donde se realiza la identificación del material, junto con la consignación de fecha, quién lo ha entregado, enviado y recibido.
2. Se realiza una primera inspección visual de los elementos recibidos, donde se debe identificar si corresponde a la membrana o a elementos de ella, si las muestras de agua corresponden a la que entra al sistema o a la de salida del proceso, entre otros factores. En esta etapa es fundamental sacar fotografías y analizar las condiciones en que se encuentra el material, siendo lo más descriptivo posible.
3. Para los primeros análisis, se recomienda comenzar estudiando las muestras de agua por medio de un sensor multi-parámetro o test colorímetros que permita identificar los parámetros más relevantes del agua y su posible efecto en la membrana. Se recomienda comparar los resultados con la información bibliográfica presente en las tablas 2.1 y 2.2.

Además, al momento de disponer la información respecto a la composición del agua, se recomienda emplear el protocolo de alerta temprana, presente en la sección anterior (6.1), para obtener información preliminar respecto a las posibles especies presentes en el agua que estén ensuciando el agua.

4. Continuando con el análisis del agua, se recomienda obtener un concentrado de esta solución, denominado por simplicidad decantado, eliminando la mayor cantidad de agua

posible y secarla por medio de un liofilizado. Este concentrado será posteriormente analizado para definir las posibles especies presentes en el agua que estén ensuciando el agua.

5. Luego del análisis del agua, se debe pasar al estudio de la membrana descartada, donde se debe realizar la selección de las muestras en función del área de interés y se procede al corte de las secciones de interés de la membrana, las cuales deben ser pesadas posteriormente.
6. Respecto a las muestras de membranas, se les debe realizar un primer análisis a nivel superficial del material recibido por medio de un microscopio óptico. En particular, se debe realizar el análisis a fragmentos de membrana, espaciadores y a las distintas capas que la componen por ambos lados. Esto permite tener una primera aproximación de las condiciones microscópicas que presenta la membrana.
7. Se debe raspar el ensuciamiento superficial de la membrana descartada húmeda y pesar este contenido.
8. Se debe realizar el estudio preliminar de las distintas muestras a disposición por medio de las técnicas de caracterización convencionales, posibles de hacer en laboratorio y correspondientes a:
 - Prueba de pérdida por ignición con suciedad (LOI), tanto para el ensuciamiento superficial como para la membrana y sus distintas capas, junto con el decantado del agua.

Este estudio permite tener una primera noción de la relación de compuestos orgánicos/inorgánicos en la muestra, siendo los compuestos inorgánicos asociados a la ceniza resultante al terminar el proceso.

- Prueba de oxidación de Fujiwara para los distintos elementos de la membrana para identificar si estas muestras se encuentran afectadas por agentes oxidantes. Este tipo de evaluación puede ser tanto cualitativa (cambio de color de las muestras) como cuantitativas (mediciones en el equipo UV - Visible).
- Prueba de ácidos húmicos y fúlvicos, tanto para los elementos de membrana como del ensuciamiento superficial, que permita determinar la presencia de ácidos húmicos y fúlvicos en la superficie de membrana, donde este tipo de ácidos se producen a partir de la biodegradación de la materia orgánica.
- Prueba de solubilidad química a realizar en una porción del ensuciamiento extraído de la membrana, junto con muestras de la misma membrana descartada que permita identificar la naturaleza del ensuciante y la cantidad de este. Para ello, se recomienda emplear el análisis de varianza, ANOVA.

9. Se debe realizar el estudio de las muestras de la membrana descartada, las tratadas con distintos solventes químicos y del decantado, por medio de otras técnicas de caracterización que permitan corroborar la información obtenida previamente.

En particular, se recomienda realizarles pruebas de caracterización analíticas, donde se sugiere analizar su morfología (SEM), composición química (EDS), determinación del tipo de enlace químico y contenido orgánico de las muestras (FTIR), junto con la composición porcentual orgánica/inorgánica (TGA). Además, para las membranas se recomienda analizar otro tipo de parámetros en cuanto a las propiedades de la superficie de la membrana (ejemplo de ello, el ángulo de contacto que estudia las interacciones entre la superficie de la membrana y el agua, para conocer si es hidrófilo o hidrófobo).

10. Posterior a la parte experimental asociada a la obtención de resultados, se debe realizar la recolección de los datos y comenzar a realizar la comparación de ellos. En particular, se recomienda comenzar comparando los resultados obtenidos del agua que ingresa al proceso de RO con los asociados a la membrana descartada, así es posible determinar con certeza las especies presentes causantes del ensuciamiento de la membrana y sus repercusiones en el funcionamiento de ésta.
11. Finalmente, se debe realizar el análisis de los resultados obtenidos en las distintas técnicas para su posterior comparación, la cual debe estar apoyado con búsqueda bibliográfica respecto a los distintos parámetros empleados. De esta forma, se logra obtener un estudio completo respecto tanto al agua asociada al sistema como de la membrana descartada del proceso de RO, donde en función de la información es posible tomar acción frente al ensuciamiento en el proceso de RO.

Se recomienda que, cuando ya se reconozcan los elementos que se deben eliminar del proceso y/o de la membrana, investigar respecto a la mejor forma que se pueda eliminar. Esto puede ser por medio de manuales de uso [88] o por medio de algún agente químico que lo permita eliminar [89], [90], [91].

Capítulo 7

Conclusiones

Es necesario tener en cuenta que la formación de las capas de ensuciamiento en la superficie de la membrana de los sistemas RO, corresponde a un proceso continuo que comienza desde el primer día que se trata el agua. Este fenómeno, con el tiempo, se vuelve irreversible, alterando el funcionamiento normal de la planta e iniciando el descarte de los elementos de membranas por mantenimiento y reparación de las piezas. Es por ello que se recomienda realizar procedimientos de alerta temprana para tanto evitar el desgaste de la membrana, junto con procedimientos de autopsia a las membranas, pues, de esta forma, se identifican los componentes agresores y fallas del proceso en general.

En este estudio se logra abordar los distintos aspectos y parámetros que estarían causando las fallas y desgaste acelerado en el módulo de la membrana del proceso RO, modelo *SWC6 - LD*, de la empresa *Glauben Ecology* spa. En particular, en una primera etapa se analizó la influencia del agua en la membrana, donde, al abordar la información disponible en bibliografía, junto con los parámetros del agua, se logra deducir la un exceso de materia orgánica presente en las capas de incrustantes, posiblemente asociado a proteínas, polisacáridos, restos de material antiincrustante y sustancias extracelulares. Además, se ha detectado la posible presencia de óxidos metálicos y sales no oxidables como ceniza que concuerda con los principales elementos incrustantes de la membrana.

Respecto a los resultados obtenidos por medio de los distintos softwares, se destaca que el modelo termodinámico del software *PHREEQC* coincide para ciertos compuestos con los resultados obtenidos por el modelado estequiométrico del software *Hydranautics - IMS-Design*. En cuanto al software *PHREEQC Interactive*, éste permite definir los compuestos con mayor probabilidad de ensuciar la superficie de la membrana del modelo *SWC6 - LD*, los cuales correspondan a SiO_2 , Fe_2O_3 , $FeOOH$, $KAl_3Si_3O_{10}(OH)_2$, $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$, $Al_2Si_2O_5(OH)_4$, $KAlSi_3O_8$, $NaAlSi_3O_8$, $Al_2Si_2O_5(OH)_4$, $KAlSi_3O_8$, $Fe_3(PO_4)_2 : 8H_2O$, $CaMg(CO_3)_2$ y $CaAl_2Si_2O_8$. Estos resultados corresponden a una primera estimación respecto a los posibles compuestos que precipitan dentro de la membrana.

Además, el software *OriginLab 2018* entrega la información de clasificación de agua cruda y permeado por medio del diagrama de *Piper-Hill-Langelier*. Donde, los cationes se concentran en la zona sodio potasio, los aniones en la zona de cloruros típicos y su proyección se sitúa en la región de las aguas cloradas y/o sulfatadas sódicas. Estas aguas brutas son de tipo marino o salobre, correspondiente a la descripción entregada por parte de la empresa.

Respecto a los resultados obtenidos al analizar el decantado del agua que entra al sistema de RO con las técnicas de caracterización analíticas, el método SEM permite determinar de manera preliminar la morfología del ensuciamiento; mientras que la técnica del EDS corrobora la presencia de hierro, calcio, magnesio, silicio y aluminio, los cuales tienen una alta capacidad para generar incrustaciones. En cuanto a las señales generadas por medio del FTIR, es posible intuir que el ensuciamiento, en parte, se encuentra compuesto por moléculas orgánicas, pero requiere de información adicional para ser confirmado. Finalmente, en cuanto al TGA, la degradación de la muestra es muy baja en comparación a la masa residual, por lo que se deduce que la contribución orgánica es baja en comparación a la inorgánica, limitando la determinación de los parámetros característicos de las curvas termogravimétricas.

En cuanto a la segunda etapa, enfocada en el estudio de la membrana descartada del proceso de RO, dentro de los resultados se destaca que en la primera inspección visual se caracteriza el ensuciamiento de la membrana y espaciador; mientras que, por medio del análisis preliminar con las técnicas SEM/EDS, se destaca que el material depositado tiene la apariencia de capas gruesas irregulares y quebradizas, junto con grietas causadas posiblemente por la presión del sistema. En cuanto a la composición, la distribución de la concentración corresponde a $O > Si > C > N > Al > Na > Fe > Ca > Mg$. Además, al analizar la membrana sucia sonicada, este proceso no fue suficiente para remover las capas de ensuciamiento, por lo que no presenta diferencias significativas con la membrana sucia, a excepción de la presencia de fósforo, atribuible al uso de antiincrustantes, y el azufre, atribuible a la capa de soporte de polisulfona.

En cuanto a los resultados preliminares del FTIR, es posible identificar las señales características de la capa de poliamida que, al compararla con la membrana sucia, nos entrega una primera noción de los rangos y posibles contaminantes orgánicos que se presentan en la superficie de la membrana. Estos resultados se corroboran con el TGA, donde se destaca el exceso de materia orgánica presente en las capas de incrustantes. Además, a pesar de ser sonicada la membrana para eliminar parte del ensuciamiento superficial, los resultados son idénticos a la membrana sucia. Por último, respecto a los resultados del ángulo de contacto, para una membrana virgen de poliamida, presenta propiedades hidrófilas, la cual, con el tiempo y acumulación de ensuciamiento, se ve fuertemente alterada, llegando a incrementar sus valores de ángulo con tendencia hacia la hidrofobicidad, ya que las características superficiales de la capa de poliamida se ven alteradas.

En cuanto a los resultados obtenidos de las técnicas robustas, en la prueba de solubilidad química el análisis preliminar de los datos por medio del análisis ANOVA, permite identificar que el mayor factor que incide en los resultados corresponde al compuesto químico, donde el modelo ANOVA propuesto puede describir correctamente los datos experimentales.

Respecto al análisis por medio del microscopio óptico, a simple vista, las membranas tratadas con *NaOH* y ácido acético son las de menor eliminación del ensuciamiento, a diferencia de las tratadas con *HCl*, EDTA, ácido cítrico y surfactante. Este análisis es rectificado por medio de la técnica SEM/EDS, donde se deduce que las membranas tratadas con EDTA y *NaOH* son las que poseen menor ensuciamiento superficial, además de que el ensuciamiento corresponde mayoritariamente a compuestos orgánicos. Este resultado se ve reflejado

y corroborado en los resultados de las técnicas TGA y FTIR. En cuanto a las propiedades superficiales de la membrana, por medio del ángulo de contacto se obtienen diversos resultados dependiendo del compuesto, posiblemente debido a sus propiedades o a causa de un mal lavado.

Sobre la prueba de pérdida por ignición (LOI), es claro que las membranas sucias poseen un alto contenido orgánico correspondiente a un valor entre 79,94 % y 95,37 %; mientras que el decantado se encuentra en su mayoría compuesto por material inorgánico, correspondiente al 75,7 %. La prueba de ácidos húmicos y fúlvicos fue negativa, por lo que se recomienda analizar nuevamente el procedimiento y objetivo de la prueba en otras muestras. Finalmente, en cuanto a la prueba de oxidación de Fujiwara, es claro tanto de manera visual como por medio de los resultados del equipo de UV-Visible, que los distintos elementos de la membrana se ven afectados por agentes oxidantes, en particular, la membrana externa y el espaciador externo, los cuales se encuentran en contacto directo con el flujo a tratar.

Finalmente, en función de los datos y parámetros relevantes deducidos por medio de este estudio, fue posible definir tanto un protocolo de alerta temprana que implementa las prácticas que ya tiene la empresa para su futuro análisis, como un posible protocolo de autopsia de membranas que le permita a la empresa realizar un estudio en detalle de las deficiencias y requerimientos del proceso.

Al analizar estos resultados, se desprende que las técnicas de caracterización convencionales entregan de manera simple distintas propiedades del ensuciamiento, donde se destacan por su efectividad las pruebas de pérdida por ignición, solubilidad química y de Fujiwara.

Eso sí, cada una de estas pruebas posee su propio reto o complicación, como lo es el tipo de solvente empleado o la manera en que se interpretan los datos. A pesar de ello, no requieren de mucho tiempo o materiales complejos de conseguir. Por lo que, al menos estas tres técnicas se recomiendan para realizar análisis de fácil implementación y de menores tiempos de procesamiento a nivel industrial.

En cuanto a las técnicas analíticas, se destacan por ser más específicas y exactas en los resultados, pero requieren de mayores tiempos de procesamiento de datos, junto con tener claridad respecto a la información previa, la razón por la que se hace y la información que se puede obtener. Es por ello que este tipo de herramientas pueden ser muy útiles para apoyar y corroborar información respecto al estudio que se esté haciendo.

Cabe mencionar que, debido al tiempo y objetivos planteados, queda propuesta la implementación de los protocolos a nivel de planta, junto con su futuro perfeccionamiento. En particular, se recomienda llevar un análisis periódico de las condiciones de operación de la planta (esto puede ser por medio de las técnicas de caracterización convencionales o por medio del análisis a través de softwares), que permitan tener una acción rápida de los parámetros relevantes del agua. Pero que, además, cada cierta cantidad de tiempo, se estudie, por medio de autopsia, el efecto que tiene tanto el agua como los tratamientos de la membrana, lo cual conlleve a una mejora posiblemente más profunda en el proceso de RO.

Capítulo 8

Recomendaciones

Durante el procedimiento de este documento, surgieron recomendaciones y sugerencias ante posibles repeticiones de este trabajo que es fundamental de considerar a la hora de obtener resultados tanto fidedignos como replicables:

- Para futuras investigaciones similares a este tipo de estudio enfocado en el funcionamiento de membranas, es recomendable realizar un estudio con mayor profundidad por medio de la realización de pruebas a membranas tanto vírgenes como que se encuentren en la operación de la planta (considerando que sean no descartadas). Este tipo de procedimientos permite comparar y analizar la evolución del ensuciamiento en la membrana, donde se recomienda estudiar membranas en uso en distintos períodos y con distintos tiempos de uso.

Cabe mencionar que este tipo de estudio comparativo, debe ser, además, con membranas de la misma empresa y mismo modelo, en este caso deberían corresponder a la membrana *SWC6-LD* de la empresa *Hydranautics*, ya que así se realiza tanto una comparación como una análisis coherente y fiable respecto a los resultados que se obtengan.

- Se recomienda que, para la gente interesada en emplear el software de *Nitto Hydranautics*, se estudie en detalle las herramientas que dispone que no fueron abordadas aquí (como las opciones de Diseño o Postratamiento), ya que en cierto tipo de modelaciones entrega la opción de recomendaciones para el tratamiento de los distintos posibles incrustantes que se pueden general por los parámetros del flujo de agua que al sistema de RO.
- Se recomienda realizar un análisis enfocado al posible ensuciamiento biológico, mejor conocido en inglés como biofouling, que podría estar afectando a la membrana. Dentro de estos estudios, se destaca que en el estudio preliminar de las propuestas de técnicas de caracterización a emplear en el desarrollo del tema de la tesis se consideró implementar la prueba de reacción de actividad biológica, mejor conocida en inglés como *biological activity reaction test* y abreviada como BART. Dado el tiempo acotado y los recursos no se implementó, pero continúa siendo una posible técnica que permitiría analizar el ensuciamiento de la membrana.

- Se recomienda establecer y estandarizar un procedimiento para realizar la prueba de ácidos húmicos y fúlvicos específicamente para analizar membranas, ya que este no existe en bibliografía y sólo hay referencias a pruebas realizadas en suelo.
- Se recomienda para las pruebas realizadas con la técnica de caracterización del TGA, tanto realizar pruebas con medio nitrógeno para los casos en que no fue posible realizarlo, ya que podría entregar información que con aire no se puede desprender; como realizar pruebas con el decantado hasta temperaturas por sobre los 600 [°C], ya que por tiempo y disposición no fue posible realizar estos procedimientos.
- Tal como se indica al final de las conclusiones con respecto a los protocolos definidos, estos corresponden a bocetos respecto a posibles procedimientos a seguir en la caracterización del ensuciamiento que presenta una membrana del sistema de RO. Por lo que, se recomienda poner a prueba este tipo de procedimientos, ir perfeccionándolos y adaptándolos al proceso de interés.

Bibliografía

- [1] Naciones Unidas. 2020. DESAFÍOS GLOBALES: Agua. [en línea] <<https://www.un.org/es/global-issues/water>> [consulta: agosto 2022].
- [2] UNESCO. 2014 - 2015. Abordar la escasez y la calidad del agua. [en línea] <<https://es.unesco.org/themes/garantizar-suministro-agua/hidrologia/escasez-calidad>> [consulta: agosto 2022].
- [3] World Resources Institute. 2019. 17 Countries, Home to One-Quarter of the World's Population, Face Extremely High Water Stress. [en línea] <<https://www.wri.org/insights/17-countries-home-one-quarter-worlds-population-face-extremely-high-water-stress>> [consulta: abril 2022].
- [4] Naciones Unidas, Chile. 2021. ESCASEZ HÍDRICA EN CHILE: DESAFÍOS PENDIENTES. [en línea] <https://chile.un.org/sites/default/files/2021-03/PB%20Recursos%20H%C3%ADricos_FINAL_17%20de%20marzo.pdf> [consulta: agosto 2022].
- [5] Younos T. and Tulou K. 2005. Overview of Desalination Techniques. [en línea] Journal of Contemporary Water Research & Education Issue 132, December 2005, Pages 3 - 10 <<https://core.ac.uk/reader/60532470>> [consulta: mayo 2022].
- [6] Dévora G., González R. y Ponce N. 2012. Técnicas para desalinizar agua de mar y su desarrollo en México. [en línea] Ra Ximhai, mayo-agosto, 2012, vol. 8, núm. 2., pp. 57 - 68 <https://www.researchgate.net/publication/328392607_Tecnicas_para_desalinizar_agua_de_mar_y_su_desarrollo_en_Mexico> [consulta: mayo 2022].
- [7] Pure Water. Ósmosis Inversa – Un proceso sofisticado de filtración por membranas. [en línea] <<https://purewater.com.co/osmosis-inversa-un-proceso-sofisticado-de-filtracion-por-membranas/>> [consulta: enero 2023].
- [8] Qrenawia L. and Abuhabib A. 2020. A review on sources, types, mechanisms, characteristics, impacts and control strategies of fouling in RO membrane systems. [en línea] Desalination and Water Treatment 208, December 2020, p.p 43 – 69 <https://www.deswater.com/DWT_abstracts/vol_208/208_2020_43.pdf> [consulta: septiembre 2022].
- [9] Mulyawan R. and Muarif A. 2021. A Review Of Reverse Osmosis Membrane Fouling: Formation and Control. [en línea] International Journal of Engineering, Science & Information Technology (IJESTY), 2021, Volume 1, No. 3, pp. 110 - 115 <https://www.researchgate.net/publication/353733689_A_Review_Of_Reverse_Osmosis_Membrane_Fouling_Formation_and_Control> [consulta: septiembre 2022].
- [10] García-Triñanes P., Chairpoulou M. and Campos L. 2021. Investigating reverse osmosis membrane fouling and scaling by membrane autopsy of a bench scale device. [en línea]

- Environmental Technology, 2022, Volume 43, - Issue 21 <<https://www.tandfonline.com/doi/full/10.1080/09593330.2021.1918262>> [consulta: septiembre 2022].
- [11] Grueso-Domínguez M., et al. 2019. Estado del arte: desalinización mediante tecnologías de membrana como alternativa frente al problema de escasez de agua dulce. [en línea] Revista Ingenierías Universidad de Medellín, 18(35), Julio - diciembre de 2019, pp. 69 - 89, ISSN (en línea): 2248 - 4094 <https://repository.udem.edu.co/bitstream/handle/11407/6521/Revista_Ingenierias_UdeM_363.pdf?sequence=2&isAllowed=y> [consulta: octubre 2022].
- [12] PENTALIA. [2020]. MBR - Problemas Frecuentes de Ensuciamiento - PENTALIA - #25. [video]. YouTube. 59 [min] y 24 [seg].
- [13] PENTALIA. [2020]. ÓSMOSIS INVERSA - Pre-Tratamiento, Limpieza y dosificación - PENTALIA #3. [video]. YouTube. 1 [hr], 31 [min] y 35 [seg].
- [14] Kucera J. 2017. Reverse Osmosis. [en línea] Kirk-Othmer: Encyclopedia of Chemical Technology, 19 June 2017 <<https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/0471238961.1805220502080120.a01.pub3>> [consulta: septiembre 2022].
- [15] cienciaybiologia.com. 2019. Ósmosis ¿qué es y qué función tiene?. [en línea] <<https://cienciaybiologia.com/osmosis/>> [consulta: enero 2023].
- [16] Turekian K. 1968. Oceans. Prentice-Hall, 120 páginas.
- [17] Nitto Hydranautics. 2017. Chemical Pretreatment For RO and NF. [en línea] <<https://membranes.com/wp-content/uploads/2017/06/TAB-111.pdf>> [consulta: julio 2022].
- [18] El-Manharawya S. and Hafez A. 2001. Molar ratios as a useful tool for prediction of scaling potential inside RO systems. [en línea] Desalination, 1 May 2001, Volume 136, Issues 1-3, Pages 243 - 254 <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0011916401001874>> [consulta: julio 2022].
- [19] FILMTEC-Lenntech. Dow Water & Process Solutions FILMTECTM Reverse Osmosis Membranes Technical Manual Lenntech. [en línea] <<https://www.lenntech.com/Data-sheets/Filmtec-Reverse-Osmosis-Membranes-L.pdf>> [consulta: julio 2022].
- [20] Sahooi D. and Ohno M. 2003. Culture of Kappaphycus alvarezii in Deep and Nitrogen enriched medium Seawater. [en línea] Bull. Mar. Sci. Fish., Kochi Univ., 2003, No. 22, pp. 89 - 96 <https://www.researchgate.net/profile/Dinabandhu-Sahoo-2/publication/41957829_Culture_of_Kappaphycus_alvarezii_in_Deep_Seawater_and_Nitrogen_enriched_medium/links/56a5e89608aeef24c58da356/Culture-of-Kappaphycus-alvarezii-in-Deep-Seawater-and-Nitrogen-enriched-medium.pdf> [consulta: julio 2022].
- [21] Matin A., et al. 2019. Scaling of reverse osmosis membranes used in water desalination: Phenomena, impact, and control; future directions. [en línea] Desalination, 1 April 2019, Volume 455, Pages 135 - 157 <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0011916418318897>> [consulta: octubre 2022].
- [22] Liu L. 2019. 4 - Application of Nanotechnology in the Removal of Heavy Metal From Water. [en línea] Nanomaterials for the Removal of Pollutants and Resource Reutilization - Micro and Nano Technologies, 2019, Pages 83 - 147 <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780128148372000044>> [consulta: octubre 2022].
- [23] ALSawaftah N., et al. 2021. A Comprehensive Review on Membrane Fouling: Mathematical Modelling, Prediction, Diagnosis, and Mitigation. [en línea] Water 2021, 13(9), 1327

- <<https://www.mdpi.com/2073-4441/13/9/1327>> [consulta: octubre 2022].
- [24] Kim H., et al. 2019. Effect of biofilm inhibitor on biofouling resistance in RO processes. [en línea] Fuel, 1 October 2019, Volume 253, Pages 823 - 832 <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0016236119308130>> [consulta: octubre 2022].
- [25] Sanawar H., et al. 2018. Enhanced biofilm solubilization by urea in reverse osmosis membrane systems. [en línea] Water Research X, 1 December 2018, Volume 1, 100004 <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2589914718300045>> [consulta: octubre 2022].
- [26] Li H., Yu P. and Luo Y. 2014. Fouling mechanisms and primary foulant constituents in reverse osmosis membrane reclamation of a petrochemical secondary effluent. [en línea] Desalination and Water Treatment, 2015, Volume 54, Issue 12 <<https://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/19443994.2014.910138?journalCode=tdwt20>> [consulta: octubre 2022].
- [27] Fernandez-Álvarez G., et al. 2010. Autopsy of SWRO membranes from desalination plant in Ceuta after 8 years in operation. [en línea] Desalination, 30 November 2010, Volume 263, Issues 1 – 3, Pages 264 - 270 <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0011916410004777>> [consulta: octubre 2022].
- [28] Balcik C. 2021. Understanding the operational problems and fouling characterization of RO membrane used for brackish water treatment via membrane autopsy. [en línea] Water Sci Technol, 2021, 84 (12): 3653 – 3662 <<https://iwaponline.com/wst/article/84/12/3653/84721/Understanding-the-operational-problems-and-fouling>> [consulta: octubre 2022].
- [29] Ruiz-García A., Melián-Martel N. and Mena V. 2018. Fouling characterization of RO membranes after 11 years of operation in a brackish water desalination plant. [en línea] Desalination, 15 March 2018, Volume 430, Pages 180 - 185 <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0011916417313164>> [consulta: octubre 2022].
- [30] Kim S., et al. 2015. Foulant characterization and distribution in spiral wound reverse osmosis membranes from different pressure vessels. [en línea] Desalination, 17 August 2015, Volume 370, Pages 44 - 52 <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0011916415003161>> [consulta: octubre 2022].
- [31] Adeniyi A., et al. 2020. Predicting the fouling tendency of thin film composite membranes using fractal analysis and membrane autopsy. [en línea] Alexandria Engineering Journal, December 2020, Volume 59, Issue 6, Pages 4397 - 4407 <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1110016820303707>> [consulta: octubre 2022].
- [32] Fortunato L., et al. 2020. Fouling investigation of a full-scale seawater reverse osmosis desalination (SWRO) plant on the Red Sea: Membrane autopsy and pretreatment efficiency. [en línea] Desalination, 15 December 2020, Volume 496, 114536 <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0011916420306573>> [consulta: octubre 2022].
- [33] Gonzalez-Gil G., et al. 2021. Clinical Autopsy of a Reverse Osmosis Membrane Module. [en línea] Chem. Eng., Sec. Separation Processes, 28 May 2021 <<https://www.frontiersin.org/articles/10.3389/fceng.2021.683379/full>> [consulta: octubre 2022].
- [34] Ozbey-Unal B., et al. 2020. Treatment of organized industrial zone wastewater by micro-

- filtration/reverse osmosis membrane process for water recovery: From lab to pilot scale. [en línea] *Journal of Water Process Engineering*, December 2020, Volume 38, 101646 <<https://www.frontiersin.org/articles/10.3389/fceng.2021.683379/full>> [consulta: noviembre 2022].
- [35] AWC. Autopsia de Membrana. [en línea] <<https://www.membranechemicals.com/es/servicios/autopsia-de-membrana/>> [consulta: noviembre 2022].
- [36] CROMTEK. Pérdida por Ignición: ¿Qué es y cómo se calcula?. [en línea] <<https://www.cromtek.cl/2022/10/05/perdida-por-ignicion-que-es-y-como-se-calcula/>> [consulta: octubre 2022].
- [37] Hydrovida. Membrane Autopsy Service Capabilities. [en línea] <<https://www.hydrovida.com/membrane-autopsy.html>> [consulta: octubre 2022].
- [38] Sandin R., et al. 2012. Técnicas Espectroscópicas para la Evaluación de la Oxidación en Membranas de Ósmosis Inversa. [en línea] Conference: AEDYR IX Congreso internacional, At: Madrid (Spain)<https://www.researchgate.net/publication/260601722_Tecnicas_Espectroscopicas_para_la_Evaluacion_de_la_Oxidacion_en_Membranas_de_Osmosis_Inversa> [consulta: octubre 2022].
- [39] FuturENVIRO. 2013. Consideraciones sobre el test de Fujiwara para la determinación de la oxidación en membranas de poliamida. [en línea] <<https://www.interempresas.net/Agua/Articulos/458872-Consideraciones-sobre-test-Fujiwara-determinacion-oxidacion-membranas-poliamida.html>> [consulta: octubre 2022].
- [40] Castañeda R. Metodología Actualizada para Determinación de Ácidos Humicos y Fulvicos. [diapositivas] Cátedra Ing. Agr. Texto en español. 14 p.
- [41] Saadatkhan N., et al. 2019. Experimental methods in chemical engineering: Thermogravimetric analysis—TGA. [en línea] *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, January 2020, Volume 98, Issue 1, Pages 34 - 43 <<https://onlinelibrary.wiley.com/doi/full/10.1002/cjce.23673>> [consulta: diciembre 2022].
- [42] Berthomieu C. and Hienerwadel R. 2009. Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy. [en línea] *Photosynthesis Research*, 2009, volume 101, pages 157 - 170 <<https://link.springer.com/article/10.1007/s11120-009-9439-x>> [consulta: diciembre 2022].
- [43] Zhou W., et al. 2006. Fundamentals of Scanning Electron Microscopy. [en línea] Springer, *Scanning Microscopy for Nanotechnology*, pp 1 - 40 <<https://onlinelibrary.wiley.com/doi/full/10.1002/cjce.23673>> [consulta: septiembre 2022].
- [44] Mutalib M., et al. 2017. Chapter 9 - Scanning Electron Microscopy (SEM) and Energy-Dispersive X-Ray (EDX) Spectroscopy. [en línea] *Membrane Characterization*, 2017, Pages 161 - 179 <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B978044463776500097>> [consulta: septiembre 2022].
- [45] CROMTEK. Ángulo de contacto: ¿Qué es y cómo se calcula?. [en línea] *Membrane Characterization*, 2017, Pages 161 - 179 <<https://www.cromtek.cl/2021/03/31/angulo-de-contacto-que-es-y-como-se-calcula/>> [consulta: diciembre 2022].
- [46] Moel P. et al. 2013. Assessment of calculation methods for calcium carbonate saturation in drinking water for DIN 38404-10 compliance. [en línea] *Drinking Water Engineering and Science Discussions* 6(2), August 2013, p.p 167 - 198 <<https://www.tandfonline.com/doi/full/10.1080/09593330.2021.1918262>> [consulta: agosto 2022].

- [47] Bai S. et al. 2020. Ammonium chloride catalyze sulfidation mechanism of smithsonite surface: Visual MINTEQ models, ToF-SIMS and DFT studies. [en línea] Minerals Engineering, 15 January 2020, Volume 146, 106115 <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0892687519305266>> [consulta: agosto 2022].
- [48] Solvusoft Corporation. 2011-2022. Origin - Resumen del Software. [en línea] <<https://www.solvusoft.com/es/file-extensions/software/originlab/origin/>> [consulta: octubre 2022].
- [49] Hongslo T. and Jansson E. 2009. Health survey of aquarium fish in Swedish pet-shops. [en línea] Bull. Eur. Ass. Fish Pathol., 2009, 29(5), 163 <<https://eafp.org/download/2009-Volume29/Issue%205/Bulletin%20295-3.pdf>> [consulta: agosto 2022].
- [50] Postlethwaite M. 2010. Water test kits and their uses, in Introduction to Freshwater Fish Keeping. Null. p. 77, 228 pages.
- [51] Nandiyanto A., Oktiani R. and Ragadhita R. 2019. How to read and interpret FTIR spectrocope of organic material. [en línea] Indonesian Journal of Indonesian Journal of Science & Technology 4 (1), 2019, p.p 97 - 118 <https://www.researchgate.net/publication/332035024_How_to_Read_and_Interpret_FTIR_Spectrocope_of_Organic_Material> [consulta: octubre 2022].
- [52] Saadatkhah N., et al. 2019. Experimental methods in chemical engineering: Thermogravimetric analysis—TGA. [en línea] The Canadian Journal of Chemical Engineering, January 2020, Volume98, Issue 1, Pages 34 - 43 <<https://onlinelibrary.wiley.com/doi/full/10.1002/cjce.23673>> [consulta: octubre 2022].
- [53] Wang X., et al. 2017. Preparation of a polyphenylene sulfide membrane from a ternary polymer/solvent/non-solvent system by thermally induced phase separation. [en línea] RSC Adv., 2017, 7, 10503-10516 <<https://pubs.rsc.org/en/content/articlehtml/2017/ra/c6ra28762j>> [consulta: octubre 2022].
- [54] Gutiérrez H. and de la Vara R. 2012. Diseño en Cuadro Latino. Diseños en bloques, in Análisis y diseño de experimentos. 3rd ed., A. L. D. R., pp. 92–97.
- [55] Soporte de Minitab 21. ¿Qué es ANOVA?. [en línea] Membrane Characterization, 2017, Pages 161 - 179 <<https://support.minitab.com/es-mx/minitab/21/help-and-how-to/statistical-modeling/anova/supporting-topics/basics/what-is-anova/>> [consulta: noviembre 2022].
- [56] Voutchkov N. 2013. Desalination Engineering: Planning and Design. Mc Graw Hill.
- [57] Jmvr C. 2016. Osmosis: Teoría y Cálculo. [en línea] SlideShare from Scribd <<https://es.slideshare.net/JxMTTTT/osmosisteoriaycalculos>> [consulta: octubre 2022].
- [58] Lenntech. Calcium Phosphate Scale Prevention. [en línea] <<https://www.lenntech.com/Data-sheets/Filmtec-Pretreatment-Calcium-L.pdf>> [consulta: octubre 2022].
- [59] Al-Rawajfeh A. and Al-Shamaileh E. 2006. Assessment of tap water resources quality and its potential of scale formation and corrosivity in Tafila Province, South Jordan. [en línea] Desalination, 5 February 2007, Volume 206, Issues 1–3, Pages 322 - 332 <https://chile.un.org/sites/default/files/2021-03/PB%20Recursos%20H%C3%ADricos_FINAL_17%20de%20marzo.pdf> [consulta: octubre 2022].
- [60] Lahav O. and Birnhack L. 2006. Quality criteria for desalinated water following post-treatment. [en línea] Desalination, 10 March 2007, Volume 207, Issues 1–3, Pages 286 -

- 303 <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0011916407000306?via%3Dihub>> [consulta: octubre 2022].
- [61] Boyd C. 2020. Water Quality: An Introduction. 3rd Edition. Springer.
- [62] Clarke C., Roux S. and Roychoudhury A. 2014. The role of evaporation on the formation of secondary Cu-hydroxy minerals in the arid Namaqualand soil system of South Africa. [en línea] Applied Geochemistry, August 2014, Volume 47, Pages 52 - 60 <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0883292714001085>> [consulta: octubre 2022].
- [63] McPhillips L., et al. 2014. Assessing dissolved methane patterns in central New York groundwater. [en línea] Journal of Hydrology: Regional Studies, July 2014, Volume 1, Pages 57 - 73 <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B978044463776500097>> [consulta: noviembre 2022].
- [64] Al-Hmani A., et al. 2022. Assessment of groundwater in Sana'a Basin aquifers, Yemen, using hydrogeochemical modeling and multivariate statistical analysis. [en línea] Arabian Journal of Geosciences volume 15, 2022, Article number: 684 <<https://link.springer.com/article/10.1007/s12517-022-09979-3>> [consulta: noviembre 2022].
- [65] Nazzal Y., et al. 2014. A pragmatic approach to study the groundwater quality suitability for domestic and agricultural usage, Saq aquifer, northwest of Saudi Arabia. [en línea] Environmental Monitoring and Assessment volume 186, 2014, pages 4655 – 4667 <<https://link.springer.com/article/10.1007/s12517-022-09979-3>> [consulta: noviembre 2022].
- [66] KRISHER AS, MONSANTO CO., ST. LOUIS MO, USA. 1978. Raw water treatment in the CPI. [en línea] CHEM. ENGNG; USA; DA. 1978; VOL. 85; NO 19; PP. 79-98; BIBL. 21 REF. <<http://pascal-francis.inist.fr/vibad/index.php?action=getRecordDetail&idt=PASCAL7960009868>> [consulta: octubre 2022].
- [67] Sancha A. M., Lira L. Universidad de Chile. Presencia de Cobre en Aguas de Consumo Humano: Causas, Efectos y Soluciones. [en línea] <<http://www.ingenieroambiental.com/4014/sancha.pdf>> [consulta: abril 2023].
- [68] Szymanska-Chargot M. and Zdunek A. 2013. Use of FT-IR Spectra and PCA to the Bulk Characterization of Cell Wall Residues of Fruits and Vegetables Along a Fraction Process. [en línea] Food Biophysics, 2013, volume 8, pages 29 – 42 <<https://link.springer.com/article/10.1007/s11483-012-9279-7>> [consulta: diciembre 2022].
- [69] Pin M., et al. 2018. Atomistic evolution during the phase transition on a metastable single NaYF₄:Yb,Er upconversion nanoparticle. [en línea] Scientific Reports, 2018, volume 8, Article number: 2199 <<https://www.nature.com/articles/s41598-018-20702-9>> [consulta: diciembre 2022].
- [70] Dawood D., et al. 2020. Extraction and chemical characterization of novel water-soluble polysaccharides from two palm species and their antioxidant and antitumor activities. [en línea] Egyptian Journal of Basic and Applied Sciences, 2020, Volume 7, Issue 1 <<https://www.tandfonline.com/doi/full/10.1080/2314808X.2020.1773126>> [consulta: diciembre 2022].
- [71] Xu C., et al. 2019. Biosynthesis of Polysaccharides-Capped Selenium Nanoparticles Using Lactococcus lactis NZ9000 and Their Antioxidant and Anti-inflammatory Activities. [en línea] Microbiol., Sec. Microbiotechnology, 26 July 2019 <<https://www.frontiersin.org/>

- [articles/10.3389/fmicb.2019.01632/full](#)> [consulta: diciembre 2022].
- [72] Tang C., Kwon Y. and Leckie J. 2009. Effect of membrane chemistry and coating layer on physiochemical properties of thin film composite polyamide RO and NF membranes: II. Membrane physiochemical properties and their dependence on polyamide and coating layers. [en línea] *Desalination*, June 2009, Volume 242, Issues 1 – 3, Pages 168 - 182 <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0011916409002227>> [consulta: diciembre 2022].
- [73] Dražević E., Košutić K. and Freger V. 2014. Permeability and selectivity of reverse osmosis membranes: Correlation to swelling revisited. [en línea] *Desalination*, June 2009, Volume 242, Issues 1 – 3, Pages 168 - 182 *Water Research*, 1 February 2014, Volume 49, Pages 444-452 <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0043135413008105?casa_token=4VyAKBG_hDEAAAAA:CLLHOj1onLJJRF1CnAvv6ayprLN0iF_-ApdHsnWLS2rxuxC2hX07wx0OhZH8kAzUalT1pfG2qxs> [consulta: diciembre 2022].
- [74] Al-Abri M., et al. 2022. Autopsy of Used Reverse Osmosis Membranes from the Largest Seawater Desalination Plant in Oman. [en línea] *Membranes*, 2022, 12(7), 671 <<https://www.mdpi.com/2077-0375/12/7/671>> [consulta: diciembre 2022].
- [75] Adel M., et al. 2022. Characterization of fouling for a full-scale seawater reverse osmosis plant on the Mediterranean sea: membrane autopsy and chemical cleaning efficiency. [en línea] *Groundwater for Sustainable Development*, February 2022, Volume 16, 100704 <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S2352801X21001612>> [consulta: diciembre 2022].
- [76] Tanuwidjaja D., et al. 2020. Comparison of membrane fouling and cleaning in one-pass reverse osmosis and two-pass nanofiltration approaches to seawater desalination. [en línea] *Desalination and Water Treatment* 193, July 2020, 235 – 250 <https://www.deswater.com/DWT_articles/vol_193_papers/193_2020_235.pdf> [consulta: diciembre 2022].
- [77] Lee Y., et al. 2021. Sequential effects of cleaning protocols on desorption of reverse osmosis membrane foulants: Autopsy results from a full-scale desalination plant. [en línea] *Desalination*, 15 March 2021, Volume 500, 114830 <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0011916420315083>> [consulta: enero 2023].
- [78] Baek Y., et al. 2012. Measuring hydrophilicity of RO membranes by contact angles via sessile drop and captive bubble method: A comparative study. [en línea] *Desalination*, 1 October 2012, Volume 303, Pages 23 - 28 <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0011916412003669?casa_token=EKndJBHed5EAAAAA:WspbDtY8MmZwxBs0TAAQ4spTMoWZERtOErj0uhogxsCGLAtENzv_TdzajqDAkMEkvEJvWpNgXks> [consulta: enero 2023].
- [79] Jeong S., et al. 2013. Foulant analysis of a reverse osmosis membrane used pretreated seawater. [en línea] *Journal of Membrane Science*, 1 February 2013, Volume 428, Pages 434 - 444 <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0376738812008113?casa_token=ofJP5oBBF14AAAAA:oWwfD-tK5BxNB78S0Goh1DWIPBjIFzY1hV9xW3_uMXyAf4t6vJx6N0iQUy1VpIVrESwddCOZRuo> [consulta: enero 2023].
- [80] Xu P., Bellona C. and Drewes J. 2010. Fouling of nanofiltration and reverse osmosis membranes during municipal wastewater reclamation: Membrane autopsy results from pilot-scale investigations. [en línea] *Journal of Membrane Science*, 1 May 2010, Volume

- 353, Issues 1–2, Pages 111 - 121 <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0376738810001456?casa_token=rz0q75EsexacAAAA:Vmy7bMhlpX90Z4NNHG00UoNfti7Zj5PCAYiZu-zWXMsQWsMzVkzD5tR6cyHwvDzMqiCW-iWjSU> [consulta: enero 2023].
- [81] Tan Y., et al. 2017. Fouling characteristics and fouling control of reverse osmosis membranes for desalination of dyeing wastewater with high chemical oxygen demand. [en línea] *Desalination*, 1 October 2017, Volume 419, Pages 1 - 7 <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0011916416319725>> [consulta: diciembre 2022].
- [82] Song W., et al. 2020. Spatial variation of fouling behavior in high recovery nanofiltration for industrial reverse osmosis brine treatment towards zero liquid discharge. [en línea] *Journal of Membrane Science*, 15 August 2020, Volume 609, 118185 <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0376738820307638>> [consulta: diciembre 2022].
- [83] Voutchkov N. 2019. Diagnostics of membrane fouling and scaling, in *Pretreatment for Reverse Osmosis Desalination*. ELSEVIER. p. 64.
- [84] Antony A., et al. 2010. Assessing the oxidative degradation of polyamide reverse osmosis membrane—Accelerated ageing with hypochlorite exposure. [en línea] *Journal of Membrane Science*, 1 February 2010, Volume 347, Issues 1 – 2, Pages 159 - 164 <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0376738809007480>> [consulta: diciembre 2022].
- [85] Aguilar A., et al. 2018. Acid mine drainage treatment by nanofiltration: A study of membrane fouling, chemical cleaning, and membrane ageing. [en línea] *Separation and Purification Technology*, 9 February 2018, Volume 192, Pages 185 - 195 <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1383586617306573?casa_token=m5zplB7M6sEAAAA:hiFUQK1y3jvRTVQVSWHX7kieR17cVQ1Xp6_0IwL0QFu2-sPzvaxIhpU95jTu9dcujiKSUEP4ePE> [consulta: enero 2023].
- [86] Madaeni S. and Samieirad S. 201. Chemical cleaning of reverse osmosis membrane fouled by wastewater. [en línea] *Desalination*, July 2010, Volume 257, Issues 1 – 3, Pages 80 - 86 <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0011916410001372?casa_token=tdr1M2DvZYgAAAA:uZhJ4yC6JL5d9BND0xVX1-DH0aVOr9KjD-yFvLpL27vW5NdYzQRQYfo_zSonat8vY-aB1agdEmk> [consulta: enero 2023].
- [87] Maskooki A., Mortazavi S. and Maskooki A. 2010. Cleaning of spiralwound ultrafiltration membranes using ultrasound and alkaline solution of EDTA. [en línea] *Desalination*, 15 December 2010, Volume 264, Issues 1–2, Pages 63 - 69 <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0011916410005035?casa_token=oYQKp5h-BOcAAAA:OTkxDarWcsTiR9wgaFXhw2yRCWQSbwKBtl_xKQl46EADiI2RPFM6ur3Yl4G98NBVCLlYunnvekQ> [consulta: enero 2023].
- [88] Saavedra, A., Valdés, H., Zúñiga, C. 2022. Manual técnico de desalación y purificación de aguas mediante osmosis inversa. [en línea] *Boletín INIA N° 462*, Instituto de Investigaciones Agropecuarias, Centro Regional de Investigación La Cruz, La Cruz, Chile. p. 300.[consulta: enero 2023].
- [89] Pure Aqua, Inc. QUÍMICOS PARA ÓSMOSIS INVERSA. [en línea] <<https://es.pureaqua.com/quimicos-pure-aqua/>> [consulta: enero 2023].
- [90] American Water Chemicals, Inc. Químicos RO / NF: Productos Químicos para Limpieza de Membrana. [en línea] <<https://www.membranechemicals.com/es/product-category/>>

[productos-quimicos-para-limpieza-de-membrana/](#)> [consulta: enero 2023].

- [91] Clear Technologies S.A.C. 2022. Los Mejores Productos Químicos para las Membranas de Ósmosis Inversa. [en línea] <<https://clear-technologies.com/productos-quimicos-para-osmosis-inversa/>> [consulta: enero 2023].

Anexos

Anexo A. Información de los índices de saturación - Software *PHREEQC Interactive*

En esta sección se presenta en detalle los resultados obtenidos al utilizar la analítica del agua entregada por parte de la empresa *Glauben Ecology* spa en el software *PHREEQC Interactive* para encontrar las posibles fases sólidas presentes en el agua que pueden estar afectando al sistema de RO.

En particular, a través de este software es posible extraer información respecto a los índices de saturación, donde la tabla A.1, A.2, A.3 y A.4 corresponden a los datos obtenidos para la piscina IL5, IL6, IL7 y permeado, respectivamente.

De la información obtenida en la tabla A.1 se puede observar que 17 compuestos se pueden encontrar en equilibrio con su fase sólida presente, correspondiente a los valores mayores a 0 de los índices de saturación, conocidos por su sigla en inglés como SI. De los 17 compuestos, lo que tienen en común es la presencia de *Si* y *Al*, donde, en menor medida se encuentra *Fe*, *Mn*, *Ca*, *K*, *Na* y otros elementos.

Respecto a los resultados obtenidos en la tabla A.2 se puede apreciar que 12 compuestos pueden estar en equilibrio con su fase sólida presente, correspondiente a los valores mayores a 0 de los SI. De los 12 compuestos, lo que tienen en común es la presencia de *Si* y *Al*, mientras que en menor medida se encuentran *Fe*, *K*, *Ca* y otros elementos.

De los resultados obtenidos en la tabla A.3, se puede apreciar que 21 compuestos pueden estar en equilibrio con su fase sólida presente, correspondiente a los valores mayores a 0 de los SI. De los 21 compuestos, lo que tienen en común es la presencia de *Si* y *Al*, mientras que en menor medida se presentan *Fe*, *K*, *Ca*, *Mg*, *Ca* y otros elementos.

Por último, respecto a los resultados obtenidos en la tabla A.4, se puede apreciar que 5 compuestos pueden estar en equilibrio con su fase sólida presente, correspondiente a los valores mayores a 0 de los SI. De los 5 compuestos, lo que tienen en común es la presencia de *Si*, *Fe* y *Al*.

Tabla A.1: Información sobre los índices de saturación para la piscina IL5.

| <i>Fase</i> | <i>SI</i> | <i>log IAP</i> | <i>log K (280 K, 1 atm)</i> | <i>Formula</i> |
|--------------------|--------------|----------------|-----------------------------|--|
| $Al(OH)_3$ (a) | 0,21 | 12,27 | 12,06 | $Al(OH)_3$ |
| Albita | 2,17 | -17,06 | -19,23 | $NaAlSi_3O_8$ |
| Alunita | 4,79 | 5,77 | 0,98 | $KAl_3(SO_4)_2(OH)_6$ |
| Anhidrita | -1,28 | -5,38 | -4,09 | $CaSO_4$ |
| Anortita | 0,81 | -19,45 | -20,26 | $CaAl_2Si_2O_8$ |
| Aragonito | -0,48 | -8,72 | -8,24 | $CaCO_3$ |
| Baritina | -0,58 | -10,61 | -10,03 | $BaSO_4$ |
| Ca-Montmorillonita | 7,91 | -39,88 | -47,79 | $Ca_{0.165}Al_{2.33}Si_{3.67}O_{10}(OH)_2$ |
| Calcita | -0,32 | -8,72 | -8,4 | $CaCO_3$ |
| Calcedonia | 0,23 | -3,55 | -3,78 | SiO_2 |
| Clorito (14A) | 0,33 | 75,89 | 75,56 | $Mg_5Al_2Si_3O_{10}(OH)_8$ |
| Crisotilo | -4,48 | 30,1 | 34,58 | $Mg_3Si_2O_5(OH)_4$ |
| CO_2 (g) | -2,95 | -4,17 | -1,22 | CO_2 |
| Dolomita | -0,87 | -17,51 | -16,64 | $CaMg(CO_3)_2$ |
| $Fe(OH)_3$ (a) | 1,09 | 5,98 | 4,89 | $Fe(OH)_3$ |
| Gibbsita | 3,08 | 12,27 | 9,19 | $Al(OH)_3$ |
| Goethita | 6,29 | 5,98 | -0,31 | $FeOOH$ |
| Yeso | -0,78 | -5,38 | -4,6 | $CaSO_4 : 2H_2O$ |
| H_2 (g) | -23,22 | -26,27 | -3,04 | H_2 |
| H_2O (g) | -2 | 0 | 2 | H_2O |
| Hálito | -4,77 | -3,22 | 1,55 | $NaCl$ |
| Hausmanita | -13,73 | 52,07 | 65,8 | Mn_3O_4 |
| Hematites | 14,51 | 11,96 | -2,55 | Fe_2O_3 |
| Hidroxiapatita | -2,26 | -3,97 | -1,71 | $Ca_5(PO_4)_3OH$ |
| Ilita | 7,8 | -35,06 | -42,86 | $K_{0.6}Mg_{0.25}Al_{2.3}Si_{3.5}O_{10}(OH)_2$ |
| Jarosita-K | -5,36 | -13,09 | -7,73 | $KFe_3(SO_4)_2(OH)_6$ |
| K-feldespató | 3,65 | -18,38 | -22,03 | $KAlSi_3O_8$ |
| K-mica | 15,32 | 30,83 | 15,52 | $KAl_3Si_3O_{10}(OH)_2$ |
| Caolinita | 8,34 | 17,44 | 9,11 | $Al_2Si_2O_5(OH)_4$ |
| Manganita | -4,12 | 21,22 | 25,34 | $MnOOH$ |
| Melanterita | -7,54 | -9,99 | -2,46 | $FeSO_4 : 7H_2O$ |
| O_2 (g) | -43,33 | -46,07 | -2,73 | O_2 |
| Pirocroita | -5,58 | 9,62 | 15,2 | $Mn(OH)_2$ |
| Pirolusita | -11,64 | 32,82 | 44,46 | $MnO_2 : H_2O$ |
| Cuarzo | 0,72 | -3,55 | -4,26 | SiO_2 |
| Rodocrosita | -0,51 | -11,57 | -11,06 | $MnCO_3$ |
| Sepiolita | -2,11 | 14,16 | 16,27 | $Mg_2Si_3O_{7.5}OH : 3H_2O$ |
| Sepiolita (d) | -4,5 | 14,16 | 18,66 | $Mg_2Si_3O_{7.5}OH : 3H_2O$ |
| Siderita | -2,56 | -13,33 | -10,77 | $FeCO_3$ |
| SiO_2 (a) | -0,68 | -3,55 | -2,87 | SiO_2 |
| Smithsonita | -3,55 | -13,34 | -9,79 | $ZnCO_3$ |
| Silvita | -5,35 | -4,54 | 0,8 | KCl |
| Talco | -0,58 | 23,01 | 23,59 | $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$ |
| Vivianita | -9,67 | -45,67 | -36 | $Fe_3(PO_4)_2 : 8H_2O$ |
| Willemita | -4,76 | 12,15 | 16,91 | Zn_2SiO_4 |
| Witherita | -5,3 | -13,95 | -8,66 | $BaCO_3$ |
| $Zn(OH)_2$ (e) | -3,65 | 7,85 | 130 11,5 | $Zn(OH)_2$ |

Tabla A.2: Información sobre los índices de saturación para la piscina IL6.

| <i>Fase</i> | <i>SI</i> | <i>log IAP</i> | <i>log K (280 K, 1 atm)</i> | <i>Formula</i> |
|--------------------|--------------|----------------|-----------------------------|--|
| $Al(OH)_3$ (a) | 0,7 | 12,65 | 11,95 | $Al(OH)_3$ |
| Albita | 1,49 | -17,64 | -19,13 | $NaAlSi_3O_8$ |
| Alunita | 7,45 | 8,24 | 0,79 | $KAl_3(SO_4)_2(OH)_6$ |
| Anhidrita | -1,13 | -5,23 | -4,11 | $CaSO_4$ |
| Anortita | 0,64 | -19,57 | -20,22 | $CaAl_2Si_2O_8$ |
| Aragonito | -0,7 | -8,95 | -8,25 | $CaCO_3$ |
| Baritina | -0,3 | -10,32 | -10,02 | $BaSO_4$ |
| Ca-Montmorillonita | 7,82 | -39,75 | -47,57 | $Ca_{0.165}Al_{2.33}Si_{3.67}O_{10}(OH)_2$ |
| Calcita | -0,54 | -8,95 | -8,4 | $CaCO_3$ |
| Calcedonia | -0,07 | -3,83 | -3,76 | SiO_2 |
| Clorito (14A) | -2,43 | 72,54 | 74,97 | $Mg_5Al_2Si_3O_{10}(OH)_8$ |
| Crisolito | -6,81 | 27,58 | 34,39 | $Mg_3Si_2O_5(OH)_4$ |
| CO_2 (g) | -2,53 | -3,77 | -1,24 | CO_2 |
| Dolomita | -1,28 | -17,96 | -16,68 | $CaMg(CO_3)_2$ |
| $Fe(OH)_3$ (a) | -0,2 | 4,69 | 4,89 | $Fe(OH)_3$ |
| Gibbsita | 3,55 | 12,65 | 9,1 | $Al(OH)_3$ |
| Goethita | 5,06 | 4,69 | -0,37 | $FeOOH$ |
| Yeso | -0,64 | -5,23 | -4,59 | $CaSO_4 : 2H_2O$ |
| H_2 (g) | -22,45 | -25,49 | -3,05 | H_2 |
| H_2O (g) | -1,96 | 0 | 1,96 | H_2O |
| Hálito | -4,56 | -3 | 1,56 | $NaCl$ |
| Hausmanita | -16,29 | 49,12 | 65,41 | Mn_3O_4 |
| Hematites | 12,05 | 9,39 | -2,67 | Fe_2O_3 |
| Hidroxiapatita | -4,29 | -6,14 | -1,85 | $Ca_5(PO_4)_3OH$ |
| Ilita | 7,52 | -35,13 | -42,65 | $K_{0.6}Mg_{0.25}Al_{2.3}Si_{3.5}O_{10}(OH)_2$ |
| Jarosita-K | -7,79 | -15,64 | -7,85 | $KFe_3(SO_4)_2(OH)_6$ |
| K-feldespató | 2,94 | -18,97 | -21,91 | $KAlSi_3O_8$ |
| K-mica | 15,56 | 30,85 | 15,29 | $KAl_3Si_3O_{10}(OH)_2$ |
| Caolinita | 8,67 | 17,64 | 8,97 | $Al_2Si_2O_5(OH)_4$ |
| Manganita | -5,23 | 20,11 | 25,34 | $MnOOH$ |
| Melanterita | -7,69 | -10,13 | -2,44 | $FeSO_4 : 7H_2O$ |
| O_2 (g) | -44,35 | -47,1 | -2,75 | O_2 |
| Pirocroita | -6,3 | 8,9 | 15,2 | $Mn(OH)_2$ |
| Pirolusita | -12,89 | 31,32 | 44,21 | $MnO_2 : H_2O$ |
| Cuarzo | 0,41 | -3,83 | -4,24 | SiO_2 |
| Rodocrosita | -0,79 | -11,86 | -11,07 | $MnCO_3$ |
| Sepiolita | -4,23 | 12 | 16,23 | $Mg_2Si_3O_{7.5}OH : 3H_2O$ |
| Sepiolita (d) | -6,66 | 12 | 18,66 | $Mg_2Si_3O_{7.5}OH : 3H_2O$ |
| Siderita | -3,05 | -13,84 | -10,78 | $FeCO_3$ |
| SiO_2 (a) | -0,97 | -3,83 | -2,86 | SiO_2 |
| Smithsonita | -4,07 | -13,88 | -9,81 | $ZnCO_3$ |
| Silvita | -5,15 | -4,34 | 0,81 | KCl |
| Talco | -3,5 | 19,92 | 23,41 | $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$ |
| Vivianita | -11,7 | -47,7 | -36 | $Fe_3(PO_4)_2 : 8H_2O$ |
| Willemita | -6,85 | 9,94 | 16,78 | Zn_2SiO_4 |
| Witherita | -5,39 | -14,03 | -8,65 | $BaCO_3$ |
| $Zn(OH)_2$ (e) | -4,62 | 6,88 | 131 11,5 | $Zn(OH)_2$ |

Tabla A.3: Información sobre los índices de saturación para la piscina IL7.

| <i>Fase</i> | <i>SI</i> | <i>log IAP</i> | <i>log K (280 K, 1 atm)</i> | <i>Formula</i> |
|------------------------------------|--------------|----------------|-----------------------------|---|
| <i>Al(OH)</i> ₃ (a) | -2,55 | 9,32 | 11,87 | <i>Al(OH)</i> ₃ |
| Albita | 0,03 | -19,01 | -19,04 | <i>NaAlSi</i> ₃ <i>O</i> ₈ |
| Alunita | -2,72 | -2,1 | 0,62 | <i>KAl</i> ₃ <i>(SO</i> ₄ <i>)</i> ₂ <i>(OH)</i> ₆ |
| Anhidrita | -0,96 | -5,08 | -4,12 | <i>CaSO</i> ₄ |
| Anortita | -4,34 | -24,52 | -20,18 | <i>CaAl</i> ₂ <i>Si</i> ₂ <i>O</i> ₈ |
| Aragonito | 0,22 | -8,03 | -8,25 | <i>CaCO</i> ₃ |
| Baritina | 0,62 | -9,38 | -10 | <i>BaSO</i> ₄ |
| Ca-Montmorillonita | 1,95 | -45,42 | -47,37 | <i>Ca</i> _{0.165} <i>Al</i> _{2.33} <i>Si</i> _{3.67} <i>O</i> ₁₀ <i>(OH)</i> ₂ |
| Calcita | 0,37 | -8,03 | -8,41 | <i>CaCO</i> ₃ |
| Calcedonia | 0,37 | -3,37 | -3,74 | <i>SiO</i> ₂ |
| Clorito (14A) | -4,51 | 69,96 | 74,47 | <i>Mg</i> ₅ <i>Al</i> ₂ <i>Si</i> ₃ <i>O</i> ₁₀ <i>(OH)</i> ₈ |
| Crisotilo | -4,11 | 30,12 | 34,22 | <i>Mg</i> ₃ <i>Si</i> ₂ <i>O</i> ₅ <i>(OH)</i> ₄ |
| <i>CO</i> ₂ (g) | -2,15 | -3,41 | -1,26 | <i>CO</i> ₂ |
| Dolomita | 0,59 | -16,12 | -16,71 | <i>CaMg(CO</i> ₃ <i>)</i> ₂ |
| <i>Fe(OH)</i> ₃ (a) | 3,87 | 8,76 | 4,89 | <i>Fe(OH)</i> ₃ |
| Gibbsita | 0,29 | 9,32 | 9,03 | <i>Al(OH)</i> ₃ |
| Goethita | 9,18 | 8,76 | -0,42 | <i>FeOOH</i> |
| Yeso | -0,49 | -5,08 | -4,59 | <i>CaSO</i> ₄ : 2 <i>H</i> ₂ <i>O</i> |
| <i>H</i> ₂ (g) | -23,05 | -26,1 | -3,05 | <i>H</i> ₂ |
| <i>H</i> ₂ <i>O</i> (g) | -1,93 | 0 | 1,92 | <i>H</i> ₂ <i>O</i> |
| Hálito | -4,3 | -2,74 | 1,56 | <i>NaCl</i> |
| Hausmanita | -12,66 | 52,42 | 65,08 | <i>Mn</i> ₃ <i>O</i> ₄ |
| Hematites | 20,29 | 17,52 | -2,77 | <i>Fe</i> ₂ <i>O</i> ₃ |
| Hidroxiapatita | -0,34 | -2,31 | -1,97 | <i>Ca</i> ₅ <i>(PO</i> ₄ <i>)</i> ₃ <i>OH</i> |
| Illita | 1,98 | -40,49 | -42,47 | <i>K</i> _{0.6} <i>Mg</i> _{0.25} <i>Al</i> _{2.3} <i>Si</i> _{3.5} <i>O</i> ₁₀ <i>(OH)</i> ₂ |
| Jarosita-K | 4,18 | -3,77 | -7,95 | <i>KFe</i> ₃ <i>(SO</i> ₄ <i>)</i> ₂ <i>(OH)</i> ₆ |
| K-feldespato | 1,43 | -20,38 | -21,81 | <i>KAlSi</i> ₃ <i>O</i> ₈ |
| K-mica | 7,54 | 22,63 | 15,09 | <i>KAl</i> ₃ <i>Si</i> ₃ <i>O</i> ₁₀ <i>(OH)</i> ₂ |
| Caolinita | 3,04 | 11,89 | 8,85 | <i>Al</i> ₂ <i>Si</i> ₂ <i>O</i> ₅ <i>(OH)</i> ₄ |
| Manganita | -4,03 | 21,31 | 25,34 | <i>MnOOH</i> |
| Melanterita | -4,35 | -6,77 | -2,42 | <i>FeSO</i> ₄ : 7 <i>H</i> ₂ <i>O</i> |
| <i>O</i> ₂ (g) | -42,7 | -45,46 | -2,76 | <i>O</i> ₂ |
| Pirocroita | -5,4 | 9,8 | 15,2 | <i>Mn(OH)</i> ₂ |
| Pirolusita | -11,18 | 32,82 | 44 | <i>MnO</i> ₂ : <i>H</i> ₂ <i>O</i> |
| Cuarzo | 0,85 | -3,37 | -4,22 | <i>SiO</i> ₂ |
| Rodocrosita | 0,5 | -10,58 | -11,07 | <i>MnCO</i> ₃ |
| Sepiolita | -1,73 | 14,46 | 16,19 | <i>Mg</i> ₂ <i>Si</i> ₃ <i>O</i> _{7.5} <i>OH</i> : 3 <i>H</i> ₂ <i>O</i> |
| Sepiolita (d) | -4,2 | 14,46 | 18,66 | <i>Mg</i> ₂ <i>Si</i> ₃ <i>O</i> _{7.5} <i>OH</i> : 3 <i>H</i> ₂ <i>O</i> |
| Siderita | 1,07 | -9,72 | -10,79 | <i>FeCO</i> ₃ |
| <i>SiO</i> ₂ (a) | -0,53 | -3,37 | -2,85 | <i>SiO</i> ₂ |
| Smithsonita | -0,23 | -10,05 | -9,82 | <i>ZnCO</i> ₃ |
| Silvita | -4,93 | -4,11 | 0,82 | <i>KCl</i> |
| Talco | 0,11 | 23,37 | 23,26 | <i>Mg</i> ₃ <i>Si</i> ₄ <i>O</i> ₁₀ <i>(OH)</i> ₂ |
| Vivianita | 0,32 | -35,68 | -36 | <i>Fe</i> ₃ <i>(PO</i> ₄ <i>)</i> ₂ : 8 <i>H</i> ₂ <i>O</i> |
| Willemita | 0,61 | 17,28 | 16,67 | <i>Zn</i> ₂ <i>SiO</i> ₄ |
| Witherita | -3,7 | -12,34 | -8,64 | <i>BaCO</i> ₃ |
| <i>Zn(OH)</i> ₂ (e) | -1,18 | 10,32 | 132 11,5 | <i>Zn(OH)</i> ₂ |

Tabla A.4: Información sobre los índices de saturación para la permeado.

| <i>Fase</i> | <i>SI</i> | <i>log IAP</i> | <i>log K (280 K, 1 atm)</i> | <i>Formula</i> |
|--------------------|-------------|----------------|-----------------------------|--|
| $Al(OH)_3$ (a) | -1,96 | 9,9 | 11,87 | $Al(OH)_3$ |
| Albita | -7,59 | -26,63 | -19,04 | $NaAlSi_3O_8$ |
| Alunita | -1,28 | -0,66 | 0,62 | $KAl_3(SO_4)_2(OH)_6$ |
| Anhidrita | -3,44 | -7,55 | -4,12 | $CaSO_4$ |
| Anortita | -10,74 | -30,92 | -20,18 | $CaAl_2Si_2O_8$ |
| Aragonito | -3,3 | -11,55 | -8,25 | $CaCO_3$ |
| Baritina | -2,31 | -12,31 | -10 | $BaSO_4$ |
| Ca-Montmorillonita | -4,71 | -52,08 | -47,37 | $Ca_{0.165}Al_{2.33}Si_{3.67}O_{10}(OH)_2$ |
| Calcita | -3,14 | -11,55 | -8,41 | $CaCO_3$ |
| Calcedonia | -1,66 | -5,4 | -3,74 | SiO_2 |
| Clorito (14A) | -24,88 | 49,59 | 74,47 | $Mg_5Al_2Si_3O_{10}(OH)_8$ |
| Crisotilo | -17,43 | 16,79 | 34,22 | $Mg_3Si_2O_5(OH)_4$ |
| CO_2 (g) | -2,15 | -3,41 | -1,26 | CO_2 |
| Dolomita | -6,01 | -22,73 | -16,71 | $CaMg(CO_3)_2$ |
| $Fe(OH)_3$ (a) | -1,45 | 3,44 | 4,89 | $Fe(OH)_3$ |
| Gibbsita | 0,88 | 9,9 | 9,03 | $Al(OH)_3$ |
| Goethita | 3,86 | 3,44 | -0,42 | $FeOOH$ |
| Yeso | -2,96 | -7,55 | -4,59 | $CaSO_4 : 2H_2O$ |
| H_2 (g) | -20,93 | -23,98 | -3,05 | H_2 |
| H_2O (g) | -1,93 | 0 | 1,92 | H_2O |
| Hálito | -6,66 | -5,1 | 1,56 | $NaCl$ |
| Hausmanita | -29,16 | 35,92 | 65,08 | Mn_3O_4 |
| Hematites | 9,64 | 6,88 | -2,77 | Fe_2O_3 |
| Hidroxiapatita | -17,87 | -19,84 | -1,97 | $Ca_5(PO_4)_3OH$ |
| Ilita | -5,99 | -48,46 | -42,47 | $K_{0.6}Mg_{0.25}Al_{2.3}Si_{3.5}O_{10}(OH)_2$ |
| Jarosita-K | -12,11 | -20,06 | -7,95 | $KFe_3(SO_4)_2(OH)_6$ |
| K-feldespató | -6,49 | -28,3 | -21,81 | $KAlSi_3O_8$ |
| K-mica | 0,79 | 15,88 | 15,09 | $KAl_3Si_3O_{10}(OH)_2$ |
| Caolinita | 0,16 | 9,01 | 8,85 | $Al_2Si_2O_5(OH)_4$ |
| Manganita | -9,88 | 15,46 | 25,34 | $MnOOH$ |
| Melanterita | -7,56 | -9,98 | -2,42 | $FeSO_4 : 7H_2O$ |
| O_2 (g) | -46,94 | -49,7 | -2,76 | O_2 |
| Pirocroita | -10,19 | 5,01 | 15,2 | $Mn(OH)_2$ |
| Pirolusita | -18,09 | 25,91 | 44 | $MnO_2 : H_2O$ |
| Cuarzo | -1,18 | -5,4 | -4,22 | SiO_2 |
| Rodocrosita | -4,29 | -15,36 | -11,07 | $MnCO_3$ |
| Sepiolita | -14 | 2,19 | 16,19 | $Mg_2Si_3O_{7.5}OH : 3H_2O$ |
| Sepiolita (d) | -16,47 | 2,19 | 18,66 | $Mg_2Si_3O_{7.5}OH : 3H_2O$ |
| Siderita | -3,18 | -13,97 | -10,79 | $FeCO_3$ |
| SiO_2 (a) | -2,55 | -5,4 | -2,85 | SiO_2 |
| Smithsonita | -6,33 | -16,15 | -9,82 | $ZnCO_3$ |
| Silvita | -7,59 | -6,77 | 0,82 | KCl |
| Talco | -17,27 | 5,99 | 23,26 | $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$ |
| Vivianita | -12,4 | -48,4 | -36 | $Fe_3(PO_4)_2 : 8H_2O$ |
| Willemita | -13,64 | 3,03 | 16,67 | Zn_2SiO_4 |
| Witherita | -7,68 | -16,31 | -8,64 | $BaCO_3$ |
| $Zn(OH)_2$ (e) | -7,28 | 4,22 | 133 11,5 | $Zn(OH)_2$ |

Anexo B. Resultados del SEM/EDX del polvillo obtenido del decantado de las muestras de agua

A continuación, se muestran otros resultados obtenidos respecto al polvillo del decantado de muestras de agua presentes en las figuras B y B. En particular, las figuras B.1.a y B.2.a corresponden a los resultados asociados a la técnica SEM; mientras que las figuras B.1.b y B.2.b corresponden a los resultados asociados a la técnica EDS.

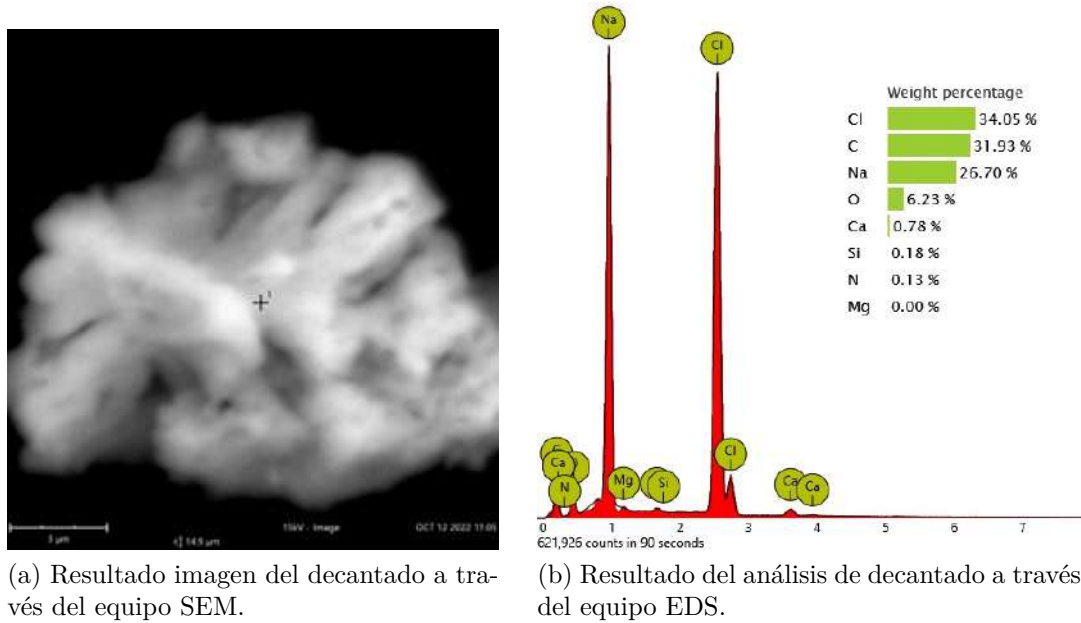


Figura B.1: Resultados respecto al análisis del polvillo de decantado de las muestras de agua, por medio de SEM/EDS. Muestra de uno de los cristales.

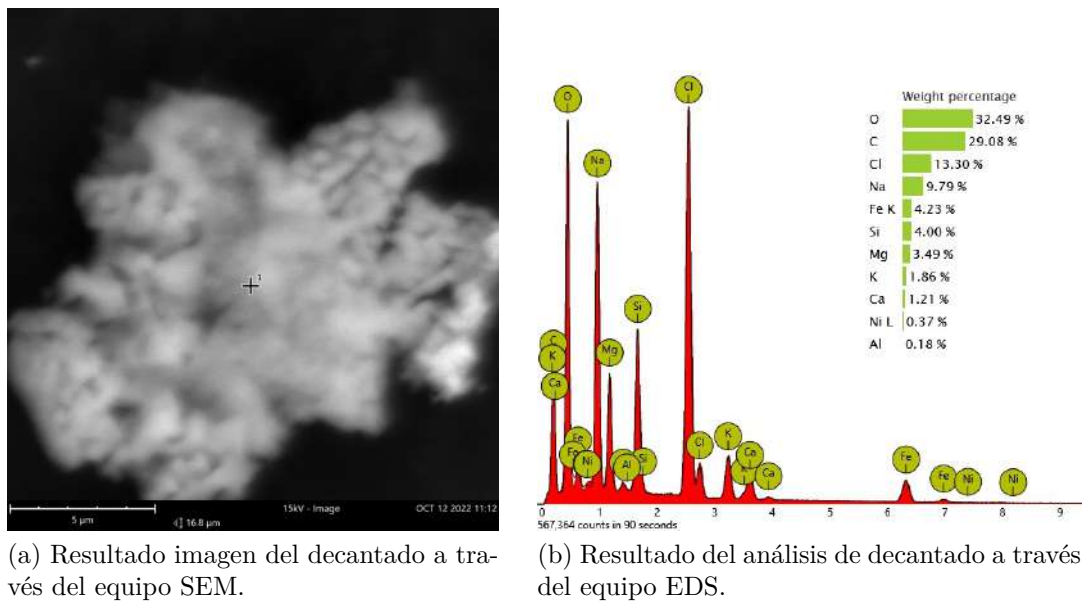


Figura B.2: Resultados respecto al análisis del polvillo de decantado de las muestras de agua, por medio de SEM/EDS. Muestra de otro de los cristales.

Anexo C. Resultados obtenidos respecto a la prueba de solubilidad química

Esta sección se encuentra destinada a recolectar parte de los datos obtenidos al realizar la prueba de solubilidad química a la membrana descartada de RO que no se encuentran en el cuerpo del informe, por temas de relevancia y/o espacio.

Esta información se encuentra como respaldo de decisiones, procedimientos y como información previa a otros resultados expuestos en el cuerpo del informe.

C.1. Primeros resultados obtenidos de la prueba de solubilidad respecto a las masas

En esta sección se presentan los resultados obtenidos respecto a las masas obtenidas de las distintas capas que componen las membranas analizadas por medio de la prueba de solubilidad química. En particular, en la tabla C.1 se presentan las masas iniciales de las membranas y sus capas, con su varianza y desviación estándar.

Con respecto a la tabla C.2, se presentan las masas de las membranas luego de ser tratadas y en la tabla C.3 se presenta la variación de la masa posterior al tratamiento, junto con su varianza y desviación estándar respectivamente.

Tabla C.1: Resultados respecto a las masas iniciales de las distintas capas que componen la membrana, previo al tratamiento por medio de la prueba de solubilidad química.

| % p/p | Compuesto | Frec. | Muestras | Capa 1 [g] | Capa 2 [g] | Capa 3 [g] | PROMEDIO |
|--------------|------------------|--------------|-----------------|-------------------|-------------------|-------------------|-----------------|
| 0,50 % | HCL | 30 % | 1' | 0,2242 | 0,1784 | 0,2263 | 0,2096 |
| | EDTA | 32 % | 2' | 0,2449 | 0,1802 | 0,2390 | 0,2214 |
| | H.Acét. | 34 % | 3' | 0,2562 | 0,1783 | 0,2704 | 0,2350 |
| | H.Cítric | 36 % | 4' | 0,2420 | 0,1794 | 0,2374 | 0,2196 |
| | NaOH | 38 % | 5' | 0,3100 | 0,1762 | 0,2494 | 0,2452 |
| | Surfact. | 40 % | 6' | 0,2328 | 0,1792 | 0,2442 | 0,2187 |
| 2,00 % | NaOH | 30 % | 7' | 0,2245 | 0,1767 | 0,2264 | 0,2092 |
| | HCL | 32 % | 8' | 0,2280 | 0,1768 | 0,2285 | 0,2111 |
| | H.Cítric | 34 % | 9' | 0,2418 | 0,1797 | 0,2371 | 0,2195 |
| | H.Acét. | 36 % | 10' | 0,2261 | 0,1743 | 0,2230 | 0,2078 |
| | Surfact. | 38 % | 11' | 0,2261 | 0,1719 | 0,2241 | 0,2074 |
| | EDTA | 40 % | 12' | 0,2594 | 0,1802 | 0,2436 | 0,2277 |
| 4,00 % | H.Acét. | 30 % | #14 | 0,2328 | 0,1763 | 0,2361 | 0,2151 |
| | H.Cítric | 32 % | #15 | 0,2478 | 0,1825 | 0,2402 | 0,2235 |
| | EDTA | 34 % | #16 | 0,2304 | 0,1773 | 0,2255 | 0,2111 |
| | Surfact. | 36 % | #17 | 0,2432 | 0,1714 | 0,2266 | 0,2137 |
| | HCL | 38 % | #18 | 0,2424 | 0,1765 | 0,2300 | 0,2163 |
| | NaOH | 40 % | #19 | 0,2527 | 0,1768 | 0,2306 | 0,2200 |
| 6,00 % | EDTA | 30 % | 19' | 0,2682 | 0,1768 | 0,2426 | 0,2292 |
| | H.Acét. | 32 % | 20' | 0,2369 | 0,1832 | 0,2510 | 0,2237 |
| | Surfact. | 34 % | 21' | 0,2313 | 0,1793 | 0,2305 | 0,2137 |
| | NaOH | 36 % | 22' | 0,2294 | 0,1787 | 0,2290 | 0,2124 |
| | H.Cítric | 38 % | 23' | 0,2318 | 0,1775 | 0,2413 | 0,2169 |
| | HCL | 40 % | 24' | 0,3042 | 0,1753 | 0,2380 | 0,2392 |
| 8,00 % | Surfact. | 30 % | #2 | 0,2368 | 0,1801 | 0,2344 | 0,2171 |
| | NaOH | 32 % | #3 | 0,2802 | 0,1765 | 0,2451 | 0,2339 |
| | HCL | 34 % | #4 | 0,2365 | 0,1787 | 0,2313 | 0,2155 |
| | EDTA | 36 % | #5 | 0,2562 | 0,1767 | 0,2406 | 0,2245 |
| | H.Acét. | 38 % | #6 | 0,2293 | 0,1735 | 0,2249 | 0,2092 |
| | H.Cítric | 40 % | #7 | 0,2456 | 0,1785 | 0,2334 | 0,2192 |
| 10,00 % | H.Cítric | 30 % | #8 | 0,2248 | 0,1703 | 0,2198 | 0,2050 |
| | Surfact. | 32 % | #9 | 0,2278 | 0,1717 | 0,2214 | 0,2070 |
| | NaOH | 34 % | #10 | 0,2412 | 0,1803 | 0,2279 | 0,2165 |
| | HCL | 36 % | #11 | 0,2325 | 0,1781 | 0,2317 | 0,2141 |
| | EDTA | 38 % | #12 | 0,2241 | 0,1725 | 0,2281 | 0,2082 |
| | H.Acét. | 40 % | #13 | 0,2426 | 0,1769 | 0,2315 | 0,2170 |

Tabla C.2: Resultados respecto a las masas finales de las distintas capas que componen la membrana, posterior al tratamiento por medio de la prueba de solubilidad química.

| % p/p | Compuesto | Frec. | Muestras | Capa 1 [g] | Capa 2 [g] | Capa 3 [g] | PROMEDIO |
|--------------|------------------|--------------|-----------------|-------------------|-------------------|-------------------|-----------------|
| 0,50 % | HCL | 30 % | 1' | 0,2187 | 0,1769 | 0,2180 | 0,2045 |
| | EDTA | 32 % | 2' | 0,2282 | 0,1785 | 0,2256 | 0,2108 |
| | H.Acét. | 34 % | 3' | 0,2367 | 0,1769 | 0,2484 | 0,2207 |
| | H.Cítric | 36 % | 4' | 0,2265 | 0,1788 | 0,2261 | 0,2105 |
| | NaOH | 38 % | 5' | 0,2457 | 0,1739 | 0,2153 | 0,2116 |
| | Surfact. | 40 % | 6' | 0,2278 | 0,1787 | 0,2388 | 0,2151 |
| 2,00 % | NaOH | 30 % | 7' | 0,2117 | 0,1759 | 0,2104 | 0,1993 |
| | HCL | 32 % | 8' | 0,218 | 0,176 | 0,2188 | 0,2043 |
| | H.Cítric | 34 % | 9' | 0,2218 | 0,1779 | 0,2199 | 0,2065 |
| | H.Acét. | 36 % | 10' | 0,2198 | 0,174 | 0,2168 | 0,2035 |
| | Surfact. | 38 % | 11' | 0,2125 | 0,1715 | 0,214 | 0,1993 |
| | EDTA | 40 % | 12' | 0,2281 | 0,1792 | 0,2276 | 0,2116 |
| 4,00 % | H.Acét. | 30 % | 13' | 0,2243 | 0,1762 | 0,2306 | 0,2104 |
| | H.Cítric | 32 % | 14' | 0,2231 | 0,1809 | 0,2267 | 0,2102 |
| | EDTA | 34 % | 15' | 0,215 | 0,1762 | 0,2189 | 0,2034 |
| | Surfact. | 36 % | 16' | 0,2361 | 0,1703 | 0,2216 | 0,2093 |
| | HCL | 38 % | 17' | 0,2165 | 0,1742 | 0,2133 | 0,2013 |
| | NaOH | 40 % | 18' | 0,2011 | 0,1726 | 0,1974 | 0,1904 |
| 6,00 % | EDTA | 30 % | 19' | 0,2274 | 0,1757 | 0,2283 | 0,2105 |
| | H.Acét. | 32 % | 20' | 0,2285 | 0,1829 | 0,2392 | 0,2169 |
| | Surfact. | 34 % | 21' | 0,2218 | 0,1787 | 0,2217 | 0,2074 |
| | NaOH | 36 % | 22' | 0,1969 | 0,1762 | 0,1964 | 0,1898 |
| | H.Cítric | 38 % | 23' | 0,2145 | 0,1749 | 0,2101 | 0,1998 |
| | HCL | 40 % | 24' | 0,2132 | 0,1722 | 0,2105 | 0,1986 |
| 8,00 % | Surfact. | 30 % | #2 | 0,234 | 0,1797 | 0,2292 | 0,2143 |
| | NaOH | 32 % | #3 | 0,1711 | 0,1676 | 0,1811 | 0,1733 |
| | HCL | 34 % | #4 | 0,2212 | 0,1781 | 0,2177 | 0,2057 |
| | EDTA | 36 % | #5 | 0,2199 | 0,1753 | 0,2207 | 0,2053 |
| | H.Acét. | 38 % | #6 | 0,2212 | 0,1747 | 0,2212 | 0,2057 |
| | H.Cítric | 40 % | #7 | 0,2159 | 0,1775 | 0,2179 | 0,2038 |
| 10,00 % | H.Cítric | 30 % | #8 | 0,2101 | 0,1704 | 0,2124 | 0,1976 |
| | Surfact. | 32 % | #9 | 0,2261 | 0,1712 | 0,2204 | 0,2059 |
| | NaOH | 34 % | #10 | 0,1688 | 0,1705 | 0,1591 | 0,1661 |
| | HCL | 36 % | #11 | 0,2205 | 0,1785 | 0,2235 | 0,2075 |
| | EDTA | 38 % | #12 | 0,2188 | 0,1719 | 0,2111 | 0,2006 |
| | H.Acét. | 40 % | #13 | 0,2311 | 0,1765 | 0,2255 | 0,2110 |

Tabla C.3: Resultados respecto a la variación y su respectivo promedio de las membranas, posterior al tratamiento por medio de la prueba de solubilidad química.

| % p/p | Compuesto | Frec. | Muestras | Capa 1 | Capa 2 | Capa 3 | PROMEDIO | Varianza | Desviación estándar |
|---------|-----------|-------|----------|---------|---------|---------|----------|----------|---------------------|
| 0,50 % | HCL | 30 % | 1' | 2,45 % | 0,84 % | 3,67 % | 2,32 % | 0,02 % | 1,42 % |
| | EDTA | 32 % | 2' | 6,82 % | 0,94 % | 5,61 % | 4,46 % | 0,10 % | 3,10 % |
| | H.Acét. | 34 % | 3' | 7,61 % | 0,79 % | 8,14 % | 5,51 % | 0,17 % | 4,10 % |
| | H.Cítric | 36 % | 4' | 6,40 % | 0,33 % | 4,76 % | 3,83 % | 0,10 % | 3,14 % |
| | NaOH | 38 % | 5' | 20,74 % | 1,31 % | 13,67 % | 11,91 % | 0,97 % | 9,84 % |
| | Surfact. | 40 % | 6' | 2,15 % | 0,28 % | 2,21 % | 1,55 % | 0,01 % | 1,10 % |
| 2,00 % | NaOH | 30 % | 7' | 5,70 % | 0,45 % | 7,07 % | 4,41 % | 0,12 % | 3,49 % |
| | HCL | 32 % | 8' | 4,39 % | 0,45 % | 4,25 % | 3,03 % | 0,05 % | 2,23 % |
| | H.Cítric | 34 % | 9' | 8,27 % | 1,00 % | 7,25 % | 5,51 % | 0,15 % | 3,94 % |
| | H.Acét. | 36 % | 10' | 2,79 % | 0,17 % | 2,78 % | 1,91 % | 0,02 % | 1,51 % |
| | Surfact. | 38 % | 11' | 6,02 % | 0,23 % | 4,51 % | 3,58 % | 0,09 % | 3,00 % |
| | EDTA | 40 % | 12' | 12,07 % | 0,55 % | 6,57 % | 6,40 % | 0,33 % | 5,76 % |
| 4,00 % | H.Acét. | 30 % | #14 | 3,65 % | 0,06 % | 2,33 % | 2,01 % | 0,03 % | 1,82 % |
| | H.Cítric | 32 % | #15 | 9,97 % | 0,88 % | 5,62 % | 5,49 % | 0,21 % | 4,55 % |
| | EDTA | 34 % | #16 | 6,68 % | 0,62 % | 2,93 % | 3,41 % | 0,09 % | 3,06 % |
| | Surfact. | 36 % | #17 | 2,92 % | 0,64 % | 2,21 % | 1,92 % | 0,01 % | 1,17 % |
| | HCL | 38 % | #18 | 10,68 % | 1,30 % | 7,26 % | 6,42 % | 0,23 % | 4,75 % |
| | NaOH | 40 % | #19 | 20,42 % | 2,38 % | 14,40 % | 12,40 % | 0,84 % | 9,19 % |
| 6,00 % | EDTA | 30 % | 19' | 15,21 % | 0,62 % | 5,89 % | 7,24 % | 0,55 % | 7,39 % |
| | H.Acét. | 32 % | 20' | 3,55 % | 0,16 % | 4,70 % | 2,80 % | 0,06 % | 2,36 % |
| | Surfact. | 34 % | 21' | 4,11 % | 0,33 % | 3,82 % | 2,75 % | 0,04 % | 2,10 % |
| | NaOH | 36 % | 22' | 14,17 % | 1,40 % | 14,24 % | 9,93 % | 0,55 % | 7,39 % |
| | H.Cítric | 38 % | 23' | 7,46 % | 1,46 % | 12,93 % | 7,29 % | 0,33 % | 5,73 % |
| | HCL | 40 % | 24' | 29,91 % | 1,77 % | 11,55 % | 14,41 % | 2,04 % | 14,29 % |
| 8,00 % | Surfact. | 30 % | #2 | 1,18 % | 0,22 % | 2,22 % | 1,21 % | 0,01 % | 1,00 % |
| | NaOH | 32 % | #3 | 38,94 % | 5,04 % | 26,11 % | 23,36 % | 2,93 % | 17,11 % |
| | HCL | 34 % | #4 | 6,47 % | 0,34 % | 5,88 % | 4,23 % | 0,11 % | 3,38 % |
| | EDTA | 36 % | #5 | 14,17 % | 0,79 % | 8,27 % | 7,74 % | 0,45 % | 6,70 % |
| | H.Acét. | 38 % | #6 | 3,53 % | -0,69 % | 1,65 % | 1,50 % | 0,04 % | 2,12 % |
| | H.Cítric | 40 % | #7 | 12,09 % | 0,56 % | 6,64 % | 6,43 % | 0,33 % | 5,77 % |
| 10,00 % | H.Cítric | 30 % | #8 | 6,54 % | -0,06 % | 3,37 % | 3,28 % | 0,11 % | 3,30 % |
| | Surfact. | 32 % | #9 | 0,75 % | 0,29 % | 0,45 % | 0,50 % | 0,00 % | 0,23 % |
| | NaOH | 34 % | #10 | 30,02 % | 5,44 % | 30,19 % | 21,88 % | 2,03 % | 14,24 % |
| | HCL | 36 % | #11 | 5,16 % | -0,22 % | 3,54 % | 2,83 % | 0,08 % | 2,76 % |
| | EDTA | 38 % | #12 | 2,37 % | 0,35 % | 7,45 % | 3,39 % | 0,13 % | 3,66 % |
| | H.Acét. | 40 % | #13 | 4,74 % | 0,23 % | 2,59 % | 2,52 % | 0,05 % | 2,26 % |

C.2. Resultados por medio del análisis ANOVA

Respecto a los resultados obtenidos, en las tablas C.4 y C.5 se indican los valores de los resultados de $\% \Delta FR$, respecto a los parámetros del diseño de cuadro latino. Para la interpretación de los resultados se tiene en cuenta un análisis ANOVA [54], presente en la tabla C.6.

Tabla C.4: Resultados experimentales del diseño experimental de cuadrado latino aplicado a muestras de membrana descartadas del proceso de RO, modelo *SWC6-LD*. Concentraciones de 0,5 %, 2 % y 4 % [p/p].

| $\% \Delta FR$ | <i>Compuesto Químico</i> | <i>Frec. Sonicación [%]</i> | <i>[%] p/p</i> | <i>Código</i> |
|----------------|--------------------------|-----------------------------|-----------------|--------------------|
| 2,32 | A | 30 | 0,5 | $Y_{A,30\%;0,5\%}$ |
| 4,46 | D | 32 | 0,5 | $Y_{D,32\%;0,5\%}$ |
| 5,51 | C | 34 | 0,5 | $Y_{C,34\%;0,5\%}$ |
| 3,83 | E | 36 | 0,5 | $Y_{E,36\%;0,5\%}$ |
| 11,91 | B | 38 | 0,5 | $Y_{B,38\%;0,5\%}$ |
| 1,55 | F | 40 | 0,5 | $Y_{F,40\%;0,5\%}$ |
| 4,41 | B | 30 | 2 | $Y_{B,30\%;2\%}$ |
| 3,03 | A | 32 | 2 | $Y_{A,32\%;2\%}$ |
| 5,51 | E | 34 | 2 | $Y_{E,34\%;2\%}$ |
| 1,91 | C | 36 | 2 | $Y_{C,36\%;2\%}$ |
| 3,58 | F | 38 | 2 | $Y_{F,38\%;2\%}$ |
| 6,40 | D | 40 | 2 | $Y_{D,40\%;2\%}$ |
| 1,93 | C | 30 | 4 | $Y_{C,30\%;4\%}$ |
| 4,82 | E | 32 | 4 | $Y_{E,32\%;4\%}$ |
| 5,24 | D | 34 | 4 | $Y_{D,34\%;4\%}$ |
| 4,44 | F | 36 | 4 | $Y_{F,36\%;4\%}$ |
| 4,58 | A | 38 | 4 | $Y_{A,38\%;4\%}$ |

De estos resultados, se desea probar la hipótesis de que existe al menos un nivel en el factor que tiene un efecto significativo en la media, lo cual quiere decir que el valor del estadístico p es menor que 0,05. De la información indicada en la tabla C.6, se puede notar que, por ejemplo, para el parámetro del compuesto químico se obtiene que el valor del estadístico p es menor que 0,05. Por lo tanto, cumple con el postulado de la hipótesis y tiene una significancia en afectar los resultados del $\% \Delta FR$. Mientras que, los valores del estadístico que entregan valores de p mayores que 0,05, indican que estos factores de bloque no afectan directamente a los resultados de $\% \Delta FR$.

En cuanto a los valores de la contribución respecto a la fuente de variación de la media, este indica que la naturaleza del compuesto químico a utilizar en el tratamiento tiene un 54,31 % de incidencia en los resultados. El segundo valor a tener en cuenta respecto a la contribución es el error, lo cual significa que todas las pruebas se debieron realizar en un mismo tiempo y no debieron ser segmentadas por filas de trabajo cada día. La variación en los

valores de $\% \Delta FR$ se debe principalmente a la naturaleza del compuesto químico empleado para realizar la limpieza del ensuciamiento de la membrana.

Tabla C.5: Resultados experimentales del diseño experimental de cuadrado latino aplicado a muestras de membrana descartadas del proceso de RO, modelo *SWC6-LD*. Concentraciones de 6 %, 8 % y 10 % [p/p].

| $\% \Delta FR$ | <i>Compuesto Químico</i> | <i>Frec. Sonicación [%]</i> | <i>[%] p/p</i> | <i>Código</i> |
|----------------|--------------------------|-----------------------------|-----------------|-------------------|
| 10,61 | B | 40 | 4 | $Y_{B,40\%;4\%}$ |
| 7,24 | D | 30 | 6 | $Y_{D,30\%;6\%}$ |
| 2,80 | C | 32 | 6 | $Y_{C,32\%;6\%}$ |
| 2,75 | F | 34 | 6 | $Y_{F,34\%;6\%}$ |
| 9,93 | B | 36 | 6 | $Y_{B,36\%;6\%}$ |
| 7,29 | E | 38 | 6 | $Y_{E,38\%;6\%}$ |
| 14,41 | A | 40 | 6 | $Y_{A,40\%;6\%}$ |
| 1,21 | F | 30 | 8 | $Y_{F,30\%;8\%}$ |
| 23,36 | B | 32 | 8 | $Y_{B,32\%;8\%}$ |
| 4,23 | A | 34 | 8 | $Y_{A,34\%;8\%}$ |
| 7,74 | D | 36 | 8 | $Y_{D,36\%;8\%}$ |
| 1,50 | C | 38 | 8 | $Y_{C,38\%;8\%}$ |
| 6,43 | E | 40 | 8 | $Y_{E,40\%;8\%}$ |
| 3,28 | E | 30 | 10 | $Y_{E,30\%;10\%}$ |
| 0,50 | F | 32 | 10 | $Y_{F,32\%;10\%}$ |
| 21,88 | B | 34 | 10 | $Y_{B,34\%;10\%}$ |
| 2,83 | A | 36 | 10 | $Y_{A,36\%;10\%}$ |
| 3,39 | D | 38 | 10 | $Y_{D,38\%;10\%}$ |
| 2,52 | C | 40 | 10 | $Y_{C,40\%;10\%}$ |

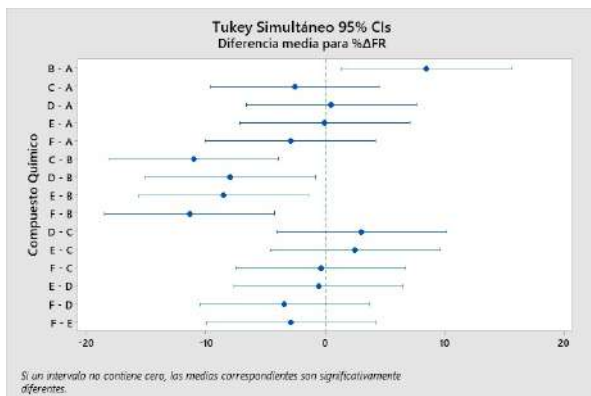
Tabla C.6: Resultados del análisis ANOVA.

| Fuente de Variación | DF | SS | Contribución | Adj SS | Adj MS. | F-value | p-value |
|----------------------------|-----------|-----------|---------------------|---------------|----------------|----------------|----------------|
| Compuesto Químico | 5 | 506,78 | 54,31 % | 506,78 | 101,36 | 6,65 | 0,001 |
| Frec. Sonicación [%] | 5 | 67,58 | 7,24 % | 67,58 | 13,52 | 0,89 | 0,508 |
| % [p/p] | 5 | 53,84 | 5,77 % | 53,84 | 10,77 | 0,71 | 0,625 |
| Error | 20 | 304,85 | 32,67 % | 304,85 | 15,24 | | |
| Total | 35 | 933,06 | 100,00 % | | | | |

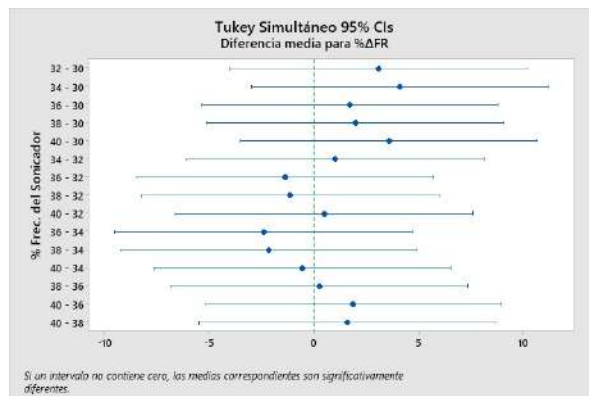
Para realizar un estudio comparativo del efecto que generan los compuestos químicos en los valores de $\% \Delta FR$, se utiliza el método de Tukey, tal como se puede observar en la figura

C.1, donde se ha encontrado que el valor medio para F (Surfact.), C (H.Acét.), E (H.Cítric.), A (HCl) y D(EDTA); generan valores de $\% \Delta FR$ estadísticamente muy cercanos. Sin embargo, entre este conjunto de compuestos químicos el que mejor resultados produce es F (Surfact), pero es estadísticamente igual a C (H.Acét.) en resultados.

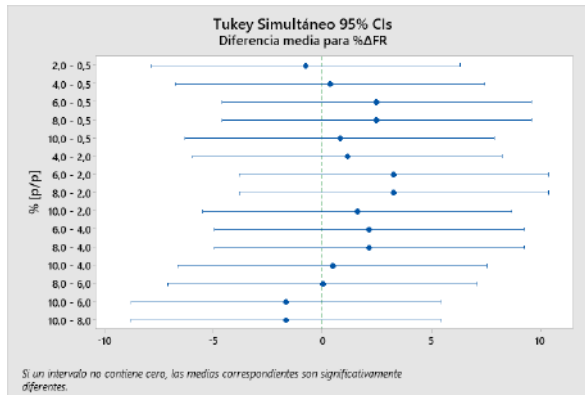
Por otro lado, F (Surfact) es mucho mejor que A (HCl) en resultados de desempeño de limpieza, estadísticamente hablando. Por otro lado, el estudio comparativo se realiza respecto a los valores del porcentaje de la frecuencia del sonicador, donde se encuentra que todos los valores del porcentaje de las frecuencias usadas son estadísticamente iguales. Por último, las concentraciones en $\% [p/p]$ de los compuestos químicos también son estadísticamente iguales.



(a) Pruebas simultáneas de Tukey para diferencias de las medias, según los compuestos químicos.



(b) Pruebas simultáneas de Tukey para diferencias de las medias, según la frec. de sonicación.

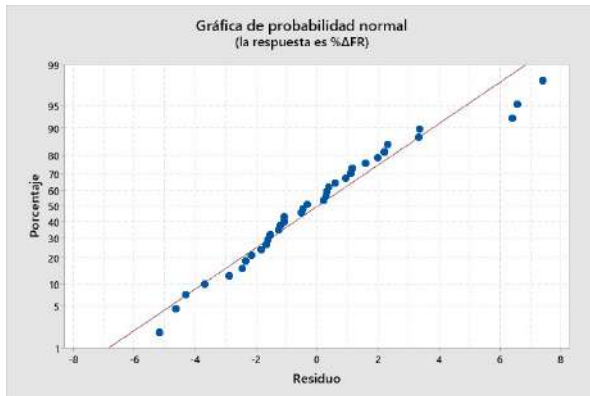


(c) Pruebas simultáneas de Tukey para diferencias de las medias, según la concentración.

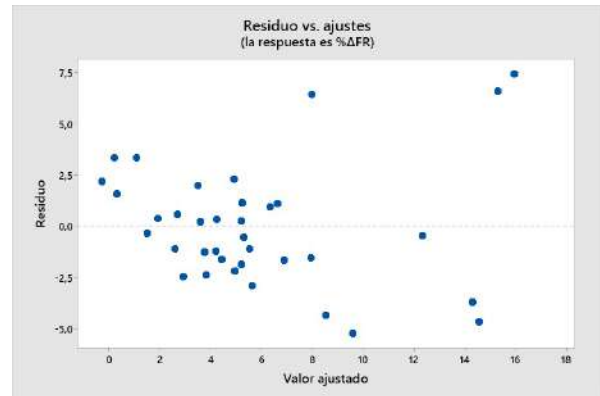
Figura C.1: Resultados de comparaciones por pares utilizando el método de Tukey.

Los resultados mostrados en la figura C.1.a, para las combinaciones de parejas de los compuestos químicos, indican que las parejas (C - A, D - A, E - A, F - A, D - C, E - C, F - C, E - D, F - D, F - E) en el intervalo analizado contienen el cero, por lo que las medias correspondientes son iguales. Además, en las figuras C.1.b y C.1.c, todas las parejas del porcentaje de la frecuencia del sonicador y las parejas de la concentración en $\% [p/p]$ respectivamente, incluyen el valor del cero, por lo tanto las medias correspondientes son iguales.

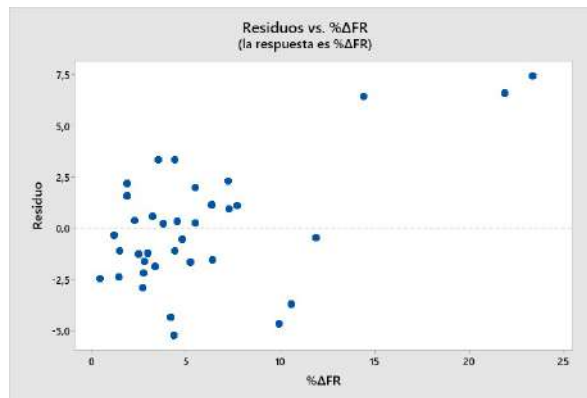
Por otra parte, las parejas que no contienen en su intervalo el valor del cero se pueden encontrar en la figura C.1.a, donde las parejas (B-A, C-B, D-B, E-B, F-B) con sus medias correspondientes, son significativamente diferentes.



(a) Gráfica de probabilidad normal.



(b) Gráfico del supuesto de varianza constante.

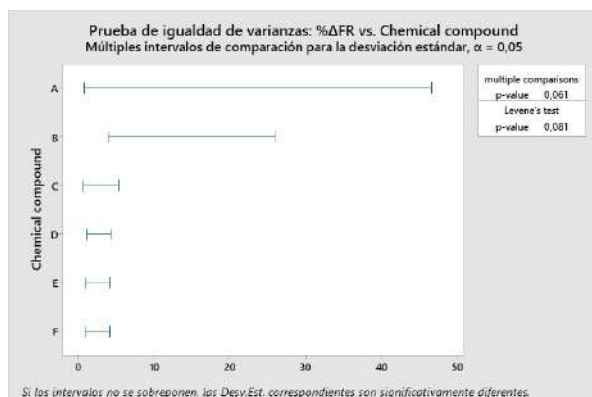


(c) Trama de la asunción de la independencia.

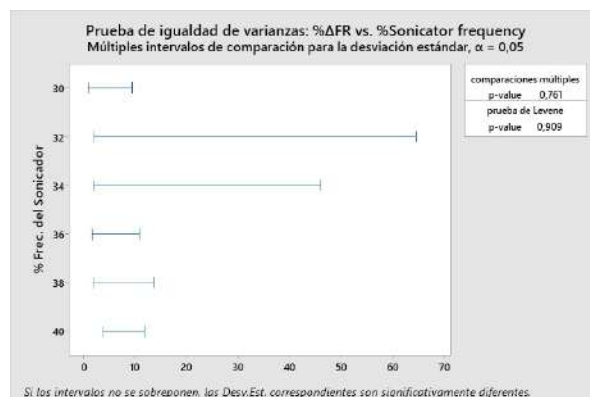
Figura C.2: Gráfica de los residuales para la verificación de las suposiciones.

En cuanto a la validez del análisis de varianza, este recae en tres supuestos que se han verificado por medio de las siguientes imágenes, donde en la figura C.2.a, este cumple respecto a la normalidad, ya que más del 90 % de los puntos están distribuidos sobre la línea recta.

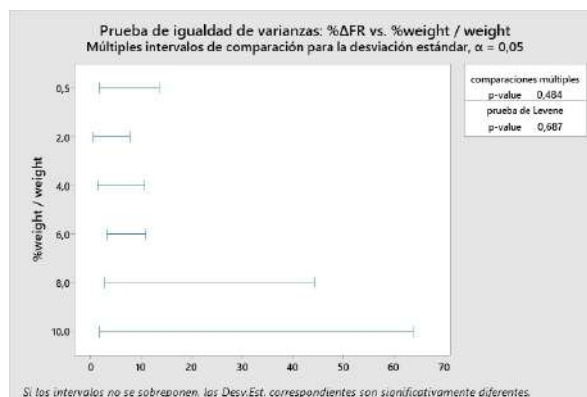
En cuanto a la figura C.2.b, esta indica que se cumple el supuesto de la varianza constante, debido a que los valores de los residuos se ubican aleatoriamente dentro de una banda horizontal. Finalmente en la figura C.2.c igualmente se indica que se cumple el supuesto de independencia, dado que se observa dispersión aleatoria de los valores del residuo en la banda y la dispersión vertical es la misma que la obtenida en la figura C.2.b. Cabe mencionar que el orden en que se desarrollaron las pruebas experimentales fueron completando las filas en orden descendente.



(a) Respecto al compuesto químico.



(b) Respecto a la frec. del sonicador.



(c) Respecto a la concentración.

Figura C.3: Gráficos de pruebas de varianzas constantes.

Respecto a la figura C.3, se puede apreciar que los valores de los intervalos de confianza en la prueba de varianzas son constantes, donde se interponen entre sí. Por lo tanto, los valores de la desviación estándar correspondientes son significativamente iguales. Esto significa que las varianzas son constantes y el modelo ANOVA propuesto puede describir correctamente los datos experimentales.

De los resultados informados en la figura C.4, se puede observar que se cumple a cabalidad la hipótesis supuesta para el análisis ANOVA, ya que los datos para los compuestos químicos presentan una gran variación respecto al valor medio de % ΔFR . Se puede observar que el compuesto B ($NaOH$), es el que genera una mayor remoción de material en las muestras de membranas. Es posible que, de forma adicional a la remoción, se esté desgastando parte de los materiales que componen las membranas de ósmosis, lo cual puede ser considerado como un deterioro por agente químico. Por otro lado, los compuestos químicos C (H.Acét.) y F (Surfact.), son los que más se alejan del valor medio de % ΔFR , y los que están cerca del valor medio son D (EDTA) y E (H.Cítric.).

Para el caso del porcentaje de la frecuencia del sonicador, los datos están muy cercanos al valor medio, lo cual corresponde al valor del estadístico p mayor que 0,05. De igual manera se puede observar que un valor del 34% de la frecuencia es la que mayor remoción de material produce en las muestras de membranas, mientras que un 30% genera la menor.

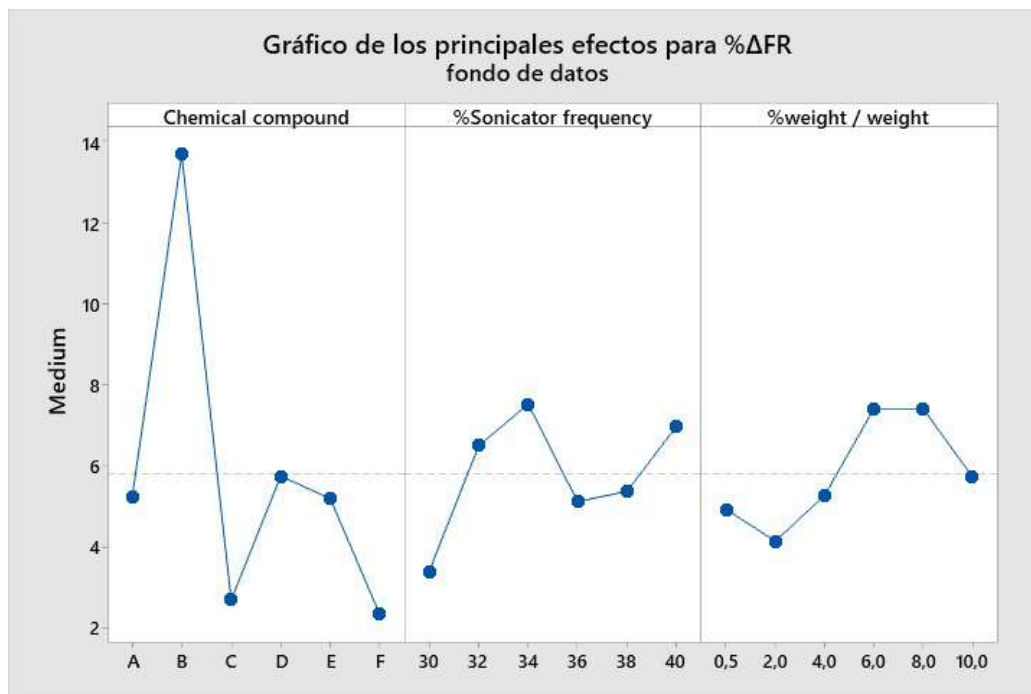
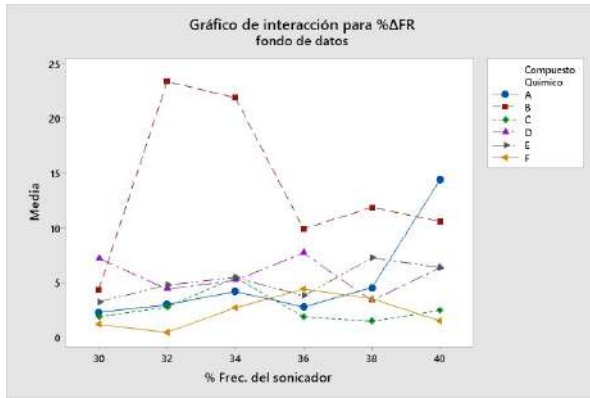


Figura C.4: Gráfico de efectos principales de los factores de estudio con respecto a los valores de % ΔFR de respuesta.

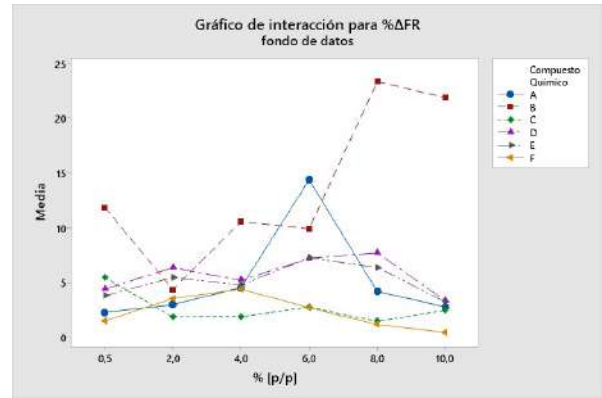
Por otra parte, los valores de la concentración en % [p/p], corresponden a la contradicción de la hipótesis inicial del ANOVA, al estar muy cerca los datos del valor medio de % ΔFR , correspondiente a un estadístico p mayor que 0,05. Sin embargo, los valores más altos de % ΔFR se generan para los valores de 6,0 % a 8,0 % [p/p] para cualquier compuesto químico utilizado, mientras que el menor es para 2,0 % [p/p]. Con esta información se confirma lo predicho por el ANOVA, donde el factor más importante en afectar los valores de % ΔFR es la naturaleza de los compuestos químicos.

De los resultados informados en la figura C.5, se puede observar que todos los factores tienen interacción entre sí, debido a que las curvas se cortan unas con otras en diferentes puntos. Por ejemplo, en la figura C.5.a, los mayores efectos se observan para el compuesto químico B (*NaOH*), con valores de porcentaje de frecuencia del sonicador en 32 % y 34 %. Mientras que, los menores efectos son para F (Surfact.) con 32 % y 34 % de frecuencia del sonicador, junto con C (H.Acét.) con 36 % y 38 % de frecuencia del sonicador.

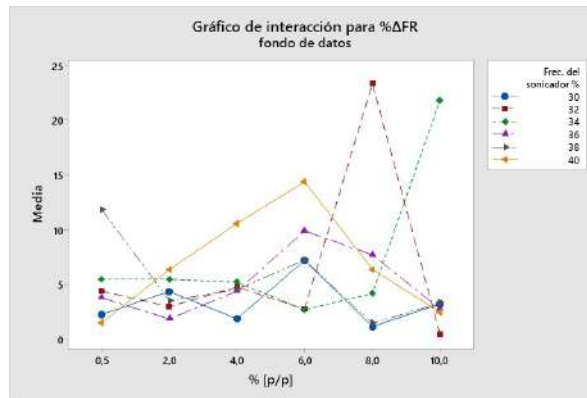
En cuanto a la figura C.5.b, el mayor efecto lo genera B (*NaOH*) con valor de concentración de 8 % [p/p], y el menor efecto es de F con valor de concentración de 10 % [p/p]. Por último, en la figura C.5.c, el mayor efecto es para el 32 % de la frecuencia del sonicador con 8 % [p/p], y el menor valor es igualmente para el 32 % de la frecuencia del sonicador con 10 % [p/p].



(a) Interacción entre los compuestos químicos y el porcentaje de la frecuencia del sonicador.



(b) Interacción entre los compuestos químicos y la concentración.



(c) Interacción entre el porcentaje de la frec. del sonicador y concentración.

Figura C.5: Gráfico de efectos de interacción entre dos factores de los elementos considerados en el cuadro latino.

C.3. Resultados respecto a los datos másicos del SEM/EDX para la prueba de solubilidad química

En esta sección se encuentra en detalle los resultados recompilados de manera comparativa de las composiciones másica de las distintas membranas tratadas y de la membrana sucia. En particular, se presenta en la tabla C.7 lo resultados para el caso de la parte superficial de la membrana, C.8 para el caso de la parte lateral de la membrana y de la parte lateral externa se presenta la tabla C.9.

Tabla C.7: Comparación respecto variación de la composición superficial del SEM/EDX de las distintas membranas. Donde en rojo se presentan compuestos que no se presentan en la membrana sucia y en azul, aquellos pertenecientes a la membrana virgen.

| Número Elemento | Símbolo Elemento | Nombre Elemento | Conc. Másica | | | | | | |
|-----------------|------------------|-----------------|------------------|-------|-------|-------------|-------|---------|-----------|
| | | | Tipo de Membrana | | | | | | |
| | | | Sucia | EDTA | HCl | Surfactante | NaOH | H. Acét | H. Cítric |
| 8 | O | Oxígeno | 48,63 | 38,77 | 51,85 | 61,53 | 39,83 | 6,33 | 57,91 |
| 6 | C | Carbono | 15,24 | 57,68 | 11,34 | 8,99 | 54,60 | 7,09 | 8,30 |
| 26 | Fe K | Hierro | 17,97 | 0,00 | 5,32 | 0,30 | 2,73 | 79,86 | 0,62 |
| 14 | Si | Silicio | 8,38 | 0,28 | 16,73 | 22,38 | 0,66 | 0,78 | 28,25 |
| 20 | Ca | Calcio | 3,49 | 0,00 | 0,00 | 0,02 | 0,21 | 0,34 | 0,13 |
| 15 | P | Fósforo | 2,54 | 0,00 | 3,58 | 0,00 | 0,02 | 1,51 | 0,01 |
| 13 | Al | Aluminio | 2,00 | 0,06 | 1,35 | 0,75 | 0,18 | 0,22 | 1,48 |
| 12 | Mg | Magnesio | 0,90 | 0,06 | 0,28 | 0,04 | 0,12 | 0,00 | 0,14 |
| 16 | S | Azufre | 0,43 | 0,21 | 3,90 | 2,45 | 0,19 | 0,16 | 0,39 |
| 19 | K | Potasio | 0,31 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,02 | 0,06 | 0,20 |
| 11 | Na | Sodio | 0,12 | 0,23 | 0,19 | 0,15 | 0,21 | 0,04 | 0,16 |
| 7 | N | Nitrógeno | - | 2,63 | 4,86 | 3,08 | - | 3,12 | 2,17 |
| 9 | F | Flúor | - | 0,08 | - | 0,27 | 1,22 | 0,49 | 0,22 |
| 17 | Cl | Cloro | - | - | 0,58 | 0,04 | 0,02 | - | - |

Tabla C.8: Comparación respecto variación de la composición de la parte lateral interna del SEM/EDX de las distintas membranas. Donde en azul se presentan aquellos compuestos pertenecientes a la membrana virgen.

| Número Elemento | Símbolo Elemento | Nombre Elemento | Conc. Másica | | | | | | |
|-----------------|------------------|-----------------|------------------|-------|-------|-------------|-------|---------|-----------|
| | | | Tipo de Membrana | | | | | | |
| | | | Sucia | EDTA | HCl | Surfactante | NaOH | H. Acét | H. Cítric |
| 8 | O | Oxígeno | 46,54 | 30,44 | 22,67 | 30,60 | 32,68 | 35,39 | 45,15 |
| 6 | C | Carbono | 32,59 | 65,79 | 72,16 | 63,76 | 62,02 | 60,04 | 43,15 |
| 14 | Si | Silicio | 7,37 | 0,33 | 0,76 | 1,35 | 0,37 | 0,07 | 5,88 |
| 26 | Fe K | Hierro | 6,22 | 0,00 | 0,32 | 0,12 | 0,00 | 1,01 | 0,27 |
| 9 | F | Flúor | 2,00 | 0,14 | 0,05 | 0,21 | 0,93 | 0,87 | 0,20 |
| 20 | Ca | Calcio | 1,92 | 0,00 | 0,05 | 0,25 | 0,28 | 0,00 | 0,00 |
| 15 | P | Fósforo | 1,47 | 0,00 | 0,16 | 0,00 | 0,02 | 0,06 | 0,00 |
| 13 | Al | Aluminio | 0,89 | 0,09 | 0,07 | 0,04 | 0,07 | 0,00 | 0,32 |
| 12 | Mg | Magnesio | 0,42 | 0,06 | 0,06 | 0,00 | 0,06 | 0,00 | 0,08 |
| 19 | K | Potasio | 0,25 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 |
| 16 | S | Azufre | 0,20 | 0,15 | 0,83 | 0,26 | 0,00 | 0,26 | 0,21 |
| 17 | Cl | Cloro | 0,15 | 0,00 | 0,05 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 |
| 7 | N | Nitrógeno | - | 2,90 | 2,77 | 3,40 | 3,06 | 2,30 | 4,64 |
| 11 | Na | Sodio | 0,05 | 0,08 | 0,06 | 0,02 | 0,05 | 0,00 | 0,09 |

Tabla C.9: Comparación respecto variación de la composición de la parte lateral externa del SEM/EDX de las distintas membranas. Donde en azul se presentan aquellos compuestos pertenecientes a la membrana virgen.

| Número Elemento | Símbolo Elemento | Nombre Elemento | Conc. Másica | | | | | | |
|-----------------|------------------|-----------------|------------------|-------|-------|-------------|-------|---------|-----------|
| | | | Tipo de Membrana | | | | | | |
| | | | Sucia | EDTA | HCl | Surfactante | NaOH | H. Acét | H. Cítric |
| 8 | O | Oxígeno | 32,96 | 40,90 | 27,72 | 57,41 | 38,98 | 42,28 | 63,10 |
| 6 | C | Carbono | 22,85 | 52,26 | 46,76 | 15,61 | 16,98 | 23,06 | 7,78 |
| 14 | Si | Silicio | 17,18 | 3,15 | 14,34 | 23,45 | 7,89 | 0,91 | 24,33 |
| 26 | Fe K | Hierro | 15,87 | 0,00 | 3,87 | 0,23 | 23,53 | 20,10 | 0,37 |
| 16 | S | Azufre | 2,41 | 1,30 | 0,27 | 0,27 | 0,00 | 0,36 | 0,56 |
| 20 | Ca | Calcio | 2,81 | 0,00 | 0,94 | 0,05 | 5,51 | 0,24 | 0,08 |
| 9 | F | Flúor | 1,27 | 0,11 | 0,52 | 0,12 | 3,48 | 7,55 | 0,39 |
| 13 | Al | Aluminio | 1,81 | 0,22 | 0,70 | 0,00 | 0,97 | 0,18 | 0,72 |
| 15 | P | Fósforo | 1,78 | 0,00 | 2,13 | 0,04 | 0,00 | 5,17 | 0,00 |
| 12 | Mg | Magnesio | 0,54 | 0,00 | 0,15 | 0,05 | 0,98 | 0,07 | 0,07 |
| 19 | K | Potasio | 0,30 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,11 | 0,03 | 0,04 |
| 11 | Na | Sodio | 0,09 | 0,18 | 0,18 | 0,11 | 0,22 | 0,05 | 0,17 |
| 17 | Cl | Cloro | 0,12 | 0,00 | 0,39 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 |
| 7 | N | Nitrógeno | - | 1,88 | 2,04 | 2,01 | 0,00 | - | 2,39 |

Anexo D. Resultados respecto a la prueba LOI

En la prueba de pérdida por ignición con suciedad, mejor conocida por sus siglas en inglés LOI, se estudia el contenido de orgánicos/inorgánicos del ensuciador, en este caso, de la capa externa de suciedad que cubre la membrana.

A continuación se presenta el desglose de los resultados obtenidos durante la realización de la prueba de LOI. En particular, en la tabla D.1 se presentan los valores respecto a la masa inicial de los crisoles, mientras que en la tabla D.2 se presentan las masas iniciales de las muestras, donde EG corresponde al espaciador grande, EP espaciador pequeño, ME membrana externa, MI, membrana interna y PD polvillo decantado.

Tabla D.1: Resultados respecto al peso inicial de los crisoles. Donde EG corresponde al espaciador grande, EP espaciador pequeño, ME membrana externa, MI, membrana interna y PD polvillo decantado.

| <i>Crisol</i> | <i>Nombre</i> | <i>Peso [g]</i> |
|---------------|--------------------|-----------------|
| EG | espaciador grande | 31,8776 |
| EP | espaciador pequeño | 28,6249 |
| ME | membrana externa | 31,7868 |
| MI | membrana interna | 34,9363 |
| PD | polvillo decantado | 33,0395 |

Tabla D.2: Resultados respecto al peso inicial de las muestras. Donde EG corresponde al espaciador grande, EP espaciador pequeño, ME membrana externa, MI, membrana interna y PD polvillo decantado.

| <i>Crisol</i> | <i>Nombre</i> | <i>Peso [g]</i> |
|---------------|--------------------|-----------------|
| EG | espaciador grande | 0,1544 |
| EP | espaciador pequeño | 0,1751 |
| ME | membrana externa | 0,2902 |
| MI | membrana interna | 0,2340 |
| PD | polvillo decantado | 0,1143 |

En cuanto a la tabla D.3 se presentan los valores respecto a la masa final de las muestras, junto con el crisol, luego de que se realizó la prueba de LOI. Mientras que, en la tabla D.4 se presenta la masa final resultante respecto a las muestras, donde EG corresponde al espaciador grande, EP espaciador pequeño, ME membrana externa, MI, membrana interna y PD polvillo decantado.

Tabla D.3: Resultados respecto al peso final de las muestras (junto con el crisol), luego de la realización de la prueba LOI. Donde EG corresponde al espaciador grande, EP espaciador pequeño, ME membrana externa, MI, membrana interna y PD polvillo decantado.

| <i>Crisol</i> | <i>Nombre</i> | <i>Peso [g]</i> |
|---------------|--------------------|-----------------|
| EG | espaciador grande | 31,89 |
| EP | espaciador pequeño | 28,633 |
| ME | membrana externa | 31,845 |
| MI | membrana interna | 34,9670 |
| PD | polvillo decantado | 33,126 |

Tabla D.4: Resultados respecto al peso final de las muestras luego de la prueba e LOI. Donde EG corresponde al espaciador grande, EP espaciador pequeño, ME membrana externa, MI, membrana interna y PD polvillo decantado.

| <i>Crisol</i> | <i>Nombre</i> | <i>Peso [g]</i> |
|---------------|--------------------|-----------------|
| EG | espaciador grande | 0,0124 |
| EP | espaciador pequeño | 0,0081 |
| ME | membrana externa | 0,0582 |
| MI | membrana interna | 0,0307 |
| PD | polvillo decantado | 0,0865 |

Anexo E. Resultados obtenidos respecto a la prueba de ácidos húmicos y fúlvicos

A continuación se presenta en detalle los resultados del procedimiento experimental para la prueba de ácidos húmicos y fúlvicos. En particular, en la tabla E.1 se presentan los resultados obtenidos durante la disminución de pH con *HCl* de la muestra tratada con *NaOH*, 8 % [p/p].

Tabla E.1: Resultados obtenidos en la etapa de disminución del pH con *HCl* en la prueba de ácidos húmicos y fúlvicos, en la muestra tratada con *NaOH*, 8 % [p/p].

| <i>Muestra</i> | <i>Cantidad adicionada</i> | <i>pH</i> | <i>Temperatura [°C]</i> |
|----------------------|----------------------------|-----------|-------------------------|
| Muestra original (O) | Cant. inicial 20 [ml] | 15,00 | 24,09 |
| 3M HCl | 10 [ml] | 14,84 | 32,40 |
| 3M HCl | 500 [μ L] | 14,79 | 31,50 |
| 3M HCl | 1 [ml] | 14,71 | 32,50 |
| 3M HCl | 2 [ml] | 14,47 | 32,30 |
| 3M HCl | 2 [ml] | 13,79 | 32,40 |
| 0,15M HCl | 1 [ml] | 13,71 | 30,40 |
| 0,15M HCl | 1 [ml] | 13,68 | 29,70 |
| 0,15M HCl | 5 [ml] | 13,36 | 28,60 |
| 0,15M HCl | 10 [ml] | 3,87 | 28,20 |
| 0,15M HCl | 1 [ml] | 3,08 | 27,60 |
| 0,15M HCl | 1 [ml] | 2,81 | 27,40 |
| 0,15M HCl | 1 [ml] | 2,65 | 26,90 |
| 0,15M HCl | 1 [ml] | 2,55 | 27,20 |
| 0,15M HCl | 1 [ml] | 2,46 | 27,10 |
| 0,15M HCl | 1 [ml] | 2,39 | 27,00 |
| 0,15M HCl | 1 [ml] | 2,35 | 26,90 |
| 0,15M HCl | 1 [ml] | 2,30 | 26,70 |
| 0,15M HCl | 1 [ml] | 2,26 | 26,70 |
| 0,15M HCl | 1 [ml] | 2,23 | 26,50 |
| 0,15M HCl | 1 [ml] | 2,20 | 26,50 |
| 0,15M HCl | 1 [ml] | 2,17 | 26,30 |
| 0,15M HCl | 1 [ml] | 2,15 | 26,10 |
| 0,15M HCl | 1 [ml] | 2,13 | 26,00 |
| 0,15M HCl | 1 [ml] | 2,11 | 25,90 |
| 0,15M HCl | 1 [ml] | 2,09 | 25,80 |
| 0,15M HCl | 1 [ml] | 2,08 | 25,70 |

Mientras que en la tabla E.2 se presentan los resultados obtenidos durante la disminución de pH con *HCl* de la muestra tratada con *NaOH*, 10 [M].

Tabla E.2: Resultados obtenidos en la etapa etapa de disminución del pH con *HCl* en la prueba de ácidos húmicos y fúlvicos, en la muestra tratada con *NaOH*, 10 [M].

| <i>Muestra</i> | <i>Cantidad adicionada</i> | <i>pH</i> | <i>Temperatura [°C]</i> |
|----------------------|--------------------------------|-----------|-------------------------|
| Muestra original (O) | Cant. inicial 20 [ml] | 15,00 | 25,70 |
| 3M HCl | 10 [ml] | 15,00 | 29,00 |
| 3M HCl | 10 [ml] | 15,00 | 30,60 |
| 3M HCl | 5 [ml] | 15,00 | 31,50 |
| H ₂ O | 50 [ml] | 15,00 | 28,70 |
| 3M HCl | 10 [ml] | 14,95 | 30,00 |
| 3M HCl | 1 [ml] | 14,92 | 29,90 |
| 3M HCl | 1 [ml] | 14,89 | 29,90 |
| 3M HCl | 1 [ml] | 14,87 | 29,90 |
| 3M HCl | 1 [ml] | 14,84 | 29,80 |
| 0,15M HCl | 2,5 [ml] | 14,84 | 29,60 |
| 0,15M HCl | 10 [ml] | 14,82 | 29,20 |
| 0,15M HCl | 10 [ml] | 14,80 | 28,90 |
| 0,15M HCl | 10 [ml] | 14,78 | 28,50 |
| 0,15M HCl | 15 [ml] | 14,75 | 28,20 |
| 0,15M HCl | 10 [ml] | 14,73 | 27,70 |
| 0,15M HCl | 10 [ml] | 14,47 | 27,50 |
| 0,15M HCl | 20 [ml] | 14,40 | 27,40 |
| 0,15M HCl | 20 [ml] | 14,36 | 27,20 |
| 0,15M HCl | 50 [ml] | 14,22 | 26,80 |
| 0,15M HCl | 25 [ml] | 14,12 | 26,68 |
| 1M HCl | 25 [ml] | 10,38 | 27,10 |
| 0,15M HCl | 5 [ml] | 9,15 | 27,00 |
| 0,15M HCl | 5 [ml] | 5,87 | 26,90 |
| 0,15M HCl | 2,5 [ml] | 4,68 | 26,80 |
| 0,15M HCl | 1 [ml] | 4,22 | 26,80 |
| 1M HCl | 1 [ml] | 3,24 | 26,70 |
| 1M HCl | 3 [ml] | 2,65 | 26,60 |