



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE QUÍMICA

**Evaluación del desempeño de una membrana dinámica
preformada con extracto de semilla de *Moringa oleifera*
durante la filtración de un efluente anaerobio.**

TESIS

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE
INGENIERO QUÍMICO**

PRESENTA:

Miguel Ángel Freyermuth Corona

CIUDAD DE MÉXICO

AÑO 2018





Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

JURADO ASIGNADO:

PRESIDENTE: **Profesor: Eduardo Bárzana García**
VOCAL: **Profesor: José Agustín García Reynoso**
SECRETARIO: **Profesor: Daniel De Los Cobos Vasconcelos**
1er. SUPLENTE: **Profesor: Sergio Adrián García González**
2° SUPLENTE: **Profesor: Alejandra Mendoza Campos**

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:

INSTITUTO DE INGENIERÍA, UNAM

ASESOR DEL TEMA:

Dr. Daniel De Los Cobos Vasconcelos

SUPERVISOR TÉCNICO

M. en C. Margarita Elizabeth Cisneros Ortiz

SUSTENTANTE (S):

Miguel Ángel Freyermuth Corona



El trabajo experimental de esta tesis fue realizado en el Laboratorio de Ingeniería Ambiental del Instituto de Ingeniería de la UNAM que cuenta con certificado de conformidad otorgado por el organismo acreditado Certificación Mexicana, S.C., por haber implementado y mantener un Sistema de Gestión de la Calidad de conformidad con los requisitos de la norma internacional ISO 9001:2015

No. de Certificado CMX C SGC 155 2017, válido en el período del 09 de noviembre de 2017 al 09 de noviembre de 2020

Tabla de contenido

Introducción	15
Capítulo 1. Marco teórico	15
1.1. Panorama y situación actual de agua residual	17
1.1.1. Clasificación del Agua Residual	17
1.1.2. Tratamientos	18
1.1.3. Un recurso en potencia	20
1.2. Biorreactores de Membrana (BRM) para el tratamiento de agua residual	21
1.2.1. Filtración.....	21
1.2.2. Configuraciones de reactor	21
1.2.3. Biorreactores de membrana (MBR)	22
1.2.4. Membranas dinámicas (MD).....	26
1.2.5. Moringa oleífera para el tratamiento de agua residual	32
1.2.6. Revisión de trabajos previos en el grupo de investigación en procesos anaerobios (GIPA)	40
Capítulo 2. Justificación, Objetivos y Metas de trabajo.	45
2.1. Justificación	45
2.2. Objetivo principal	46
2.3. Objetivos particulares	46
Capítulo 3. Métodos experimentales.....	47
3.1. Descripción del sistema.....	47
3.1.2. Etapa 1: Preformación.....	47
3.1.3. Etapa 2 y 3: Filtración y Retro lavado con aire.....	48
3.2. Procedimiento experimental	50
3.2.1. Selección de Moringa oleífera.....	50
3.2.2. Transformación de materia prima.	51
3.2.3. Selección de soporte textil tejido.....	51
3.2.4 Orientación de la succión del permeado	52
3.2.5. Variación de la concentración	53
3.2.6. Variación del tamaño de partícula de moringa.....	53
3.2.7 Variación de la inclinación del módulo de filtración	54
3.3. Métodos Analíticos.....	54

3.3.1. Determinación de capa adsorbida de moringa en soporte textil	54
3.3.2. Caracterización de semillas de Moringa: Concentración de proteína, solubilidad y densidad compactada.	56
3.3.3. Determinación de tamaño de poro: Microscopio Electrónico de Barrido (SEM), Microscopía Óptica (MO), Segmentación y Procesamiento informático (<i>DiameterJ</i>)	56
3.3.4. Prueba de coagulación	57
3.3.5. Determinación de Presión Transmembrana (PTM)	57
3.3.6. Otros análisis.	58
Capítulo 4. Resultados, Análisis y Discusión.....	59
4.1. Determinación de tamaño de poro promedio para textiles tejidos	59
4.1.1. Textiles multifilamento de nylon.....	59
4.1.2. Textiles de multifilamento de poliéster	60
4.2. Caracterización de la calidad del Efluente Anaerobio (EA).....	64
4.3. Preformación de una membrana dinámica	64
4.3.1. Comportamiento de tamaño de partícula	64
4.3.2. Efecto de la dosis de moringa en la preformación.....	70
4.3.3. Efecto de la inclinación del módulo	71
4.3.4. Otras consideraciones	76
4.4. Evaluación del desempeño de una PDM con Moringa (Turbiedad y flux)	80
Capítulo 5. Conclusiones y Recomendaciones	87
5.1. Conclusiones.....	87
5.2. Recomendaciones	88
Anexo A. Determinación de proteína de la semilla <i>Moringa oleífera</i> proveniente de diferentes lugares del mundo.....	90
Anexo B. Prueba de Jarras.....	94
Concentración de proteína óptima	94
Anexo C. Determinación de tamaño de poro de telas tejidas de multifilamento	99
Anexo D Caracterización de telas no tejidas.	113
Espectroscopia Raman	113
Microscopía electrónica de barrido (SEM, por sus siglas en inglés).	118
Particularidades de las telas no tejidas.....	118
Análisis de tamaño de poro.....	119
Referencias.....	128

Lista de Figuras

Figura 1. 1. Diagrama esquemático simplificado de una planta de tratamiento a gran escala.	20
Figura 1. 2. Ósmosis inversa, ultrafiltración, microfiltración y filtración convencional son procesos relacionados diferenciándose principalmente en el tamaño de poro promedio del filtro de la membrana. (Baker, 2004).	21
Figura 1. 3. Fotografías de módulos (en la parte de arriba) y representación esquemática del flujo a través de las membranas (abajo) Inciso A) membrana de hoja plana, B) membrana tubular, C) membrana de fibra hueca. (Judd & Judd, 2008)	23
Figura 1. 4. Esquema de las configuraciones de un reactor anaerobio de membrana. a) Membrana externa sujeta a presión por bomba, b) Membrana sumergida en el reactor sujeta a vacío, c) Membrana sumergida en cámara externa sujeta a vacío. (Kooijman et al., 2017; Hu et al., 2017(B); Saleem et al., 2016).....	24
Figura 1. 5. Esquema de una membrana dinámica (Ersahin et al., 2012).	26
Figura 1. 6. Número de estudios publicados con respecto a las MD desde 1995. BRMD se refiere específicamente a los biorreactores aerobios de membrana dinámica mientras que BRAMD se refiere a los biorreactores anaerobios de membranas dinámicas.	27
Figura 1. 7. Ejemplo gráfico de la estructura de una malla de multifilamentos (inciso a) y una de monofilamento (inciso b). (Process Equipment Inc., 2016).....	30
Figura 1. 8. Resumen de las características y modelos de los diferentes mecanismos de formación de membrana dinámica (Saleem et al., 2016).	31
Figura 1. 9. Anatomía de Moringa oleifera. A) hojas grandes, pinnadas, que pueden alcanzar hasta 60 cm de longitud. B) fruto que posee una cápsula ligera, leñosa y seca, que en la madurez mide de 10 a 30 cm; C) el fruto se abre en 3 partes, o valvas; D) semillas de 1.5-3cm de diámetro con un centro de color café oscuro y 3 alas de color beige (Olson & Fahey, 2011).	33
Figura 1. 10. Comparación de material particulado y otras misceláneas de referencia. (Davis M., 2011).	34
Figura 1. 11. Representación gráfica de la coagulación-floculación. A) Debido al movimiento browniano las partículas coloidales se mantienen en suspensión. B) Al adicionar algún coagulante, este disminuye las fuerzas de repulsión negativas de las partículas coloidales y empieza el fenómeno de floculación. C) Por la fuerza de gravedad, los flóculos empiezan a sedimentar y como consecuencia el agua se clarifica.	35
Figura 1. 12. Ventajas y desventajas de los coagulantes químicos y naturales.....	38
Figura 1. 13. Relevancia de la Moringa oleifera en el tratamiento de aguas residuales a lo largo del tiempo.	40
Figura 1. 14. Esquema de operación del reactor UASB y ubicación de las membranas a diferentes niveles (González-Ortega 2014).	41
Figura 1. 15. Esquema de sistema experimental de membranas inmersas en cámara externa (Villalba-Pastrana, 2015).	42
Figura 1. 16. Esquema: Sistema de filtración dinámica, a) componente biológico, reactor UASB, b) Columna distribuidora y cámaras externas; c) Cámara externa; d) Clarificador (Rodríguez-Medina 2016).	43

Figura 3. 1. Diagrama esquemático del sistema en la etapa 1 con suspensión de Moringa de concentración definida. 1 soporte de madera y metal para el módulo de filtración, 2 módulo de filtración, 3 bomba peristáltica, 4 parrilla de agitación, 5 manómetro no convencional.....	48
Figura 3. 2. Diagrama esquemático del sistema en etapa de filtración y retro lavado. 1 tanque de almacenamiento de efluente anaerobio, 2 bomba de alimentación, 3 (a y b) parrilla de agitación, 4 módulo de filtración, 5 bomba de succión de permeado y limpieza por retro lavado con aire, 6 columna medidora de diferencia de nivel hidrostático, 7 bomba de recirculación, 8 circulación de aire en contraflujo.....	49
Figura 3. 3. Sistema de filtración de efluente anaerobio mediante una MDP de moringa.	50
Figura 3. 4. Transformación de la materia prima.....	51
Figura 3. 5. Diagrama esquemático del módulo de filtración de 9x9 cm (81 cm ²). 1) tapas de poliamida, 2) sellos de neopreno, 3) soporte de MD, 4) malla metálica.....	52
Figura 3. 6. Módulo de filtración con salida del permeado orientado hacia arriba. La succión se lleva a cabo por la manguera inferior de la imagen y la presión transmembrana es medida por medio del manómetro (manguera superior).....	53
Figura 3. 7. Inclínación aproximada de módulo para PDM a 2 g/L.....	54
Figura 3. 8. Recubrimiento con oro. Preparación de muestras textiles para observación en SEM.....	55
Figura 3. 9. Diagrama de balance de fuerzas para la determinación de la PTM del sistema después de agotar la columna hidrostática de la pipeta.....	57
Figura 4. 1. Textiles de nylon Inciso A) Muestra de tela nylon blanco, Composición: 85% poliamida; 15% elastano. B) Muestra de tela nylon café, Composición: 80% poliamida; 20% elastano.....	59
Figura 4. 2. Comparación de distribución de tamaño de poliamida de diferente composición. Se presenta en la parte superior izquierda de cada imagen el promedio y la desviación estándar del tamaño de poro, así como su mediana.....	60
Figura 4. 3. Imágenes de microscopía óptica. Inciso A) Tela Poliéster 90 "Toque de Seda", composición: poliéster 90% - algodón 10%. Inciso B) Tela Poliéster 65 "Popelina Poliéster 65. Composición: poliéster 65% - algodón 35%.	61
Figura 4. 4. Segmentación de imagen de poliéster 65 por SEM y MO.	62
Figura 4. 5. Comparación de histogramas de tamaño de poro de poliéster 65 desarrollados a partir de dos diferentes técnicas de microscopía. Óptica (MO) y electrónica (SEM).	63
Figura 4. 6. Fotografías del módulo de filtración (con salida de permeado en la parte de arriba posterior de cada imagen) después de un recubrimiento de suspensión de semilla de moringa de 0.6 mm de tamaño de partícula y dosis de 2 g/L a diferentes condiciones: A) 90 grados utilizando agua destilada como medio, B) 65 grados de inclinación con agua de la llave, C) 90 grados de inclinación con agua de la llave.	65
Figura 4. 7. Resultados del módulo de filtración (con salida del permeado orientada hacia arriba) pruebas de preformación con moringa 0.2 mm a 2 g/L a diferentes condiciones de operación: a) Llevada a cabo con un ángulo de inclinación de 90 grados en agua destilada, b) Inclinación 65 grados en agua destilada, c) 90 grados con agua de la llave y d) 90 grados en agua destilada parcialmente con capa parcialmente formada.	66

Figura 4. 8. Comparación de preformación de moringa (5g/L) de dos diferentes tamaños de partícula. Inciso A) Tamaño de partícula 0.6 mm, e Inciso B) Tamaño de partícula de 0.2 mm.....	67
Figura 4. 9. Efecto de la presión transmembrana (PTM) con respecto al tiempo de la PDM con diferentes tamaños de partícula (0.2 mm y 0.6 mm) a una concentración de 5 g/L. ..	68
Figura 4. 10. Turbiedad de la suspensión de moringa en función del tiempo con dosis de moringa de 5 g/L.....	69
Figura 4. 11. Presión transmembrana en función del tiempo para la preformación de un soporte empleando un tamaño de partícula de moringa de 0.2 mm a dos diferentes concentraciones con una inclinación de módulo de 90°	70
Figura 4. 12. Turbiedad de suspensión de moringa a dos diferentes concentración utilizando el polvo de 0.2 mm.....	71
Figura 4. 13. Comparación de tamaño de poro en la influencia de la inclinación del módulo en la preformación con Moringa de una MD con dosis de moringa de 2 g/L.....	72
Figura 4. 14. Presión transmembrana en función de la inclinación del módulo. Presión transmembrana conforme pasa el tiempo de preformación a dos tamaños de partícula con la misma concentración 2 g/L de moringa A) a 0.6 mm de diámetro de partícula y, B) 0.2 mm variando el ángulo de inclinación del módulo.	73
Figura 4. 15. Grosor de la MDP de moringa aún sin filtración de agua residual. Características: tamaño de partícula 0.2 mm y concentración de suspensión 2 g/L en 9 puntos distribuidos en todo el módulo.....	74
Figura 4. 16. Retención de materia de moringa de tamaño de partícula de 0.2 mm en función de la inclinación del módulo de filtración.....	75
Figura 4. 17. Efecto de la posición de salida del permeado sobre el perfil de recubrimiento de la MDP. A) Recubrimiento de moringa sobre soporte textil con dosis 5g/L y salida de permeado por debajo B) Recubrimiento de moringa sobre soporte textil con dosis de 2 g/L y la salida del permeado por arriba.	76
Figura 4. 18. Turbiedad de la suspensión de moringa (2g/L) en función de las RPM de agitación y su evolución cada 10 minutos de 0 a 30 minutos.	77
Figura 4. 19. Efecto de la masa retenida en soporte con respecto al tipo de agua usado como medio en la suspensión de moringa 0.2 mm a 2 g/L.	78
Figura 4. 20. Presión transmembrana en función del tiempo con una concentración de moringa 0.2mm de 2 g/L a diferentes días. Aquellos días en los que se usó agua de la llave como medio acuoso para suspensión de moringa están señalizados con un asterisco (*) en el resto se usó agua destilada.....	79
Figura 4. 21. Turbiedad de suspensión de moringa 2g/L en función del tiempo de preformación, 30 minutos en agua destilada y con un asterisco (*) en agua de la llave. ..	80
Figura A. 1. Curva patrón para la determinación de proteínas utilizando diluciones de SAB.	91
Figura A. 2. Comparación de contenido proteico de los diferentes tipos de semilla oleífera con su error.	91

Figura B. 1. Prueba de jarras en la utilización de Moringa tipo 0 en agua residual tipo municipal cruda cuya turbiedad inicial fue de 340 NTU. De izquierda a derecha: 0, 0.3, 0.7,

1, 1.5 y 2 gramos de moringa tipo 0 cuyas turbiedades finales fueron: 245, 154, 50, 30, 14.6 y 15.9 NTU respectivamente.....	94
Figura B. 2. Variación de la turbiedad con respecto a la concentración de proteína utilizando sólo la semilla con código 0.	95
Figura B. 3. Efectividad de la remoción de la turbiedad del agua residual conforme aumenta la turbiedad inicial. Se realizaron 4 corridas en diferentes fechas, cada una, representada por una curva.	96
Figura B. 4. Desempeño de las 12 variedades de moringa probadas a T_0 igual a 330 ± 9.6 NTU con una cantidad fija de 0.4 gramos (alrededor de la concentración óptima de proteína)	96
Figura B. 5. Correlación de dependencia de la eficiencia de remoción de la turbiedad y el contenido proteico de cada variedad de semilla de Moringa.	97
Figura B. 6. Porcentaje de contenido de proteína de semillas de Moringa oleífera de ciertas regiones del mundo.	98
Figura B. 7. Relación Eficiencia de Remoción de Turbiedad entre Concentración de Moringa oleífera por código de moringa.....	98

Figura C. 1. Programa de procesamiento de imágenes de microscopía ImageJ mostrando el complemento empleado, DiameterJ.	99
Figura C. 2. Esquema sintetizado del proceso de segmentación y análisis de tamaño de poro de textiles tejidos o no tejidos.	100
Figura C. 3. Imagen digital tomada en SEM de tela tipo poliéster 65 con metadatos en la parte inferior de la imagen a 50x, 1 kV y una distancia de trabajo de 6 mm.....	101
Figura C. 4. Imagen original a 200% de aumento en el umbral de la muestra de tela y la escala. Cuadro 1 Herramienta “Rectángulo”. Cuadro 2 barra de escala mostrando su ancho con línea de doble cabeza. Cuadro 3 Ancho (width) del rectángulo sobre la barra de escala. Cuadro 4 Tamaño total de la imagen en pixeles.	102
Figura C. 5. Cuadro de segmentación de imagen compuesta del tamaño de imagen en la parte superior, el corte de la(s) imagen(es) a segmentar y los algoritmos que se desean utilizar en la parte de en medio y, el procesamiento de lotes en la parte inferior.	103
Figura C. 6. Conjunto de imágenes segmentadas por los algoritmos y la combinación de estos a partir de la imagen original, inciso A. En este caso se escogió la imagen segmentada del inciso G para proceder a su edición manual.	104
Figura C. 7. Etapas de segmentación de inicio a fin. A) Imagen original, B) Mejor resultado de segmentación proporcionado por DiameterJ, c) Edición final de segmentación, superponiendo la imagen original sobre la segmentada d) Imagen segmentada adecuada para análisis de tamaño de poro entre otras.	105
Figura C. 8. Proceso de edición de imagen segmentada parte 1. Mediante el uso de la barra de herramientas (1), se sobrepone la imagen original (3) sobre la segmentada sujeta a edición (2). Se modifica la opacidad (4) y, haciendo uso de la figura del polígono (5) se van llenando los espacios en blanco para completar fibras o negro para definir poros, dependiendo de la circunstancia.....	106
Figura C. 9. Proceso de edición de imagen segmentada- parte2. 1). Se selecciona el color que se vaya utilizar para completar las fibras (3) como primer plano (2) (color blanco) o poros (color negro).....	107
Figura C. 10. Complemento DiameteJ 1-018, la cual se encarga de hacer los análisis estadísticos y recopilar toda la información en hojas de cálculo: 1 Análisis de orientación	

de poros, 2 Conversión automática de unidades, 3 Identificación de localización específica del radio de una fibra, 4 Procesamiento de datos.	109
Figura C. 11. Procesamiento de imagen segmentada. El arreglo contiene 4 imágenes: A) Imagen de segmentación final, B) imagen con líneas centrales de las fibras, C) La capa sobrepuesta de la transformada de la distancia euclidiana de las fibras representadas con líneas amarillas y D) La representación gráfica del análisis de poro y los poros enumerados de arriba abajo.	110
Figura C. 12. Procesamiento de imágenes microscópicas de fibras y mallas mediante el uso del complemento o plug-in "Diameter J" (Hotaling et al., 2015)	111
Figura D. 1. Espectros Raman de una muestra recortada de la "tela 1" con longitud de onda de láser de 532 nm. Cada espectro representa un punto diferente de muestreo denotados como "T1_fr1" en verde, "T1_fr2" en rojo y "T1_fr3" en azul.	114
Figura D. 2. Espectrogramas Raman de las telas 1, 4 y 5. Las crestas de gran longitud se debieron a la interferencia por fluorescencia que no se pudo disminuir a pesar de los mecanismos de atenuación del microscopio.	114
Figura D. 3. Espectros Raman de las telas 2, 3 y 6 tomadas a longitud de onda de láser de 633 nm.....	115
Figura D. 4. Comparación de espectro de referencia de poliéster (532 nm) (Bruker Nano Surfaces 2011) con los espectros tomados de la tela 4 (633 nm).	116
Figura D. 5. Espectros Raman realizados por triplicados en diferentes puntos de la misma muestra de las telas 2, 3 y 6 a longitud de onda de láser 633 nm.	116
Figura D. 6. Comparación de espectros Raman de polipropileno (Bruker Nano Surfaces, 2011) con la tela 3. Se cortó espectrograma de referencia (inciso a) y se desplazó una parte a la izquierda para su mejor apreciación con el espectro de la tela 3 (inciso b). ...	117
Figura D. 7. Comparación de espectro Raman de polipropileno según ASEQ instruments (inciso a) con el de la tela 3 (inciso b). El espectrograma a) iba de un rango de 0 a 2500 de longitud de onda Raman [cm ⁻¹] por lo que sólo sirvió de comparación en un limitado rango con respecto al inciso b) (ASEQ instruments, n.d.).	117
Figura D. 8. Imágenes de microscopia electrónica de barrido. Los incisos de a) a f) corresponden a un punto de las muestra de la tela 1 a la 6, respectivamente. Condiciones de trabajo para observación en SEM: 20 kV, 40x, distancia de trabajo entre 16 y 30 mm.	120
Figura D. 9. Imágenes tomadas de la Tela 1. a) Cara frontal sin recubrimiento de oro. b) Cara posterior sin recubrimiento de oro c) Cara frontal de la tela 1 con recubrimiento de oro. d) Cara posterior de la Tela 1 con recubrimiento de oro.	121
Figura D. 10. Diferentes imágenes creadas por algoritmos computacionales a partir de la imagen original, inciso A. El primer cuadro a la izquierda corresponde a la imagen de la muestra original, mientras que el resto de imágenes es la segmentación creada por diversos algoritmos contenidos en el programa. En este caso, se escogió la segmentación inciso G.....	122
Figura D. 11. Paso a paso, el procesamiento de cada muestra de tela. a) Imagen original de la muestra recubierta con oro para mejorar la resolución de la imagen, b) Mejor resultado de segmentación llevado a cabo por los algoritmos del complemento DiameterJ, c) Edición final, d) Imagen segmentada son superposición de la imagen original, lista para ser sometida al análisis estadístico (es altamente recomendable utilizar gafas protectoras	

ante el brillo de la pantalla del monitor si se desea editar muchas imágenes de estas características o generar su propio algoritmo de segmentación para telas no tejidas). .. 123

Figura D. 12. Análisis de poros de los textiles. Inciso a) Imagen procesada y segmentada sometida a análisis por programa b) transformación a un espacio en el cual, el programa comprende de qué manera están colocadas las fibras segmentadas y traza rayas a partir de la mitad de cada fibra. Inciso c) Transformación a espacio euclidiano en donde se observa en amarillo lo que el programa marca como los límites físicos de las fibras y aquellos espacios sombreados como intersecciones. d) Representación gráfica y enumeración ordinal de los poros. 124

Figura D. 13. Distribución promedio de las seis muestras de textiles. 126

Lista de Tablas

Tabla 1. 1. Clasificación de fuentes productoras de agua residual y sus componentes más usuales.(WWAP, 2017).....	17
Tabla 1. 2. Niveles de tratamiento de agua residual (Tchobanoglous et al., 2003).	19
Tabla 1. 3. Comparación de los tratamientos aerobios y anaerobios (Chan et al., 2009). 22	
Tabla 1. 4. Principales categorías de agentes químicos limpiadores de membranas (Wang et al., 2014).....	29
Tabla 1. 5. Algunos de los coagulantes más utilizados en la industria de tratamiento de aguas residuales. (Davis, 2011).....	36
Tabla 1. 6. Lista de algunas semillas de especies de plantas usadas como coagulantes (Megersa et al., 2014).....	37
Tabla 3. 1. Condiciones de operación del sistema de tratamiento de agua por PDM.....	48
Tabla 3. 2. Listado de posibles candidatos de textiles tejidos para el soporte.....	52
Tabla 4. 1. Características de los textiles de fibra sintética de poliéster y poliamida (nylon).	63
Tabla 4. 2. Parámetro de los contaminantes del EA.	64
Tabla 4. 3. Masa adsorbida de Moringa sobre la superficie del soporte textil en agua destilada con dos diferentes tamaños de partícula e inclinación.	66
Tabla 4. 4. Promedio de retención de masa de moringa sobre el soporte.	79
Tabla 4. 5. Eficiencias de remoción de contaminantes por MDP de moringa.....	86
Tabla A. 1. Código asignado para cada tipo de semilla, lugar del que proviene y especie.	90
Tabla A. 2. Masa teórica de moringa en disolución para formar diferentes grosores de la película preformada.	92
Tabla D. 1. Características de cada una de las telas.	125
Tabla D. 2. Identificación de los textiles industriales.	127

Abreviaturas

BRAM: Biorreactor anaerobio de membrana

BRAMD: Biorreactor anaerobio de membrana dinámica

BRM: Biorreactores de membrana

BRMD: Biorreactor de membrana dinámica

cP: centi Poise

DQO: Demanda Química de Oxígeno

DQOs: Demanda Química de Oxígeno soluble

DQOt: Demanda Química de Oxígeno total

EDTA: ácido etilediaminotetraacético

EGSB: Reactor de Lecho de Cama Expandida de Lodos Granulares

IAC: Índice de Actividad Coagulante

kDa: kilo Daltones

kV: kilo Volts

L: Litro

MD: Membrana dinámica

MDAF: Membrana Dinámica Auto-formada

MDP: Membrana Dinámica Preformada

MDP: Membrana dinámica Preformada.

MF: Micro-filtración

mL: mililitro

mm: milímetro

NIST (National Institute of Standard and Technology): Instituto Nacional de Estándares y Tecnología

NOM: Norma Oficial Mexicana

NTU (Nephelometric Turbidity Unit): Unidad nefelométrica de turbiedad

OMS: Organización Mundial de la Salud

PP: Polipropileno

PS: Poliéster

PTAR: Planta de Tratamiento de Aguas Residuales

PTM: Presión Transmembrana

RLF: Reactor de Lecho Fluidizado

RTA: Reactor de Tanque Agitado

SEM (Scanning Electron Microscope): Microscopía Electrónica de Barrido

SMN: Servicio Meteorológico Nacional

SS: Sólidos Suspendidos

SSF: Sólidos Suspendidos Fijos

SST: Sólidos Suspendidos Totales

SSV: Sólidos Suspendidos Volátiles

TRH: Tiempo de Retención Hidráulica

UASB: (Up-flow Anaerobic Sludge Bed Reactor) Reactor Anaerobio de Lecho de Cama de Lodos de Flujo Ascendente

UF: Ultra-Filtración

UNESCO: Organización de las Naciones Unidas para la Educación, la Ciencia y la Cultura

µm: micrómetro

Introducción

El agua residual como subproducto de las actividades humanas (muchas de ellas imprescindibles) contiene una gran variedad de contaminantes tanto solubles como no solubles y es por esto que necesita ser tratada para su reutilización o su descarga al medio ambiente, y salvaguardar los ecosistemas del planeta.

Sin embargo, el problema es más complejo de lo que parece, pues, factores como la sobrepoblación, los procesos ineficientes, el uso irracional del recurso hídrico, la ignorancia, la corrupción, entre otros, han provocado la disminución severa de la disponibilidad del agua en varias partes del mundo. Tan sólo en Latinoamérica menos del 20% de la descarga de agua residual es colectada y tratada adecuadamente debido a la falta de implementación, supervisión institucional, escasez de recursos financieros, etcétera. Esto, a pesar de que se cuente con las políticas y normas restrictivas para la descarga de estas aguas. (WWAP, 2017)

Para proteger al medio ambiente, gobiernos e iniciativa privada han tenido que invertir cuantiosos recursos para el desarrollo de tecnologías de tratamiento de agua residual. En años recientes, se ha incrementado el interés de tecnologías sustentables, procesos de tratamiento energético-intensivo con el enfoque de reducir el consumo de energía y el impacto al medioambiente, entre las cuales se encuentran los procesos biológicos como los biorreactores de membrana que, a pesar de ser muy efectivos en la remoción de contaminantes, normalmente requieren un gran insumo de energía y un mantenimiento frecuente y costoso.

No obstante, la principal desventaja en la operación de un biorreactor de membranas, ya sea aerobio o anaerobio, es el taponamiento de la membrana, ocasionando un consumo energético alto y disminuyendo la producción de agua tratada. A pesar de esta desventaja, actualmente hay varias investigaciones (Sahinkaya *et al.*, 2017; Fard & Mehrnia, 2017) aprovechando dicho taponamiento para crear una biopelícula filtrante conocida como membrana dinámica, dando lugar así, a los reactores (aerobios o anaerobios) de membrana dinámica (BRMD y BRAMD). De esta manera, se hace del problema, una solución.

En este trabajo de investigación se analiza una alternativa económicamente atractiva para tratamiento de agua residual de tipo municipal empleando una pasta de semilla de *Moringa oleífera* sobre un soporte textil de poliéster para llevar a cabo una preformación de membrana dinámica en la filtración de un efluente de un reactor anaerobio.

Se diseñó un sistema de tratamiento a escala laboratorio en el cual se estuvo experimentando con diferentes variables y factores. Se probó el uso de 4 textiles (2 de poliéster y 2 de nylon con diferente composición y entramado entre sí), se probaron diferentes ángulos de inclinación del módulo de filtración (90° y 65°), diferentes concentraciones de moringa (1, 2 y 5 g/L), dos polvos con diferente

tamaño de partícula (<0.2 y <0.6 mm de diámetro de partícula) y se analizó el comportamiento y variación de dicho sistema por medio de parámetros como: los Sólidos Suspendidos Totales (SST), la Demanda Química de Oxígeno (DQO), la Presión Transmembrana (PTM), la Turbiedad y el flux, y se comparó este estudio con trabajos similares realizados por otros investigadores.

Finalmente, se anexó información referente al trabajo experimental acerca de la selección y variación de la concentración de proteína de semillas de Moringa provenientes de determinadas regiones del planeta, así como su desempeño para la remoción de turbidez del agua residual cruda y el procedimiento para caracterizar el tamaño de poro promedio e identificar el material del que están hechos varios textiles de fibra sintética con distintos entramados no tejidos empleando algunas herramientas de cómputo.

Capítulo 1. Marco teórico

1.1. Panorama y situación actual de agua residual

1.1.1. Clasificación del Agua Residual

En aspectos técnicos, el agua residual está compuesta aproximadamente de 99% de agua y 1% de sólidos suspendidos, coloidales y disueltos. Aunque la composición exacta del agua residual varía dependiendo de sus fuentes y el tiempo, el agua es su constituyente principal y más abundante. Estas fuentes, como se puede observar en la Tabla 1. 1, pueden presentar diversos componentes en diferentes concentraciones.

Tabla 1. 1. Clasificación de fuentes productoras de agua residual y sus componentes más usuales.(WWAP, 2017)

Fuente de agua residual	Componentes típicos
Doméstica	Excreta humana (microorganismos patógenos), nutrientes y materia orgánica. Puede contener contaminantes emergentes (ej. fármacos, disruptores endocrinos, pesticidas).
Municipal	Amplio rango de contaminantes, tales como microorganismos patógenos, nutrientes, materia orgánica, metales pesados y contaminantes emergentes.
Urbano	Amplio rango de contaminantes, incluyendo productos incompletos de combustión (ej. hidrocarburos policíclicos aromáticos, residuos de combustible fósil, hule, aceites sintéticos, metales pesados, materia orgánica recalcitrante (especialmente plásticos), material en suspensión particulado, fertilizantes y pesticidas.
Agricultura	Microorganismos patógenos, nutrientes de fertilizantes aplicados al suelo, y pesticidas e insecticidas derivados de las prácticas de la agricultura.
Ganadería	Carga orgánica y residuos veterinarios (e.ge. antibióticos, hormonas artificiales de crecimiento.

Acuicultura	Efluentes de estanques son típicamente ricos en materia orgánica, sólidos suspendidos, nutrientes disueltos y metales pesados.
Industrial	Contaminantes. (dependiendo del tipo de industria)
Minería	Sólidos suspendidos, alcalinidad, sustancias corrosivas ácidas, cianuros y metales pesados. Elementos radiactivos dependiendo de la actividad minera.
Generación de Energía	Contaminación térmica y usualmente contiene nitrógeno (ej. amonio, nitratos), sólidos suspendidos, sulfatos, y metales pesados.
Lixiviado de rellenos sanitarios	Contaminantes orgánicos e inorgánicos con alta concentración de metales y sustancias orgánicas peligrosas.

Las consecuencias de liberar agua residual sin un tratamiento adecuado puede ocasionar varios problemas, estos se clasifican en tres grupos:

1. Efectos dañinos a la salud humana
2. Impacto negativo al medio ambiente y
3. Repercusiones adversas a las actividades económicas

Cuando la descarga de agua residual causa daños al ambiente, se generan costos externos o externalidades y el potencial beneficio de reutilizar este recurso es perdido. Si el agua residual es reconocida como un bien económico, un adecuado tratamiento a este tipo de agua puede tener un valor positivo mutuo tanto para aquellos que producen como para aquellos que consumen.

1.1.2. Tratamientos

En la actualidad, las operaciones unitarias (principios físicos) y los procesos unitarios (principios biológicos y químicos) son integrados para proveer varios niveles de tratamiento clasificados como es muestra en la tabla 1. 2.

Tabla 1. 2. Niveles de tratamiento de agua residual (Tchobanoglous *et al.*, 2003).

Nivel de Tratamiento	Descripción
Preliminar	Partículas y objetos relativamente grandes, tales como: hojas, palos de madera, basura, grava que pueda dañar a los equipos del sistema de tratamiento.
Primario	Remoción de una porción de sólidos suspendidos y materia orgánica del agua residual.
Primario avanzado	Remoción mejorada de sólidos suspendidos y materia orgánica del agua residual. Típicamente lograda por medio de la adición de químicos o filtración.
Secundario	Remoción de materia orgánica biodegradable (en solución y sólidos suspendidos). Remoción de nutrientes (nitrógeno, fósforo o ambos).
Terciario	Remoción de sólidos suspendidos por filtración convencional o microfiltración. La desinfección es típica del tratamiento.
Avanzada	Remoción de materia disuelta y suspendida dependiendo de los requerimientos de las aplicaciones de reúso.

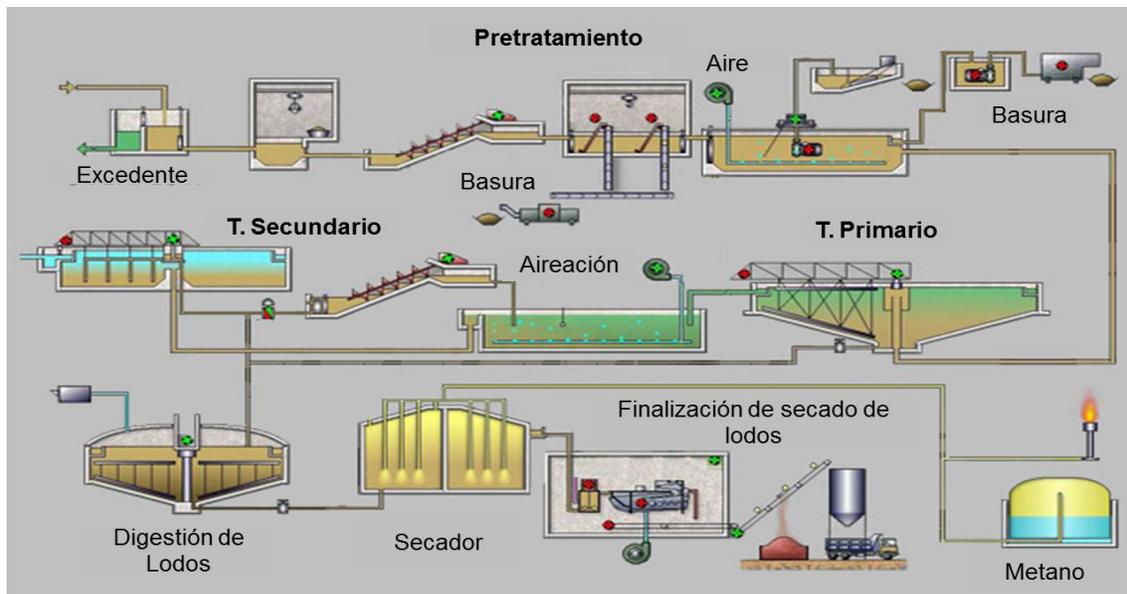


Figura 1. 1. Diagrama esquemático simplificado de una planta de tratamiento a gran escala (Admin., 2014).

Hoy en día existen varios tipos de tecnología para el tratamiento de agua residual que son ampliamente usadas y están bien consolidadas a nivel mundial como es el caso de tratamiento por coagulación-floculación y métodos de tratamiento relativamente nuevos como los reactores de membrana (BRM). Estos sistemas de tratamiento son simples y en varios casos son muy eficientes para el tratamiento de varios tipos de agua residual, de los cuales se hará mención más adelante.

1.1.3. Un recurso en potencia

En vista de la creciente demanda, el agua residual ha ganado gran interés como una alternativa fuente de agua cambiando el paradigma del manejo y tratamiento, por lo que ha dejado de ser vista como un **desecho** o material de disposición final. Y ahora ha empezado a tomarse en cuenta como un recurso reutilizable, reciclable y por supuesto, como un recurso con un alto valor intrínseco. En este sentido el agua residual ya no es más considerado como un problema, sino parte de la solución para los retos y obstáculos que la sociedad está afrontando en estos momentos. (WWAP, 2017)

El agua residual también puede ser un recurso adecuado costo-eficiente y sustentable de energía, de nutrientes, materia orgánica, y otros subproductos utilizables y hasta necesarios. Los beneficios potenciales de la extracción de dichos recursos del agua residual van más allá de la salud humana o ambiental, con implicaciones en la seguridad alimentaria y energética, así como la mitigación del cambio climático.

1.2. Biorreactores de Membrana (BRM) para el tratamiento de agua residual

1.2.1. Filtración

Las membranas han ganado un lugar importante en la industria y tecnología química y son usadas para un amplio rango de aplicaciones. La propiedad clave para esta operación unitaria es la habilidad para controlar el flujo del permeado de la especie química que fluye a través de la membrana. En aplicaciones de separación, el objetivo principal es permitir que el componente de interés sea permeado libremente de una mezcla impidiendo el paso del resto de los componentes.

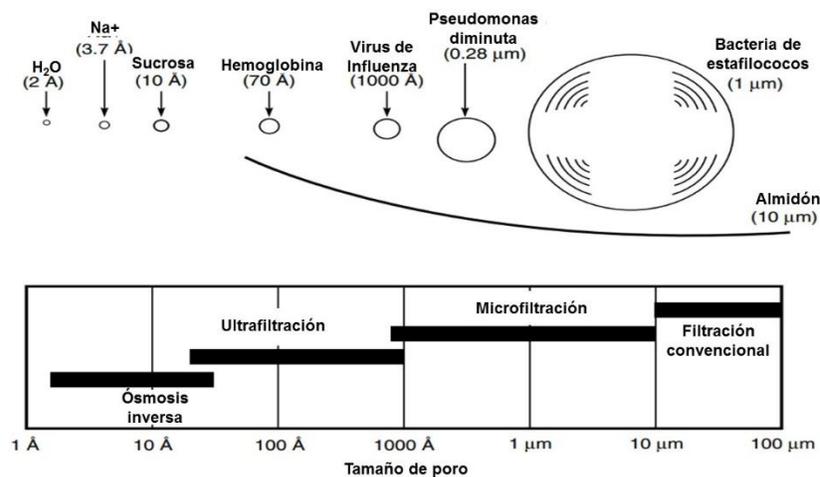


Figura 1. 2. Ósmosis inversa, ultrafiltración, microfiltración y filtración convencional son procesos relacionados diferenciándose principalmente en el tamaño de poro promedio del filtro de la membrana. (Baker, 2004).

1.2.2. Configuraciones de reactor

Entre los reactores biológicos utilizados para el tratamiento de aguas residuales se incluyen: los Reactores de Tanque Agitado (CSTR), Reactores Anaerobios de Flujo Ascendente (UASB), Reactor granular de cama de lodos expandida (EGSB), Reactor de Lecho Fluidizado (FBR) entre otros. Es importante notar que, hasta ahora, la mayoría de los reactores anaerobios se han podido acoplar de manera exitosa con los Reactores de Membrana (BRM). No obstante, a la fecha, sólo CSTR's y UASB's se han integrado con la filtración de membranas dinámicas (MD) (Hu *et al.*, 2017(A))

1.2.3. Biorreactores de membrana (BRM)

Los biorreactores de membrana son la combinación de procesos de filtración (micro- o ultra-) con un proceso de lodos activados como tratamiento biológico ampliamente utilizado el tratamiento de agua residual municipal e industrial (Meng *et al.*, 2009) dándole grandes ventajas como una mejor calidad de efluente e instalaciones compactas. Dentro de las clasificaciones de los BRM se encuentran los aerobios y los anaerobios, cada uno con sus respectivas ventajas y desventajas, tal como se resumen más en la tabla 1.3.

1.2.3.1. Aplicaciones de los BRAM en el tratamiento de aguas residuales.

Comparado con los BRM aerobios, los Biorreactores Anaerobios de Membrana (BRAM) están caracterizados por la Tabla 1.3.

Tabla 1. 3. Comparación de los tratamientos aerobios y anaerobios (Chan *et al.*, 2009).

Características	Aerobio	Anaerobio
Eficiencia de remoción	Alta	Media a alta
Calidad del efluente	Excelente	De moderada a pobre
Tasa de carga orgánica	Moderada	Alta
Producción de lodos	Alto	Bajo
Requerimiento de nutrientes	Alto	Bajo
Requerimiento de alcalinidad	Medio	Alto para ciertos tipos de aguas residuales industriales
Requerimiento energético	Alto	De bajo a moderado
Sensibilidad a temperatura	Bajo	Alto
Tiempo de arranque	2-4 semanas	2-4 semanas
Olor	Menor oportunidad de formación de olores	Problemas potenciales con el olor
Bioenergía y recuperación de nutrientes	No	Sí
Tipo de tratamiento	Total (dependiendo las características del influente)	Se requiere un pos tratamiento

La ventaja principal de los BRAM sobre los BRM es su capacidad de tratar influentes con altas cargas orgánicas con mejor ahorro energético. Además del posible aprovechamiento de biogás generado y la recuperación de nutrientes.

1.2.3.2. Geometría de membrana

La geometría y la configuración en la que está montada y orientada la membrana en relación al flujo de agua, es crucial en la determinación del desempeño neto del proceso.

Actualmente existen 3 principales geometrías (placa u hoja plana, tubular o de fibra hueca) empleadas en las tecnologías de los BRM, principalmente porque los módulos (unidades discretas de membrana) deben permitir la turbulencia y/o la limpieza

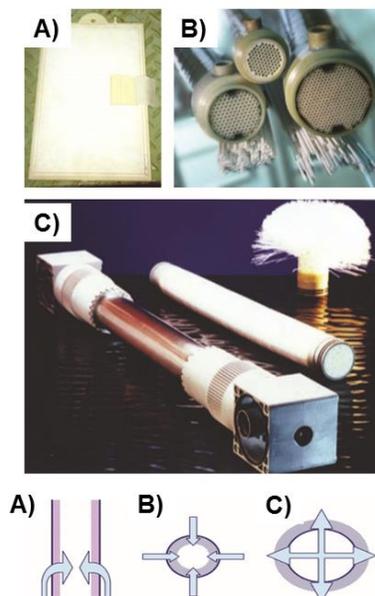


Figura 1. 3. Fotografías de módulos (en la parte de arriba) y representación esquemática del flujo a través de las membranas (abajo) Inciso A) membrana de hoja plana, B) membrana tubular, C) membrana de fibra hueca. (Judd & Judd., 2008)

Dentro de las geometrías de membrana, los módulos de filtración de hoja plana son los más usados en un BRMD. Esto es probablemente por practicidad y por la simplicidad de un módulo equipado con un soporte plano. (Ersahin *et al.*, 2012)

1.2.3.3. Configuración de membrana

Hay dos primeras aproximaciones para el diseño y operación de la membrana. Esta puede ser operada bajo presión o por vacío, como se puede observar en la figura 1. 4.

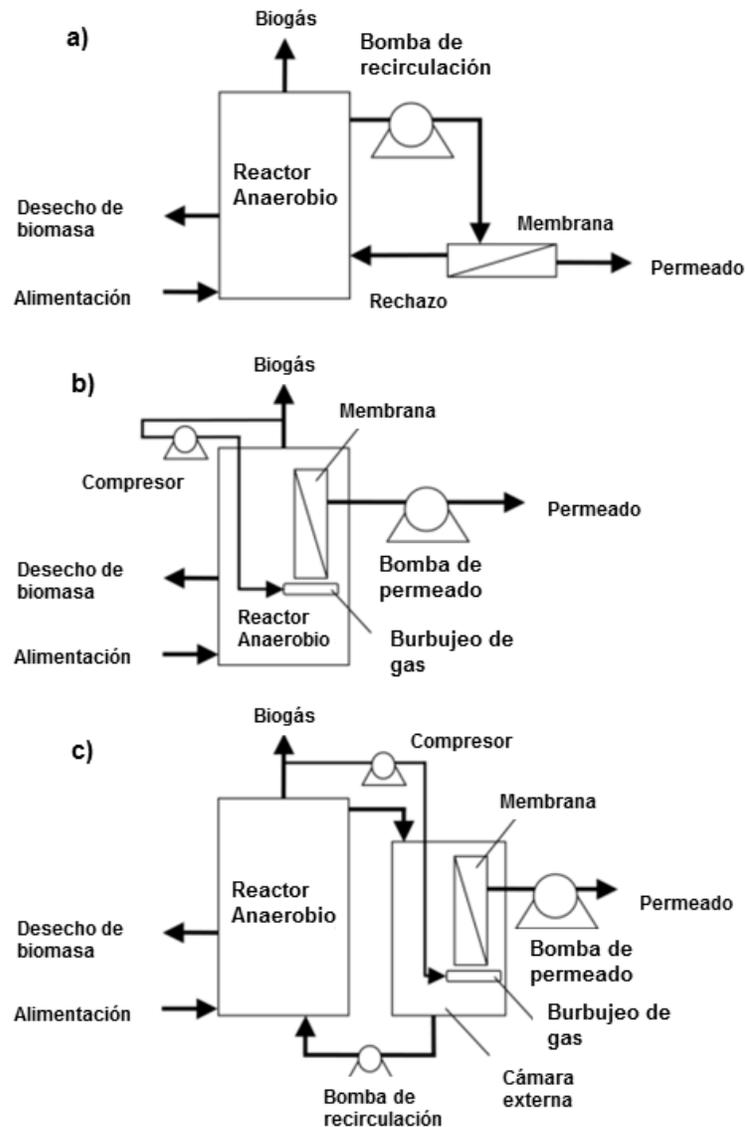


Figura 1. 4. Esquema de las configuraciones de un reactor anaerobio de membrana. a) Membrana externa sujeta a presión por bomba, b) Membrana sumergida en el reactor sujeta a vacío, c) Membrana sumergida en cámara externa sujeta a vacío. (Kooijman *et al.*, 2017; Hu *et al.*, 2017(B); Saleem *et al.*, 2016).

En la primera aproximación, la membrana está separada del reactor y una bomba es necesaria para empujar el efluente del reactor hacia el módulo de

membrana separando el permeado del rechazo, el cual, es recirculado al reactor. Cuando la membrana es operada bajo vacío, está es sumergida en el reactor o en una cámara externa y por lo tanto, una bomba o la fuerza de gravedad son empleadas para jalar el permeado a través de la membrana. Debido a la formación de una capa de lodo sobre la membrana, el flux no puede ser controlado totalmente, por lo que se coloca un burbujeo en la parte de abajo para controlar el grosor de la capa. Para los BRM aerobios, se emplea aire, mientras que para los BRAM se utiliza el biogás generado en el reactor. La inmersión de la membrana puede ser de dos tipos, en el mismo reactor, o en una cámara externa, tal como se observa en los diagramas b y c de la figura 1. 4, respectivamente. La configuración de la cámara externa es usada para plantas de tratamiento de agua residual a gran escala porque provee una mayor facilidad de limpieza de la membrana debido a que la cámara puede ser aislada, en lugar de remover físicamente la membrana. (Liao *et al.*, 2006)

1.2.3.4. Características operacionales de los BRM.

Dentro de los procesos de aerobios, la aireación es indiscutiblemente el parámetro más importante en el diseño y operación de un BRM, ya que esta es requerida para el tratamiento biológico, control de tamaño de flóculos y la limpieza de la membrana. En tanto que el tiempo de residencia hidráulico (HRT) y el tiempo de retención de sólidos lo son para los BRAM dentro de los procesos anaerobios, de tal manera que su aplicabilidad pueda ser extendida para el tratamiento de aguas residuales de varias fuentes generadoras.

A la fecha, los parámetros operacionales: intensidad de agitación/velocidad de flujo tangencial, la carga orgánica, tiempo de residencia de sólidos, el tiempo de residencia hidráulico y la temperatura han sido investigados en vista de los BRAM. (Los procesos anaerobios son operados frecuentemente a temperaturas mesofílicas (35°C) y termofílicas (55°C)) Los resultados indicaron que escoger adecuadamente los parámetros operacionales es crucial para el desempeño de los BRAM.

Se tomaron dos parámetros para determinar la filtración efectiva: productividad y calidad. En el primero, se tomó la consideración expuesta por la Federación Ambiental del Agua (*Water Environment Federation*, 2012) que marca el valor de flux de 25 L/m²h como uno de los estándares industriales de los BRM, y es generalmente el límite inferior que indica la factibilidad económica del uso de esta tecnología en el tratamiento de aguas residuales municipales. Aunque no existe actualmente una norma que señale el límite máximo permisible para el reúso del agua residual con respecto a la turbiedad, se fijó un valor de 20 NTU en términos de filtración efectiva y buen desempeño de filtración de la membrana, 10 veces más que la calidad que debe tener el agua destinada para consumo humano, según la Organización Mundial de Salud.

1.2.4. Membranas dinámicas (MD).

A pesar de que los BRM presentan varias ventajas significativas, como el mejoramiento de la calidad de efluente y el reducido espacio que requiere. Las mayores restricciones de los procesos de esta tecnología está relacionada con los altos costos, tanto fijos (precio de las membranas es alto) como variables (altos costos de operación por la demanda energética), así como la dificultad de control sobre el taponamiento y el bajo flux.

Por lo anterior, la tecnología de las membranas dinámicas (MD) podría ser una aproximación interesante para resolver los problemas encontrados en los procesos de los BRM.

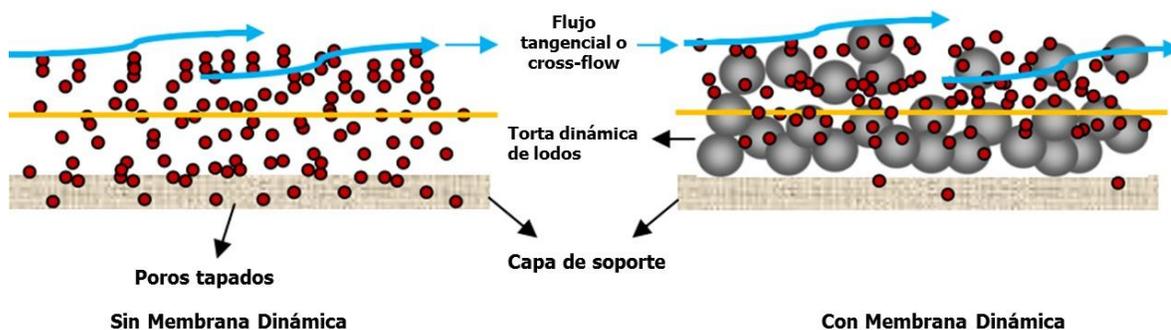


Figura 1. 5. Esquema de una membrana dinámica (Ersahin *et al.*, 2012).

Una de los beneficios potenciales más importantes de una MD es que la membrana en sí, ya “no sería necesaria” pues el rechazo de las partículas y los sólidos sería llevado a cabo por una segunda capa que podría ser formada y regenerada como una membrana dinámica (MD) in situ cuya representación esquemática se ilustra en la Figura 1. 5.

Es por esto que muchos tipos de materiales baratos pueden ser usados como soporte para la generación de la membrana secundaria, como por ejemplo: una malla, una tela filtrante tejida o no tejida reemplazando las membranas convencionales pero de alto costo de microfiltración (MF) o ultrafiltración (UF).

1.2.4.1. Antecedentes de membranas dinámicas

Dentro de los primeros estudios sobre las MD fueron reportadas por (Marcinkowsky *et al.*, 1966) quienes utilizaron MD hechas de hidróxidos de metales para un proceso de ósmosis inversa para el rechazo de sales.

Más tarde, a principios de los 80s comenzaron los estudios de microfiltración para la remoción de colorantes y proteínas acopladas con MD. A pesar de la alta capacidad de retención, los altos costos de inversión de los materiales de soporte y la baja permeabilidad impidieron la aplicación de las MDs a gran escala.

Desde la década de los 90s la aplicación de las MD en procesos de microfiltración ha sido estudiada. El tratamiento aerobio de aguas residuales ha tenido el mayor interés por parte de la comunidad científica, ya que revelan remociones satisfactorias de contaminantes comparables con las membranas convencionales.

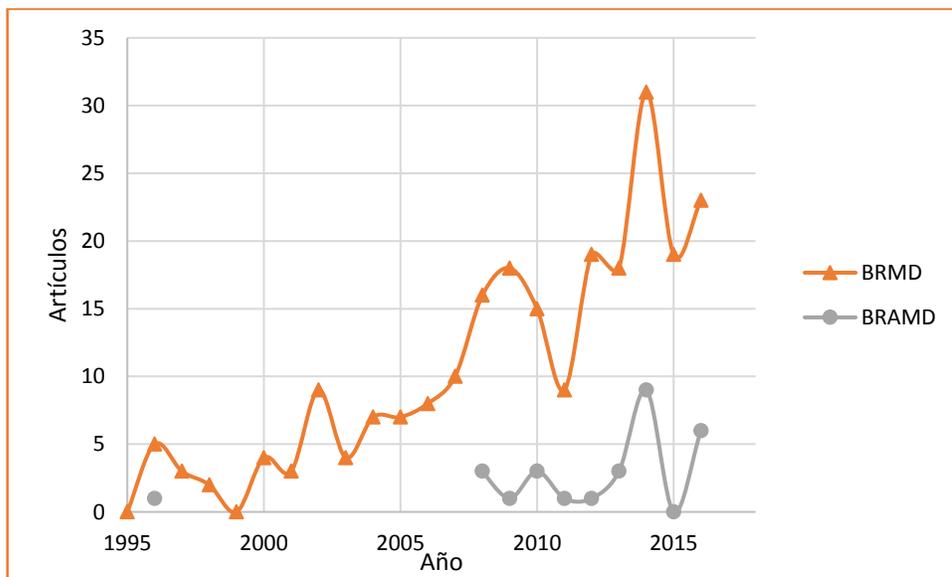


Figura 1. 6. Número de estudios publicados con respecto a las MD desde 1995. BRMD se refiere específicamente a los biorreactores aerobios de membrana dinámica mientras que BRAMD se refiere a los biorreactores anaerobios de membranas dinámicas. Información recabada por la base de datos bibliográfica de Scopus®.

La primera aplicación de la tecnología de las DM en sistemas anaerobios fue reportada por (Pillay *et al.*, 1994) La investigación de los sistemas BRAM ha ido creciendo desde el 2007 con varios intentos para optimizar las condiciones de operación de las MDs como puede observarse en la figura 1. 6. La literatura muestra que la aplicación de los BRAM está aún en sus primeras etapas de desarrollo, a pesar de que esta tecnología ofrece un tratamiento costo-efectivo (Hu *et al.*, 2017(A)).

1.2.4.2. Métodos de control de MD

El decremento en la producción de agua tratada por medio de membranas debido al taponamiento, el cual representa un impacto en la viabilidad de estos procesos, por lo que el material que forma la MD y la resistencia

química del soporte determina el método de limpieza (Ersahin *et al.*, 2012; Li *et al.*, 2018). Los cuales son:

Flujo tangencial o cross-flow

La filtración a flujo tangencial es el proceso en el cual, el grosor de la MD está limitada por el flujo de la suspensión paralelo a la superficie de filtración y de esta manera previene la acumulación de material sobre la superficie del soporte de membrana, y debido a que el sistema está presurizado, el agua es forzada a pasar por el filtro. En contraste, en el caso de una filtración convencional o *dead-end*, las partículas son retenidas por el medio filtrante mientras que el flujo de líquido fluye perfectamente perpendicular a través de la membrana.

Retrolavado

El flujo por retrolavado, ya sea utilizando agua del permeado o gas (aire), u otra técnica física como lo es el cepillado del soporte, puede ser suficiente sin el uso de algún agente químico. Sin embargo, dependiendo del tipo de soporte, el lavado viene acompañado por una pérdida temporal de la calidad del efluente, y en varios procesos de formación y lavado de la MD puede reducirse la permeabilidad de la membrana, tal como ocurre en los convencionales BRM.

Limpieza química

Entre las estrategias más usadas, la limpieza química es la más importante en cuanto a la recuperación de la permeabilidad de membranas sumamente taponadas. Típicamente, la limpieza química puede ser categorizada en *ex situ* (cuando se requiere retirar la membrana del sistema para su limpieza) o *in situ* (cuando la limpieza se realiza en el mismo lugar donde se lleva el proceso de filtración).

La limpieza *ex situ* se emplea sólo cuando la membrana está severamente taponada. En contraste, la limpieza *in situ* ha mostrado más ventajas en la recuperación de la permeabilidad y la reducción de la frecuencia de limpieza sin tener que retirar la membrana de su módulo y hasta ahora ha sido aplicada en varias plantas de BRM.

En cuanto a las variables más importantes que influyen en la calidad de la limpieza química para la recuperación de la MD se encuentran: la concentración, el tiempo, la temperatura y las condiciones hidrodinámicas.

Otro aspecto importante es la compatibilidad de los agentes químicos con el soporte de la membrana y sus componentes. Un soporte hecho con una alta

tolerancia química permite una mayor libertad en la selección de los reactivos así como su concentración y el tiempo de exposición.

Tabla 1. 4. Principales categorías de agentes químicos limpiadores de membranas (Wang *et al.*, 2014).

Categoría	Principio de funcionamiento	Agentes típicos
Cáusticos	Hidrolisis, solubilización	NaOH
Oxidantes/Desinfectantes	Oxidación	NaOCl, H ₂ O ₂ , ácido peroxiacético
Ácidos	Solubilización	Ácido cítrico, ácido nítrico
Agentes quelantes	Quelación	EDTA
Tensoactivos	Emulsificación, dispersión	detergentes

Entre los agentes químicos utilizados para la limpieza química de una membrana se encuentran clasificados por su principio de funcionamiento en 5 categorías: Cáusticos, Oxidantes, Ácidos, Quelantes o Tensoactivos, como se muestra en la tabla 1. 4. Para la recuperación exitosa de la permeabilidad de la membrana depende de las reacciones químicas entre los reactivos de limpieza y los contaminantes depositados sobre y dentro el soporte.

Hasta el momento la investigación de la limpieza química para la regeneración de la MD está en curso para el mejoramiento en la eficiencia de la filtración como lo relata Li *et al.* (2018). Por lo tanto, considerando la sencilla operación y control así como la ausencia de reactivos para la limpieza, la limpieza física podría ser la estrategia para la regeneración de la MD, mientras que la limpieza química podría ser la alternativa en caso que ocurra el taponamiento físicamente irremovible.

1.2.4.3. Materiales de soporte

Varios investigadores de MD, especialmente en el tratamiento de agua residual, se han enfocado en el uso de mallas, textiles tejidos y no tejidos como material de soporte.

Una malla consiste en una barrera permeable hecha de hilos de algún material dúctil/flexible como metal o polímeros sintéticos. La desventaja de una malla puede estar relacionada por la ineficiencia de la acumulación de lodo debido a su superficie plana (Zhao *et al.*, 2016; Kiso *et al.*, 2005). Una tela tejida está hecha de hilos de monofilamentos o multifilamentos. Las

estructuras de mallas de multifilamento están tejidas con hilos hechos de fibras más pequeñas (González-Ortega, 2014). En cambio, una malla de monofilamentos está hecha y tejida de una simple fibra, es decir, el hilo es la misma fibra. Por lo tanto, los poros son más uniformes y definidos que la estructuras de malla de multifilamentos. En general, las estructuras de malla de multifilamento son más baratas mientras que los materiales de malla de monofilamento son más resistentes y son más fáciles de limpiar.

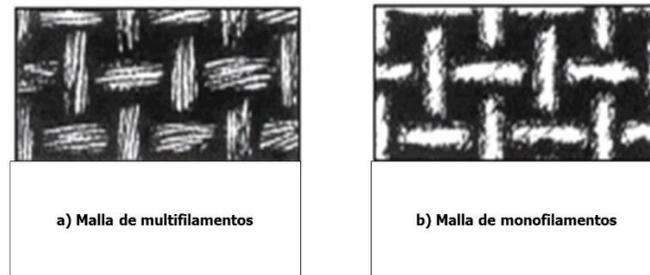


Figura 1. 7. Ejemplo gráfico de la estructura de una malla de multifilamentos (inciso a) y una de monofilamento (inciso b). (Process Equipment Inc., 2016)

Algunas mallas metálicas de acero inoxidable y algunos tubos de cerámica han sido usados como soporte, especialmente en los primeros estudios (Nakao *et al.*, 1965). Sin embargo, el alto costo de estos materiales es la principal desventaja de emplearlos. Por lo tanto, varios materiales más baratos han sido probados por varios investigadores.

1.2.4.4. Mecanismo de formación de membrana

Se han propuesto 4 modelos para evaluar la formación y evolución de la MD (Saleem *et al.*, 2016):

1. **Bloqueo completo:** Asume que las partículas que llegan a la superficie del soporte tapan o bloquean por completo los poros sin la sobreposición de otras partículas.
2. **Bloqueo intermedio:** Asume que las partículas tienen la misma probabilidad de depositarse sobre otras partículas que eventualmente causarían el taponamiento de los poros.
3. **Bloqueo estándar:** Asume que las partículas se depositan en la superficie interna del poro que gradualmente provoca la constricción y finalmente el taponamiento.
4. **Formación de torta de lodo:** Asume que las partículas que alcanzan el soporte son más grandes que los poros y, por lo tanto, no los bloquean, se forma una capa sobre la superficie del soporte.

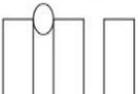
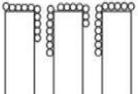
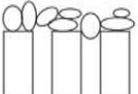
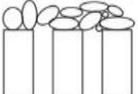
Mecanismo de formación	Modelo	Constante de bloqueo	Descripción física	Representación esquemática
Taponamiento completo	$J = J_o e^{-K_b t}$	K_b	Bloqueo de poro	
Taponamiento estándar	$J = \frac{J_o}{(1 + \frac{K_s J_o^{0.5} t}{2})^2}$	K_s	Constricción de poro	
Taponamiento intermedio	$J = \frac{J_o}{(1 + K_i J_o t)}$	K_i	Bloqueo de poro + deposición en superficie	
Filtración de torta de ensuciamiento	$J = \frac{J_o}{(1 + 2K_c J_o^2 t)^{0.5}}$	K_c	Deposición en superficie	

Figura 1. 8. Resumen de las características y modelos de los diferentes mecanismos de formación de membrana dinámica (Saleem *et al.*, 2016).

Saleem y col. (2016) concluyeron que la filtración de torta de lodos o de ensuciamiento es (mejor conocida en inglés como *cake layer filtration*) podría describir adecuadamente el mecanismo de formación de la MD sometida a presión constante.

Adicionalmente, Li y col. (2018) mencionan que otros factores involucrados que podrían ser importantes en la formación de una MD son las 4 interacciones entre el material de soporte y la membrana (las fuerzas electrostáticas, las fuerzas de van der Waals, las interacciones hidrofóbicas y estéricas) pero muy pocos estudios se han hecho al respecto.

1.2.4.5. Membrana dinámica autoformada (MDAF) y preformada (MDP)

Las membranas dinámicas pueden ser clasificadas en dos grupos: Membranas dinámicas autoformadas (MDAF) o preformadas (PDM). Mientras que las MDAF son generadas por las sustancias presentes en el licor de mezcla, tal como los sólidos suspendidos (SS) en las aguas residuales, las MDPs son generadas al pasar una suspensión de uno o más componentes coloidales sobre la superficie porosa del material de soporte. La principal desventaja de esta última aproximación sobre la MDAF es el requerimiento de un material externo y el tiempo que tarde en realizarse el recubrimiento en la superficie del soporte.

Adicionalmente, la MDP puede subdividirse en dos grupos, los cuales son: principalmente, las membranas de un solo compuesto, las cuales se forman en una sola etapa, y las de materiales compuestos que, generalmente se forman en dos etapas.

Se ha estudiado la utilidad y aplicación de diferentes materiales para llevar a cabo la preformación de la MD como polvo de carbón activado (PAC) y

biodiatomita como los más destacados (Chu *et al.*, 2009; Ye *et al.*, 2006; Hu, Wang, Sun, *et al.*, 2017) En el presente trabajo se pretende sustituir dichos materiales por polvo de semilla de *Moringa oleifera* y observar el comportamiento en el mecanismo filtración comparado con el de una MD auto-formada.

1.2.5. Moringa oleífera para el tratamiento de agua residual

1.2.5.1. Características de la planta

La moringa (término que se usará de ahora en adelante para referirse a la especie *Moringa oleifera*, a diferencia de Moringa, el grupo) pertenece a la familia Moringaceae que se distingue de otras familias por una combinación de rasgos. Estas se caracterizan por tener hojas pinnadas grandes, en donde cada hoja está dividida en muchos folíolos dispuestos sobre un armazón llamado raquis (véase Figura 1. 9) y son las únicas en México que contienen semillas con tres alas.

El árbol de *Moringa oleifera* presenta usos muy variados como alimento por ser fuente de calcio y vitamina A, rico en proteínas y lípidos, (Olson & Fahey, 2011), usos medicinales múltiples (Anwar *et al.*, 2007), antibacteriales, entre otras, hasta un potencial biocombustible (Rashid *et al.*, 2008)

Moringa es una planta tropical perteneciente a la familia de *Moringaceae*. De acuerdo a (Ndabigengesere *et al.*, 1995) existen 14 especies identificadas y todas poseen propiedades coagulantes en diferentes grados.

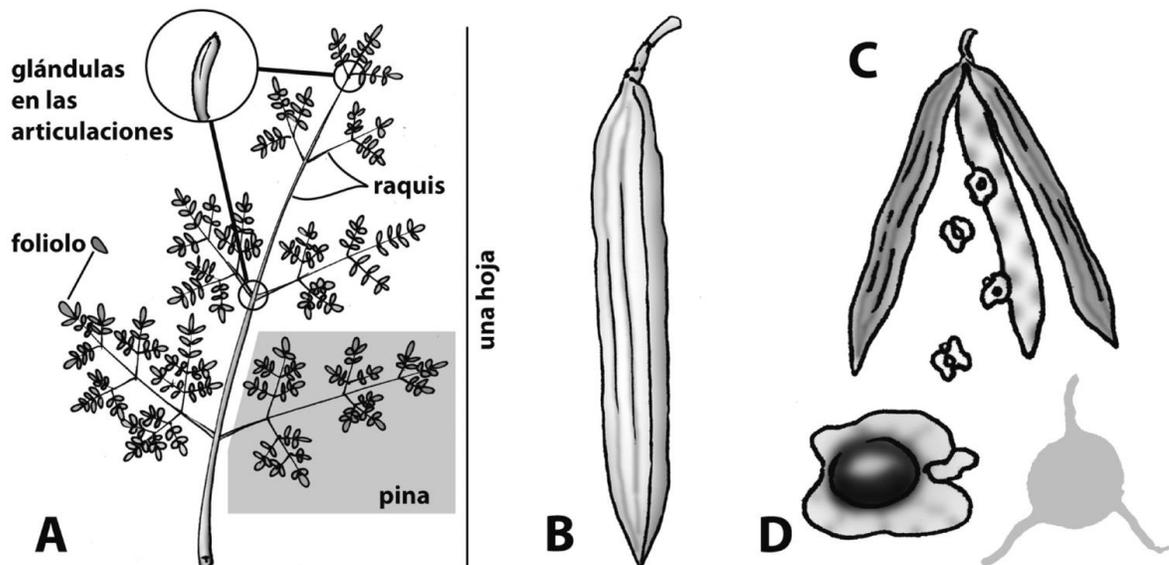


Figura 1. 9. Anatomía de *Moringa oleifera*. A) hojas grandes, pinnadas, que pueden alcanzar hasta 60 cm de longitud. B) fruto que posee una cápsula ligera, leñosa y seca, que en la madurez mide de 10 a 30 cm; C) el fruto se abre en 3 partes, o valvas; D) semillas de 1.5-3cm de diámetro con un centro de color café oscuro y 3 alas de color beige (Olson & Fahey, 2011).

Ndabigengesere *et. al.*, (1995) también encontraron que la composición de la semilla de moringa con cáscara contiene: 34.6% lípidos, 5% de carbohidratos y 36.7% de proteína. Mientras que sin cáscara, ésta contiene: 21.1% de lípidos, 5.5% de carbohidratos y 26.4% de proteínas. Otros autores reportan una concentración de proteína de 38.4% con cáscara. (Martha *et al.*, 2014).

En cuanto a los agentes activos de coagulación, estas son unas proteínas polielectrolíticas diméricas de peso molecular aproximado de 13 kDa teniendo un punto isoeléctrico entre 10 y 11. (Ndabigengesere & Subba Narasiah, 1998)

1.2.5.2. Coagulación-Floculación

El término coagulación es el proceso de desestabilización de partículas coloidales permitiendo la generación de partículas más grandes como resultado de la colisión de los coloides entre sí (Davis, M., 2011).

Esta unidad de proceso tecnológico establecida a nivel mundial con aplicaciones para el agua, en especial, el agua residual, es esencial para sistemas de tratamiento diseñados para:

1. Remover agentes infecciosos.
2. Remover agentes tóxicos que han sido adsorbidos en la superficie de algunas partículas

3. Remover precursores para la formación de subproductos de desinfección, y
4. Tratar el agua para su reusó o para potabilizarla.

Las partículas coloidales encontradas en el agua residual tienen un tamaño típico entre 0.01 y 1 micrómetros, mientras que las partículas suspendidas no sedimentables tienen un tamaño de 1 a 100 micrómetros. Normalmente, las partículas coloidales contienen una superficie cargada negativamente (Niehof & Loeb, 1972) y es por esto que se crean fuerzas electrostáticas que dan como resultado la repulsión de estos cuerpos entre sí. Y gracias a movimiento browniano o movimiento aleatorio causado por los choques intermoleculares, hace que estas partículas siempre se encuentren en suspensión.

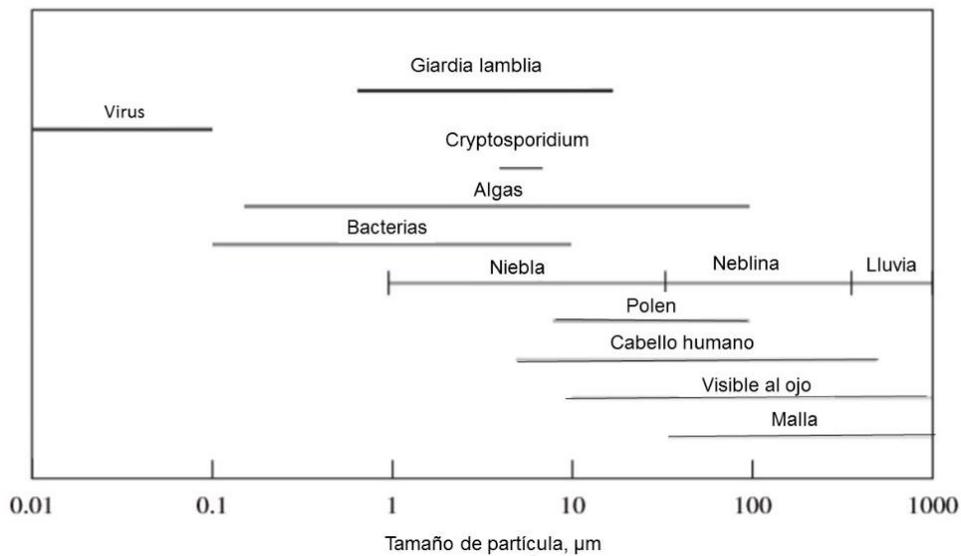


Figura 1. 10. Comparación de material particulado y otras misceláneas (Davis, M., 2011).

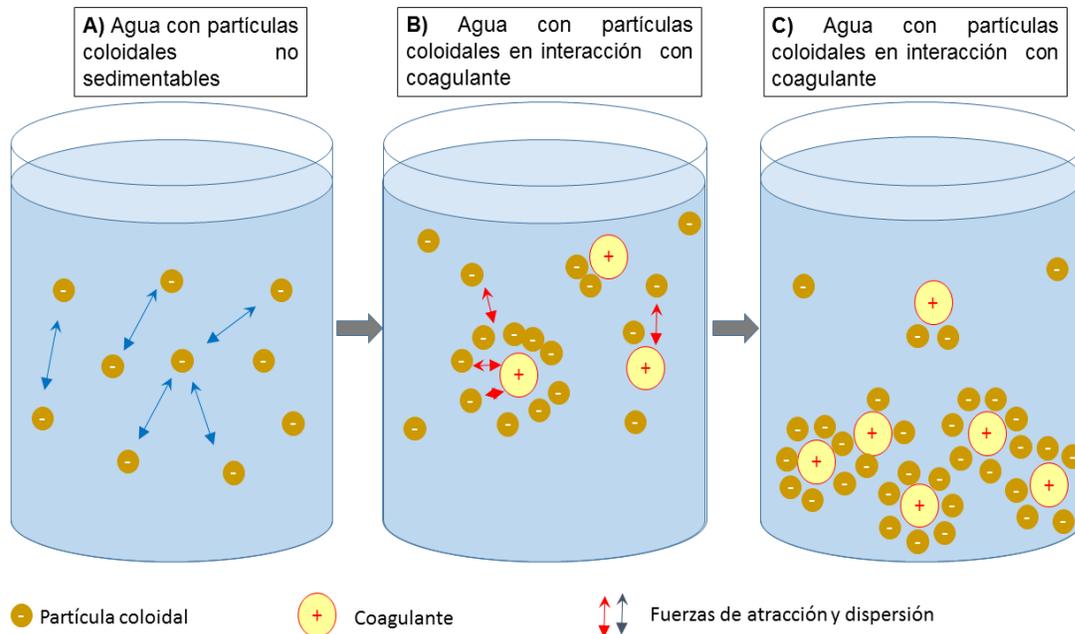


Figura 1. 11. Representación gráfica de la coagulación-floculación. A) Debido al movimiento browniano las partículas coloidales se mantienen en suspensión. B) Al adicionar algún coagulante, este disminuye las fuerzas de repulsión negativas de las partículas coloidales y empieza el fenómeno de floculación. C) Por la fuerza de gravedad, los flóculos empiezan a sedimentar y como consecuencia el agua se clarifica.

1.2.5.3. Clasificación de coagulantes.

Coagulantes inorgánicos.

La coagulación es principalmente inducida por sales de metales inorgánicos, las cuales, pueden ser clasificadas en dos categorías generales: aquellos basados en aluminio (Al) y aquellos basados en hierro (Fe)

La efectividad de los coagulantes de Al y Fe es debida principalmente a su habilidad de formar complejos nucleares multicargados con mejorada característica de adsorción. La naturaleza de los complejos formados puede ser controlada por el pH del sistema.

Dentro de los coagulantes inorgánicos usados para el tratamiento de potabilización del agua, es deseable que cumplan con las siguientes características:

- No son tóxicos a las concentraciones típicas de trabajo.
- Tienen una alta densidad de carga
- Son solubles en un amplio intervalo de pH.

Los compuestos inorgánicos más comunes y usados en la industria están listados en la Tabla 1.5. Estos están clasificados como metales catiónicos hidrolizables.

Tabla 1. 5. Algunos de los coagulantes más utilizados en la industria de tratamiento de aguas residuales. (Davis, 2011).

Coagulante	Fórmula Química	Peso Molecular [g/mol]	Observaciones
Sulfato de aluminio	$Al_2(SO_4)_3 \cdot 14H_2O$	594	Contaminación con Hg puede ser un problema
Aluminato de sodio	$Na_2Al_2O_4$	164	Provee alcalinidad y control de pH
Cloruro de aluminio	$AlCl_3$	133.5	Usado en mezcla con polímeros
Cloruro polialuminio	$Al_w(OH)_x(Cl)_y(SO_4)_z$	Variable	Usado cuando el Hg es un problema
Sulfato polialuminio	$Al_w(OH)_x(Cl)_y(SO_4)_z$	Variable	Usado cuando el Hg es un problema
Cloruro Poliférrico	$Fe_w(OH)_x(Cl)_y(SO_4)_z$	Variable	-
Cloruro férrico	$FeCl_3$	162.5	-
Sulfato de Hierro III	$Fe_2(SO_4)_3$	400	-

A pesar de la superioridad de coagulantes químicos para el tratamiento de aguas residuales, estos presentan algunos inconvenientes. Desde la década de los 60's, se han reportado varios efectos dañinos a la salud (Simate *et al.*, 2012). Es por esto que el Aluminio residual o trazas de este en agua tratada ha sido tema central de debate pues, está relacionado con problemas de salud graves como el desarrollo de la enfermedad de Alzheimer (Tomljenovic, 2011; McLachlan, 1995; Walton, 2013) y demencia senil (Rondeau *et al.*, 2001). Los resultados de algunos estudios epidemiológicos y observaciones clínicas sugieren que al menos 70% muestran correlación positiva entre la presencia de aluminio en agua potable y la enfermedad de Alzheimer. Sin embargo, existen resultados contradictorios que han sido reportados debido a la ausencia sustancial de pruebas que sustenten la relación de enfermedades neurodegenerativas y el Alzheimer (Martyn *et al.*, 1997) (Forster *et al.*, 1995) (Wettstein *et al.*, 1991). No obstante, con el paso del tiempo ha ido creciendo la evidencia asociada con varios aspectos de la neurotoxicidad del aluminio y por lo tanto, un incremento en la evidencia de relación entre el aluminio y la progresión de la Enfermedad de Alzheimer. La razón por la cual esto permanece siendo un tema controversial, es debido a que el mecanismo por el cual el Aluminio afecta a las células neuronales sigue siendo un misterio. A pesar de esto, el aluminio es ampliamente

reconocido como una sustancia neurotóxica, y que esta puede causar deficiencia cognitiva y demencia cuando entra al cerebro además de otros efectos adversos al Sistema Nervioso Central afectando principalmente a infantes y a personas de edad avanzada (Kawahara & Kato-Negishi, 2011). Por lo tanto, este debe de ser un asunto al que se le debe dar atención y seguimiento en cuanto a la concentración de aluminio residual que se encuentre presente en el agua residual tratada destinada para el consumo humano, el cual, como límite máximo permisible según la Organización Mundial de Salud (WHO, 2011) y la Norma 127 de la secretaria de salud (NOM-127-SSA1-1994) es de 0.2 mg/L.

Coagulantes naturales

Los coagulantes naturales que están disponibles en abundancia pueden ser considerados para atender los inconvenientes asociados con el uso de coagulantes químicos como el sulfato de aluminio o el cloruro de hierro III.

Se tiene registro de uso de coagulantes naturales para el tratamiento de agua residual con resultados destacados: semillas de la *Hibiscus sabdariffa* también conocida como Flor de Jamaica con eficiencia de remoción del 76 al 87% para agua residual industrial a pH igual a 10 (Fathinatul et al. 2014), o de las hojas de la planta *Solanum incunum* con eficiencia de remoción del 96% puestas en contacto con agua fluvial de 450 NTU (Kihampa et al. 2011), entre otros. A continuación se enlista una serie de semillas identificadas con cierta actividad coagulante, siendo la *Moringa oleifera* una de las más sobresalientes y más estudiadas en este aspecto.

Tabla 1. 6. Lista de algunas semillas de especies de plantas usadas como coagulantes (Megersa et al., 2014).

Nombre científico	Familia	Género	Nombre común
<i>Moringa oleifera</i>	Moringaceae	Moringa	Moringa
<i>Phaseolus vulgaris</i>	Fabaceae	Phaseolus	Frijol
<i>Castanea sativa Mill.</i>	Fagaceae	Castanea	Castaño
<i>Cicer arietinum</i>	Fabaceae	Cicer	Garbanzo
<i>Phoenix spp.</i>	Aracaceae	Phoenix	-
<i>Aloe barbadensis</i>	Alloaceae	Aloe	Sábila
<i>Jatropha curcas</i>	Euphorbiaceae	Jatropha	Piñon De Tempate
<i>Garcinia kola</i>	Guttiferae	Garcinia	Orobó
<i>Carica papaya</i>	Caricaceae	Carica	Papaya
<i>Parkinsonia aculeata</i>	Fabaceae	Parkinsonia	Espinillo

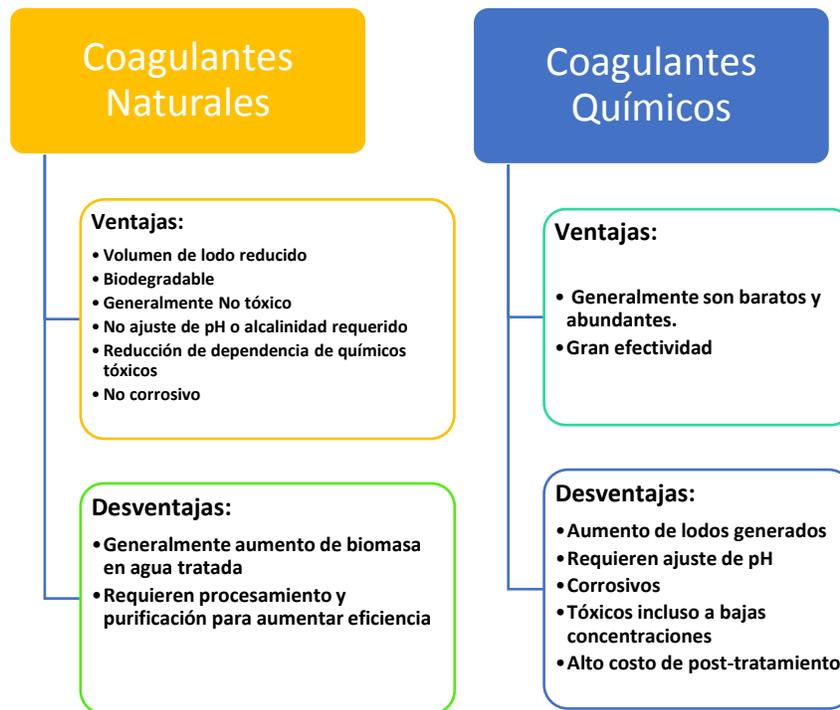


Figura 1. 12. Ventajas y desventajas de los coagulantes químicos y naturales.

Un factor importante para el uso de algún coagulante es el económico, pues en muchos países en vías de desarrollo no pueden permitirse la importación de productos químicos de alto costo para el tratamiento del agua potable y el agua residual. (Ndabigengesere *et al.*, 1995). Desde hace poco tiempo, ha habido un mayor interés en el tema de los coagulantes naturales, especialmente para atender los problemas de tratamiento de los países subdesarrollados, además del aprovechamiento de los subproductos generados (Ndabigengesere & Subba Narasiah, 1998) Por ejemplo: la producción de biocombustibles, composta, carbón activado, alimento para ganado, entre otros.

1.2.5.5. Antecedentes de Moringa oleífera para el tratamiento de aguas residuales

Usar materiales naturales para clarificar el agua es una técnica que se ha practicado desde hace varios siglos y de todos los materiales empleados, las semillas de moringa han sido una de las más efectivas. Los estudios formales se han conducido desde principios de los años setentas para probar la efectividad de la semilla de Moringa y estos confirman la efectividad de este

material para la remoción de partículas suspendidas del agua con niveles medios y altos de turbiedad. (Doerr & Staff, 2005)

Dados los estudios preliminares de tratamiento de agua potable por medio de *Moringa oleífera* y su recomendación de uso como coagulante en países subdesarrollados, varios países han recurrido al uso de esta planta como un método de tratamiento de aguas y aguas residuales a pequeña escala.

Uno de los pioneros en el estudio de la eficiencia y las propiedades de la *Moringa oleífera* como coagulante natural (Ndabigengesere *et al.*, 1995) propuso que como coagulante esta planta sería un potencial sustituto de las sales de aluminio y sugirió que como posible solución ante el suministro de semillas sería el cultivo intensivo de Moringa en países tropicales, exactamente como el café.

En 1996, (Ndabigengesere & Subba Narasiah, 1998) analizaron sistemáticamente la calidad de un agua residual sintética tratada con moringa y comparada con sulfato de aluminio presentando una alternativa viable sin afectar significativamente el pH, la conductividad o alcalinidad, excepto por la materia orgánica. Se señaló también, que existe la posibilidad de explotar y aprovechar simultáneamente la capacidad coagulante de la moringa así como la fuente de aceite vegetal comestible.

No obstante, (Mendoza *et al.*, 2000) señalaron en su trabajo que el costo de tratamiento de 691 millones de litros de agua crudas sintéticas por día con moringa fue mayor comparado con las sales de aluminio debido al empleo de éter de petróleo y alcohol isopropílico para la eliminación de la grasa presente en las semillas. También mencionan que a pesar de esto, la semilla de moringa presenta propiedades desinfectantes y dado que no deja residuos tóxicos como el sulfato de aluminio, estas consideraciones deberían tomarse en cuenta para validar el potencial de esta especie en las plantas de tratamiento de aguas.

Más tarde, en el año 2003 se elaboró un estudio comparativo a escala piloto de tratamiento de agua superficial. Concluyendo que para aguas crudas en el rango de 21 hasta 479 NTU usando el extracto de semilla de moringa como ayudante del sulfato de aluminio, coagulante primario, se alcanzaron turbiedades residuales de 1.5 y 1.2 respectivamente con una reducción de uso de la sal de aluminio del 40% (Suleyman M. *et al.*, 2003).

Hasta el momento se ha probado la actividad del extracto de la semilla de moringa en aguas residuales sintéticas con caolín, aguas superficiales, aguas de rastro (Morales A. *et al.*, 2006), aguas residuales domésticas (Mas

Y Rubí *et al.*, 2011), aguas residuales de la industria ganadera, (Francisco João P., *et al.*, 2014) entre otras.



Figura 1. 13. Relevancia de la *Moringa oleífera* en el tratamiento de aguas residuales a lo largo del tiempo. Información recabada por la base de datos bibliográfica de Scopus®.

En la figura 1. 13 se puede observar la tendencia positiva a lo largo del tiempo del interés de los investigadores sobre la explotación de la planta de *Moringa oleífera* en el tratamiento de agua residual, la cual, parece indicar un futuro alentador para el desarrollo y aplicación de esta tecnología.

1.2.6. Revisión de trabajos previos en el grupo de investigación en procesos anaerobios (GIPA)

Dentro del Grupo de Investigación en Procesos Anaerobios ubicado en el Instituto de Ingeniería de la UNAM, se empezó el estudio de las membranas dinámicas con la finalidad de identificar las condiciones de operación que permitieran obtener el mejor desempeño de un sistema de filtración a partir de un efluente anaerobio de un UASB que trata agua residual municipal.

En el estudio realizado por Rendón (2014), se exploró el uso de dos soportes textiles con dos tamaños de poro cada uno en una filtración convencional, de las cuales se seleccionó una configuración para llevar a cabo pruebas de filtración tanto en de manera externa (cross-flow) a presión constante como sumergida con filtración por succión.

Con base en los resultados de este trabajo se concluyó que la mejor configuración fue la sumergida, alcanzando eficiencias de remoción de turbiedad cerca del 90%. Por otra parte, de los materiales empleados se encontró que el polipropileno era el más adecuado ya que se le atribuyó resultados más reproducibles a pesar de la alta dispersión de datos ocasionados por una parte a las fluctuaciones de cargas de la planta de tratamiento de agua residual donde se realizó el estudio. Sin embargo, aún hacía falta más investigación al respecto. La autora propuso como recomendación profundizar en el estudio de la configuración de membranas inmersas, pues el conocimiento sobre este campo aún seguía siendo limitado.

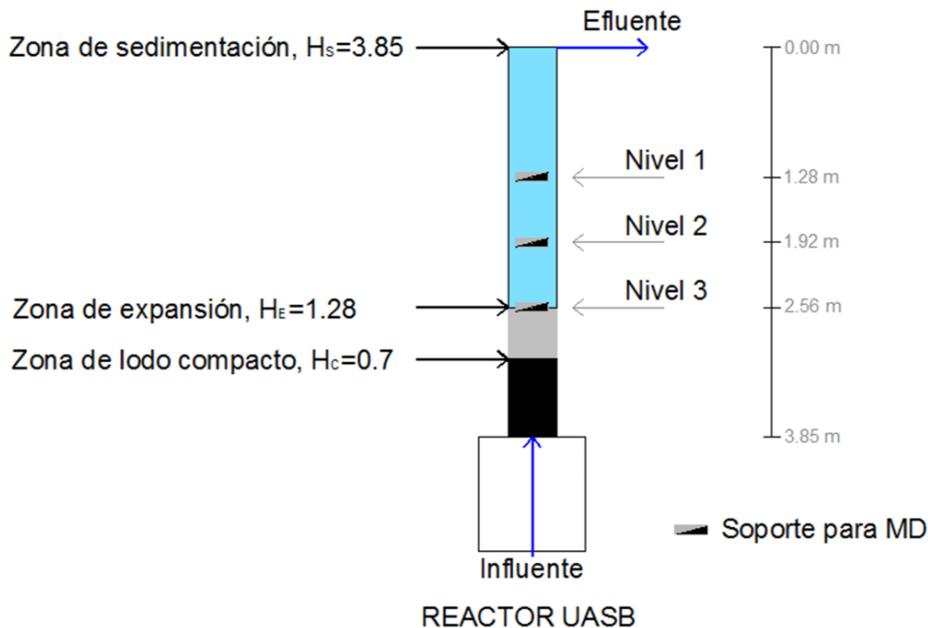


Figura 1. 14. Esquema de operación del reactor UASB y ubicación de las membranas a diferentes niveles (González-Ortega 2014).

En la investigación realizada por (González-Ortega 2014), se llevó a cabo el desarrollo de las MD en un reactor UASB a tres diferentes niveles de profundidad tal como se muestra en la figura 1. 14, probando dos textiles no tejidos de monofilamento: uno de polipropileno y otro de poliéster, cada uno con tres diferentes tamaños de poro nominal (25, 50 y 100 micras). El autor concluye que tanto la PTM, como el tamaño de poro sí influye en la formación de la MD y por lo tanto, en la calidad y cantidad de permeado generado. Además, señala que las mejores características de diseño probada de una MD sumergida en un UASB fueron un soporte no tejido de polipropileno de 50 micras y una PTM constante de 1.92 metros, ya que esta combinación permitió la mejor calidad de agua tratada sin comprometer severamente la productividad (flux). No obstante, se menciona que, dados los resultados, difícilmente la tecnología MD sería una alternativa para los reactores de

membrana convencionales a reserva de realizar más investigación al respecto. Por lo que el siguiente trabajo de investigación se enfocó en el estudio de algunas configuraciones y materiales de soporte para identificar la mejor opción en el desempeño de la filtración.

En el trabajo de Villalba-Pastrana (2015), se evaluó el desempeño de las MDs sumergidas en dos sitios diferentes (dentro del reactor e inmersas en cámaras externas) probando dos materiales de soporte (poliéster y polipropileno). Además de esto y debido a que el conocimiento acerca de los métodos de limpieza era aún limitado, se exploró la influencia de la limpieza por retrolavado con agua y limpieza *ex situ* aplicando agua a presión.

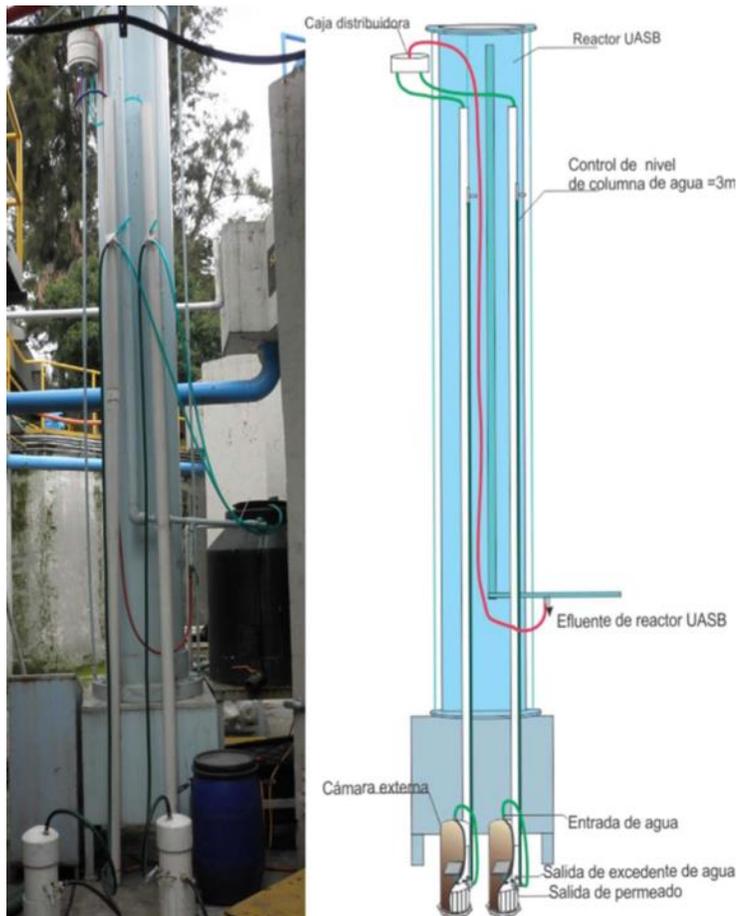


Figura 1. 15. Esquema de sistema experimental de membranas inmersas en cámara externa (Villalba-Pastrana, 2015).

En relación con la configuración de MD sumergidas en la cámara externa se encontró que esta presentaba una mayor estabilidad sobre los resultados en comparación con la MD sumergida dentro del reactor y, al igual que los estudios anteriores, que el textil de polipropileno fue el más adecuado en cuanto a la calidad y la producción del permeado (75% de los datos de turbiedad se encontraron por debajo de los 30 NTU y un flux mayor a 15

L/m²h). En cuanto a los métodos de limpieza se reportó que ambos, tanto el retrolavado como el de agua a presión inciden en la producción de agua tratada siendo este último el más productivo, debido a la recuperación total del flux inicial. A pesar de que la formación de la MD se logró en menos tiempo por retrolavado, no se encontró evidencia que esto favoreciera la obtención de un permeado de buena calidad. Finalmente, con base en los resultados y debido a la gran dispersión de estos, se sugirió realizar un estudio detallado sobre el impacto de las temporadas de lluvia y estiaje en el desempeño del reactor y desarrollo de una MD.

El último estudio realizado hasta ahora sobre la evaluación de las MD sumergidas en cámara externa por (Rodríguez-Medina 2016), se utilizó un sistema de filtración parecido al de la figura 1. 15 pero quitando la caja distribuidora y agregando una columna hidrostática conectada a cuatro cámaras como se muestra en la figura 1. 16.

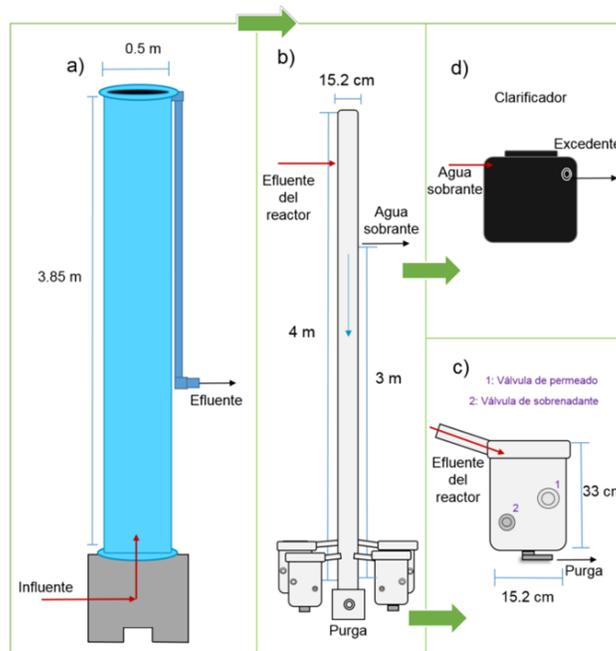


Figura 1. 16. Esquema: Sistema de filtración dinámica, a) componente biológico, reactor UASB, b) Columna distribuidora y cámaras externas; c) Cámara externa; d) Clarificador (Rodríguez-Medina 2016).

Este trabajo experimental se desarrolló durante 151 días de operación y contó con 4 cámaras (A, B, C, D) con soporte de polipropileno de 50 mm. Las cámaras A y D operaron con 96 días de antelación más un periodo de 21 días (en total 117 días) en el cual se dio continuidad a la operación de membranas del trabajo previo de Villalba-Pastrana. Por otro lado, las cámaras B y C iniciaron el día 117 con un soporte nuevo. Adicionalmente, se realizó un análisis de tamaño de partícula para las cámaras de mayor tiempo de operación (A y D) para encontrar

una relación entre las variables de estudio (temporada, tiempo de operación y métodos de limpieza) sobre la formación de la MD.

Como conclusión de este trabajo se reportó que se obtuvo un permeado con “buena” calidad ya que estuvo por debajo de 20 mg/L, parámetro establecido por la autora con base en la NOM-003-SEMARNAT-1997, con una producción por arriba de los 25 L/m²h cuando los sólidos suspendidos totales estaban por debajo de 40 mg/L, y que la aplicación de un lavado frontal con agua a presión sobre el soporte textil produjo ciclos de recuperación más prolongados de la MD que por retrolavado.

Capítulo 2. Justificación, Objetivos y Metas de trabajo.

2.1. Justificación

Dado el creciente interés en el tratamiento de aguas residuales con un enfoque en el uso de tecnologías sustentables, nuevos procesos de tratamiento han sido reconsiderados con el enfoque de reducir el consumo de energía e impacto al medioambiente, al mismo tiempo que se obtienen subproductos que pueden ser aprovechados. De esta manera, se ha recurrido a sistemas de tratamiento anaerobio debido a que atiende los requerimientos anteriormente mencionados, además de cumplir con otras ventajas adicionales como la baja producción de lodo o la capacidad de soportar altas cargas orgánicas.

Como tal, la combinación de un proceso de tratamiento anaerobio y la tecnología de filtración por membrana en lo que ahora se conoce como reactor anaerobios de membrana (BRAM) ha sido aplicada con éxito a varias escalas. Sin embargo, a pesar de la importancia del avance tecnológico logrados hasta éste momento, es reconocido que el principal obstáculo en la implementación de los BRAM es el ensuciamiento y taponamiento de la membrana, ocasionando bajos rendimientos de producción de agua tratada y altos costos de operación y mantenimiento.

A pesar de esto, la torta de ensuciamiento formada en la superficie de la membrana podría funcionar como un filtro adicional (membrana secundaria o membrana dinámica) teniendo la capacidad de retener una gran cantidad de contaminantes y patógenos tanto en procesos anaerobios como aerobios. De esta manera, las propiedades de retención son más dependientes de la Membrana Dinámica (MD) que del primer filtro o membrana de soporte. Por lo tanto, reemplazando dichas membranas de micro-, o ultra-, filtración por un soporte de mucho menor costo, ya sea de malla metálica, textil tejido o no tejido.

La MD puede ser clasificada en dos grupos, Autoformada (MDAF) y Preformada (MDP). La MDAF es generada por la mezcla de partículas suspendidas presentes en el licor de mezcla del agua residual. Mientras que la MDP necesita de un componente adherido a la superficie del soporte en una etapa previa a la formación de la MD.

De acuerdo a la revisión bibliográfica realizada por el autor, los efectos de la harina de la semilla de *Moringa oleifera* en el recubrimiento de una MD para el tratamiento de agua residual municipal no han sido investigados todavía. Ha habido estudios que han investigado la preformación de una MD con otras sustancias, su interacción con la biocapa, y su influencia en la calidad del permeado, pero los estudios que emplean polímeros naturales de origen vegetal así como de coagulantes orgánicos o inorgánicos que, en conjunto con una MD participen en el tratamiento de agua residual aún son limitados.

Con el fin de atender las necesidades de la sociedad y resolver los problemas de escasez de agua y el reúso del agua residual generada por la población. Se pretende explorar tecnologías alternativas de bajo costo y alta eficiencia. Por lo tanto, en este estudio se investigaron las condiciones necesarias para la formación de Membrana Dinámica Preformada con moringa sobre un soporte textil tejido, así como su efecto en la filtración del agua residual proveniente del efluente de un reactor anaerobio de flujo ascendente, localizada en la Planta de Tratamiento de Agua Residual (PTAR) de la Ciudad Universitaria, Ciudad de México.

2.2. Objetivo principal

Evaluar el desempeño de la filtración de una membrana dinámica preformada con una pasta de semilla de *Moringa oleifera* en cuanto a cantidad y calidad de agua tratada tomando como referencias principales los parámetros de flux y turbiedad.

2.3. Objetivos particulares

- Investigar las propiedades coagulantes de varias semillas de Moringa y asociarlas a su contenido de proteína.
- Determinar la estructura y tamaño de poro de diversos textiles para su uso como soportes primarios
- Determinar algunos parámetros fisicoquímicos del agua del influente y efluente del sistema de estudio (pH, SST, SSF, SSV, DQO y Turbiedad).
- Determinar la influencia del ángulo de inclinación del módulo de filtración en la preformación de la membrana dinámica.

Capítulo 3. Métodos experimentales

3.1. Descripción del sistema

El estudio conducido en escala laboratorio consistió en tres etapas:

1. Preformación de MD
2. Filtración
3. Limpieza de MD por retro lavado con aire.

3.1.1. Recolección del Efluente Anaerobio.

El agua residual con la cual se realizaron las pruebas con la MDP se colectó de un efluente de un UASB escala piloto localizado en la Planta de Tratamiento de Agua Residual de Ciudad Universitaria.

3.1.2. Etapa 1: Preformación

Previo a las tres etapas del estudio experimental, se pesaron 4 gramos de moringa tipo 0, según la clasificación de la tabla A.1, (Véase Anexo A) y se adicionó a la cámara de filtración con 4 litros de agua del efluente anaerobio del reactor del tal manera que la concentración fuera de 1 g/L. Se dejó en agitación vigorosa (alrededor de 600 rpm) por 30 minutos antes de introducir el módulo de filtración y comenzar con cada corrida experimental.

Como se puede observar en la Figura 3. 1, el sistema estuvo conformado por una cámara de filtración que consistió en un recipiente de plástico de 4 L con un módulo de placa plana (2) de 81 cm² de área soportado por medio de un accesorio de madera y metal (1), conectado a una bomba peristáltica en recirculación (3) (Masterflex L/S, Cole-Parmer 6-600 RPM) y a un manómetro (5) abierto a la atmósfera para la medición de la presión transmembrana (PTM). El sistema estuvo en constante agitación para prevenir la sedimentación.

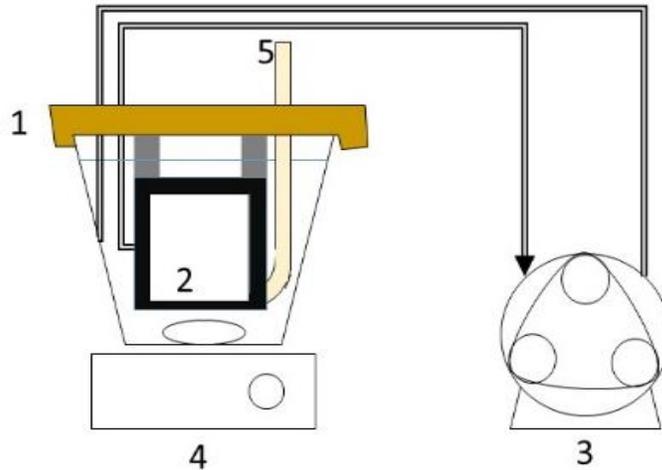


Figura 3. 1. Diagrama esquemático del sistema en la etapa uno con suspensión de Moringa de concentración definida. 1 soporte de madera y metal para el módulo de filtración, 2 módulo de filtración, 3 bomba peristáltica, 4 parrilla de agitación, 5 manómetro no convencional.

Posteriormente, se fijó un flujo de permeado de 2.6 mL/s para la preformación de la membrana, equivalente a 1155 L/m²h y se midió la turbiedad de la suspensión de moringa o “sobrenadante”, la turbiedad del filtrado y la PTM cada 5 minutos por media hora.

Tabla 3. 1. Condiciones de operación del sistema de tratamiento de agua por PDM.

Etapa 1: Preformación	
Duración [min]	30
Flux [L/m ² h]	1156
Dosis de moringa [g/L]	1
Inclinación, grados	90 o totalmente vertical
Etapa 2: Filtración	
Duración [h]	Hasta alcanzar un flux igual o menor a 25 L/m ² h
Flux [L/m ² h]	494 L/m ² h
Tiempo de residencia [h]	1
Etapa 3: Retro lavado con aire	
Duración [min]	1
Flujo [L/h]	30

3.1.3. Etapa 2 y 3: Filtración y Retro lavado con aire

Después de la preformación, se prosiguió a la filtración, de acuerdo a la Figura 3. 2, la cual, se llevó a cabo en un tanque de almacenamiento del agua

del Efluente Anaerobio (EA) (1) en agitación constante por medio de una parrilla de agitación (3a) para asegurar un mezclado homogéneo en todo momento pero sin aireación. A su vez, este estuvo conectado a la cámara de filtración (4) a través de una bomba peristáltica (2) siempre en agitación ligera (3b) para evitar la sedimentación de partículas.

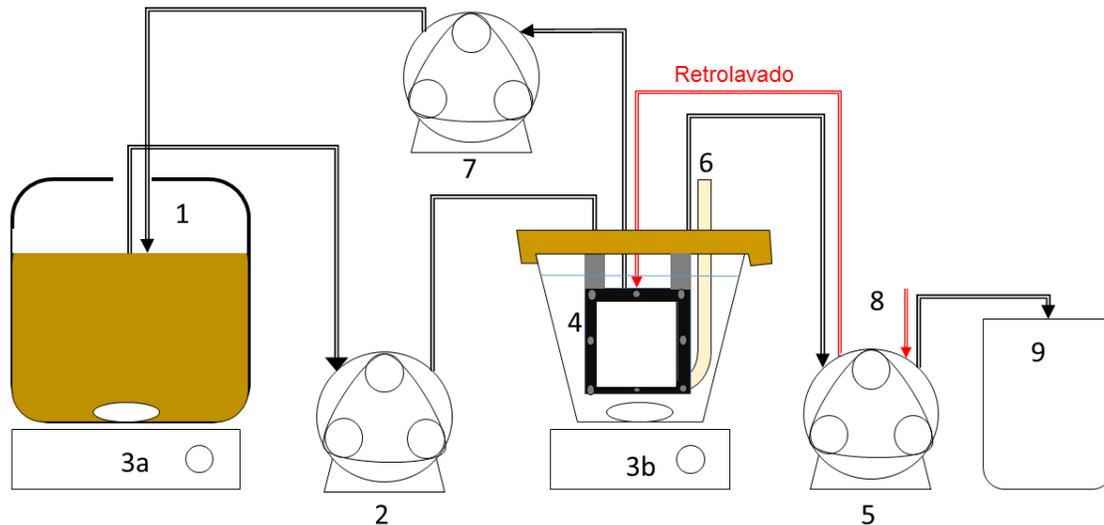


Figura 3. 2. Diagrama esquemático del sistema en etapa de filtración y retro lavado. 1 tanque de almacenamiento de efluente anaerobio, 2 bomba de alimentación, 3 (a y b) parrilla de agitación, 4 módulo de filtración, 5 bomba de succión de permeado y limpieza por retro lavado con aire, 6 columna medidora de diferencia de nivel hidrostático, 7 bomba de recirculación, 8 circulación de aire en contraflujo.

Posteriormente, el filtrado fue colectado en un vaso de precipitados para el análisis de contaminantes de interés (SST, SSV, SSF, Turbiedad y DQO). Finalmente, una vez que se llegó al flux crítico ($<25\text{L}/\text{m}^2\text{h}$) se procedió a la limpieza por retro lavado con aire utilizando la misma bomba peristáltica del permeado pero en sentido inverso (5) por 1 minuto con un flujo de $9.2\text{ mL}/\text{s}$. Una vez acabado el tiempo de retro lavado, se continuó llevando a cabo la filtración para conocer el comportamiento del sistema y la evolución de la MDP. Por otra parte, se contaba con una bomba peristáltica de recirculación de agua residual al recipiente de almacenamiento en caso de que el volumen del recipiente del módulo rebasara los 4 litros.



Figura 3. 3. Sistema de filtración de efluente anaerobio mediante una MDP de moringa.

3.2. Procedimiento experimental

3.2.1. Selección de *Moringa oleífera*

Se contó con 12 tipos de semillas de *Moringa oleífera* provenientes de diferentes partes del mundo (véase Anexo A) proporcionadas por el Dr. Mark Olson del Instituto de Biología de la UNAM. Una vez caracterizadas en cuanto a la concentración de proteína y el desempeño, se creó el índice de actividad coagulante (IAC); esto es, la relación concentración de proteína entre la eficiencia de remoción de turbiedad (véase Anexo B).

$$IAC = \frac{\text{Eficiencia de Remoción de Turbiedad (\%)}}{\text{Concentración de proteína} \frac{[mg]}{[L]}} \quad \text{Ecuación 3. 1}$$

El IAC permitió conocer a aquellas semillas con mayor actividad coagulante, ya que entre mayor sea este valor, la actividad coagulante derivada de la proteína iba a ser mejor, es por esto (y aunado a su mayor disponibilidad con respecto al resto de las semillas) que se eligió la tipo 0 para la continuación de la presente investigación.

3.2.2. Transformación de materia prima.

Primero se extrajo el endospermo de la semilla de *Moringa* que venía cubierto por la cáscara utilizando unas tijeras. Luego, se molió el conjunto de endospermos de cada semilla empleando una licuadora industrial hasta conseguir un polvo fino. Después, se cernió el polvo crudo de *Moringa* con ayuda de dos tamices de número 70 y 30 (<200 y <600 micras, respectivamente) con la intención de observar la diferencia de comportamiento del tamaño de partícula sobre el soporte primario. Finalmente se obtuvo harina seca de *Moringa* cernida con 2 diferentes tamaños de partículas, que posteriormente se colectó y se almacenó en bolsas herméticas resellables de plástico a temperatura ambiente.



Figura 3. 4. Transformación de la materia prima.

3.2.3. Selección de soporte textil tejido

Se pensó en utilizar textiles de fácil adquisición, por lo que se seleccionaron dos telas comerciales de poliamida (nylon) y dos tipos de textiles de poliéster con base en la literatura con diferente composición química, las cuales fueron adquiridas en la tienda Parisina®, ubicada en calle Dr. Gálvez 31, Álvaro Obregón, CDMX.

Tabla 3. 2. Listado de posibles candidatos de textiles tejidos para el soporte.

Características	Nylon (blanco) A	Nylon (café) B	Poliéster 90 “Toque de Seda”	Poliéster 65 “Popelina”
Composición	85% poliamida, 15% elastano	80% poliamida, 20% elastano	90% poliéster, 10% algodón	65% poliéster, 35% algodón

Para simplicidad, de ahora en adelante se hará la distinción entre las telas de nylon como A y B, en donde A es aquella tela de color blanco y B a aquella de color café y cuyas características se reportan en la tabla 3. 2 mientras que las telas de poliéster se identificaran por la pureza de su componente principal, es decir, se les llamará poliéster 90 a aquella cuyo nombre común es “toque de seda” y poliéster 65 a la tela denominada como “popelina”.

Se tomó una muestra de cada tela para poder ser observada en el microscopio óptico, para apreciar sus estructuras microscópicas y principalmente, para determinar su tamaño de poro promedio y su dispersión. De tal forma que esto nos permitiera decidir qué tamaño de partícula de moringa se iba a emplear para conseguir una MDP de tipo torta o *cake layer* (Saleem *et al.*, 2016).

3.2.4. Orientación de la succión del permeado.

Para explicar el siguiente punto, se describe el módulo de filtración en la figura 3. 5:

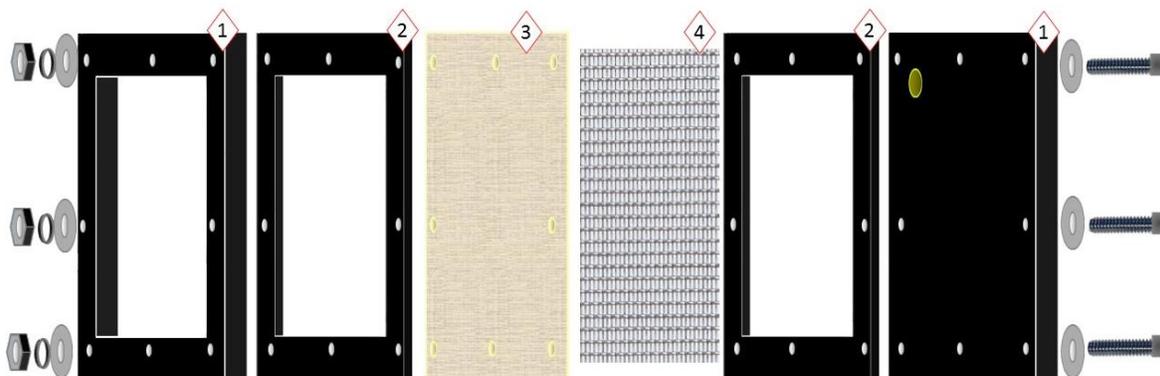


Figura 3. 5. Diagrama esquemático del módulo de filtración de 9x9 cm (81 cm²). 1) tapas de poliamida, 2) sellos de neopreno, 3) soporte de MD, 4) malla metálica.

El módulo de membrana consistió en dos tapas de poliamida de Nylamid SL (Figura 3. 5, número 1) en cada extremo, estas brindaron rigidez y alta resistencia ante la presión de sujeción de los tornillos y tuercas, y que

adicionalmente se emplearon rondanas planas y de presión para soportar aún más la carga de apriete sin dañar el material. Dos marcos de neopreno (2) como sello impermeable en los bordes para evitar fugas. Una rejilla metálica (4) de soporte para el textil (2).

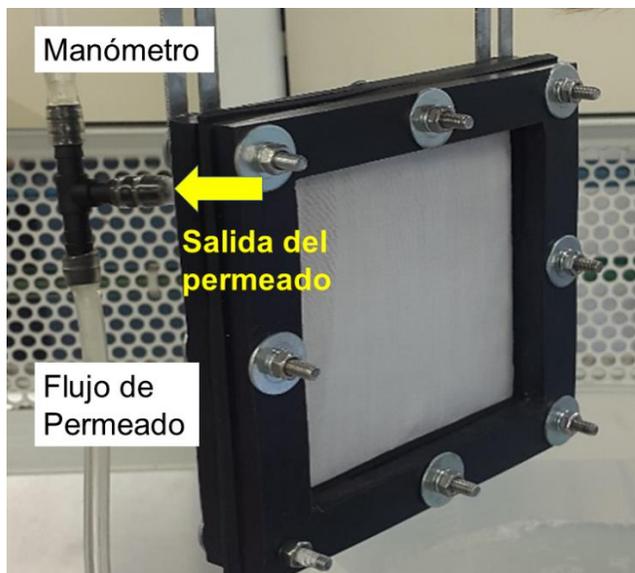


Figura 3. 6. Módulo de filtración con salida del permeado orientado hacia arriba. La succión se lleva a cabo por la manguera inferior de la imagen y la presión transmembrana es medida por medio del manómetro (manguera superior).

Se llevó a cabo pruebas de preformación con salida del permeado tanto arriba, como se muestra en la figura 3. 6, como abajo volteando verticalmente el módulo.

3.2.5. Variación de la concentración.

Para las pruebas preliminares de preformación, se probaron hasta 3 dosis diferentes de suspensión de moringa, las cuales fueron 1, 2, y 5 g/L para observar el efecto en el sistema y sobretodo, la evolución y comportamiento de la MDP.

3.2.6. Variación del tamaño de partícula de moringa.

Con base en la determinación del tamaño de poro del textil empleado para la preformación, se determinaron los tamices a emplear, los cuales fueron de malla 30 y 70, que proporcionaron tamaños de partícula igual o menor a 0.6 y 0.2 mm, respectivamente.

3.2.7 Variación de la inclinación del módulo de filtración.

Se modificó el sistema representado por la Figura 3.1 de tal forma que se pudiera hacer el estudio del efecto en la formación de una MDP con dos inclinaciones del módulo de filtración. Una provisional a 65° con la ayuda de una pinza de tres dedos y otra a 90° o totalmente en vertical, para la cual estuvo diseñado el sistema, manteniendo la concentración constante y de 2 g/L.

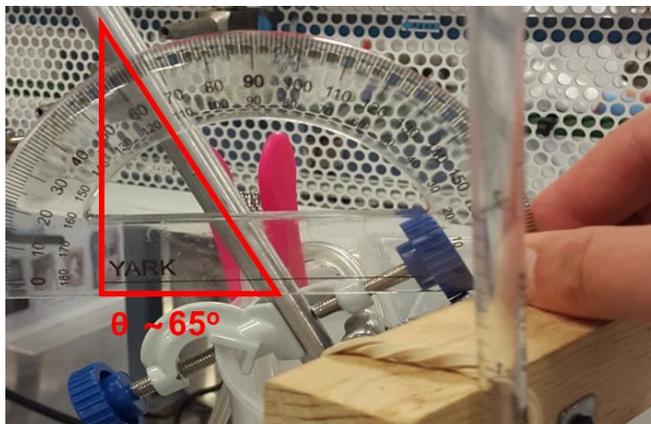


Figura 3. 7. Inclinación aproximada de módulo para PDM a 2 g/L.

En donde la letra *theta* (θ) es el ángulo de inclinación que, como se puede observar en la figura 3.7, es aproximadamente 65 grados.

3.3. Métodos Analíticos

3.3.1. Determinación de capa adsorbida de moringa en soporte textil

- **Cantidad de materia**

Se determinó la masa de la película de moringa adsorbida por prueba experimental similarmente a la técnica 2540D de Sólidos Suspendidos Totales de los Métodos Estandarizados para el Análisis de Aguas Residuales (American Public Health Association *et al.*, 1999). Utilizando una lámina de aluminio como base para el textil, se registró la masa total en balanza analítica (AP-110S, Ohaus®) como el peso 1, y posterior a cada corrida de filtración, se retiró el soporte del módulo cuidadosamente de tal forma que la capa formada sufriera la menor perturbación posible. Luego, el soporte textil se secó en un horno (Felisa) por una hora y se

retiró transcurrido el tiempo. Después se dejó enfriar hasta alcanzar temperatura ambiente y en seguida, se pesó y se registró el peso 2 y se calculó el la diferencia de peso, la cual, correspondía a la cantidad de materia deshidratada adherida sobre la tela.

- **Grosor de película**

Se tomó un palillo de madera y se hundió en la capa de moringa hasta tocar el soporte. Luego, se extrajo de esta y por medio de una regla, se midió la profundidad alcanzada por el palillo. Esto se hizo en 9 diferentes puntos por una sola membrana.

- **Microscopia electrónica de barrido (SEM)**

Se cortó un pedazo de tela de soporte con MD que se adhirió en un portamuestras con cinta de carbono y este se almacenó en un desecador con sílice para eliminar la posible interferencia de la humedad, y previo a la observación en el SEM (modelo 5600LV, JEOL), se recubrió con oro en un pulverizador de iones (1100, JFC). Las condiciones con las que se trabajó fueron alrededor de 1 kV, una distancia de trabajo de 5 mm y diferentes aumentos.



Figura 3. 8. Recubrimiento con oro. Preparación de muestras textiles para observación en SEM.

3.3.2. Caracterización de semillas de Moringa: Concentración de proteína, solubilidad y densidad compactada.

- **Concentración y solubilidad**

Después del procesamiento de la semilla de moringa de acuerdo al punto 3.2.2, se pesó 0.28 gramos de harina por cada tipo de semilla (véase Anexo A). Luego se mezcló con un volumen determinado de agua destilada siempre menos a 50 mL. Y de acuerdo a la técnica 2540D de los métodos estandarizados (American Public Health Association et al. 1999) se filtró al vacío empleando un filtro de fibra de vidrio (Filtro GF/A, Whatman®) con la finalidad de conocer la solubilidad de la harina y para separar los sólidos del filtrado. Una vez colectado el filtrado con un tubo de plástico (Falcon®), se aforó a 50 mL. Luego, se procedió a analizar el contenido proteico de la disolución acorde a la técnica modificada de Hartree-Lowry (Hartree, 1972). Finalmente se pesó la cantidad de masa en el filtro y se calculó la diferencia de masa con respecto a la cantidad original (0.28 g)

- **Densidad compactada**

La densidad compactada de las harinas de moringa con diferente tamaño de partícula fue medida por el Método de densidad compactada de polvos con una probeta graduada de acuerdo a la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos (FEUM/Farmacopea 2016).

3.3.3. Determinación de tamaño de poro: Microscopio Electrónico de Barrido (SEM), Microscopía Óptica (MO), Segmentación y Procesamiento informático (*DiameterJ*).

Se prepararon las muestras de textiles tejidos y no tejidos para poder ser observadas en un microscopio electrónico de barrido. Posteriormente, se tomaron varias imágenes cuyas condiciones de trabajo fueron: una aceleración de electrones de entre 1 y 15 kV a diferentes distancias de trabajo (4 y 30 mm). Por otra parte, se tomaron varias imágenes en un microscopio óptico de las telas de poliéster tejido y nylon.

En cuanto a la procesamiento de las imágenes microscópicas, se recurrió un programa de computadora de procesamiento y análisis de imágenes de microscopía de acceso libre conocido como *ImageJ*, junto con la ayuda de un complemento o *plug-in* gratuito y descargable de internet cuyo nombre es *DiameterJ*, validado por el Instituto Nacional de Estándares y Tecnología (NIST, por su siglas en inglés) y desarrollado por Nathan Hotaling (Hotaling et al., 2015), véase Anexo C.

3.3.4. Prueba de coagulación.

La actividad coagulante de cada tipo de semilla fue evaluada en una prueba de jarras (PHIPPS & BIRD, Richmond Virginia). Cada una de las pruebas consistió en seis suspensiones de agua residual con diferentes dosis de harina de semilla de moringa en agitación variable. Es apropiado añadir que esta fue adaptada de acuerdo a Ndabigengesere y *col.* (1998) para satisfacer las necesidades del presente estudio (véase Anexo B).

3.3.5. Determinación de Presión Transmembrana (PTM).

Por medio de una pipeta volumétrica abierta a la atmósfera en la salida del permeado se improvisó un manómetro de diferencia de nivel hidrostático y se midió la PTM cada 5 minutos. No obstante, conforme aumentaba, la columna de agua en la pipeta iba disminuyendo al grado de que esta se vaciaba. Por lo que una vez vacía la columna, se empleó una jeringa con manguera en la pipeta para cerrar la entrada de aire al filtrado y, junto con un dinamómetro de resorte atado al émbolo de la jeringa, se continuó midiendo la PTM periódicamente, de acuerdo al siguiente razonamiento: La fuerza necesaria para romper el estado de reposo o inercia del émbolo será proporcional a la fuerza de fricción existente entre la pared de la jeringa y el émbolo, más la fuerza de succión de vacío generado por la bomba peristáltica.

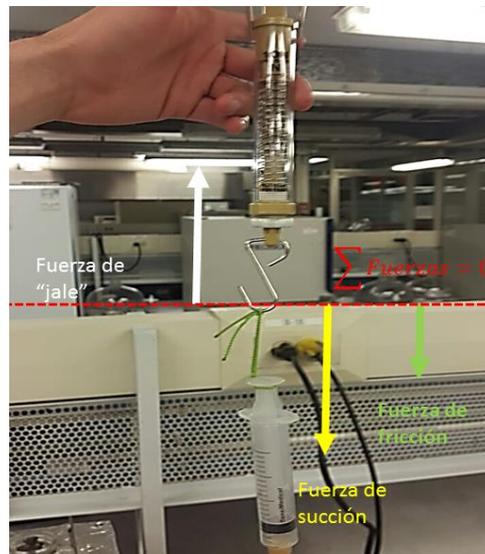


Figura 3. 9. Diagrama de balance de fuerzas para la determinación de la PTM del sistema después de agotar la columna hidrostática de la pipeta.

Finalmente, para calcular la PTM se dividió la fuerza obtenida entre el área de sección transversal de la pipeta mostrada en la siguiente ecuación:

$$PTM = \frac{F}{A} \quad \text{Ecuación 1.2}$$

En donde:

F es la fuerza de medida y,

A es el área de sección transversal de la pipeta.

3.3.6. Otros análisis.

Las mediciones y cálculos de la demanda química de oxígeno soluble y total (DQOs y DQOt respectivamente) de acuerdo al método de reflujo cerrado y empleando un reactor (DRB200, HACH) y un espectrofotómetro (DR 5000 UV-Vis, HACH) y los Sólidos Suspendidos Totales y Volátiles (SST y SSV) fueron llevadas a cabo de acuerdo a los Métodos Estandarizados para la Examinación de Agua y Agua Residual de la APHA (American Public Health Association et al. 1999). Se midió el pH empleando un potenciómetro (HI-2210, Hanna Instruments®). Se midió la turbiedad de acuerdo al método nefelométrico de la norma mexicana NMX-AA-SCFI-2001 utilizando un turbidímetro (HI93414, Hanna Instruments). El flux del filtrado de la MD fue medido por el método volumétrico.

Adicionalmente, para identificar el material del que estaban hechas varias telas de monofilamento no tejidas (poliéster y polipropileno) almacenadas y siendo candidatas a ser usadas como soporte para las MDPs, se tomaron varios espectrogramas (DXR Raman Microscope, Thermo Scientific) para ser sometidas a comparación con algún patrón de referencia hallado en alguna base de datos confiable. (Véase Anexo D)

Capítulo 4. Resultados, Análisis y Discusión

4.1. Determinación de tamaño de poro promedio para textiles tejidos.

A continuación se presentan los resultados de los análisis de determinación de tamaño de poro de dos textiles tejidos de material diferente, poliéster y poliamida (nylon) (características en tabla 3. 2.) así como sus imágenes de microscopía.

4.1.1. Textiles multifilamento de nylon.

Como se observa en la figura 4. 1 el nylon A está compuesta de poros aparentemente más chicos, posiblemente a causa de un mayor desorden o dispersión de las fibras.

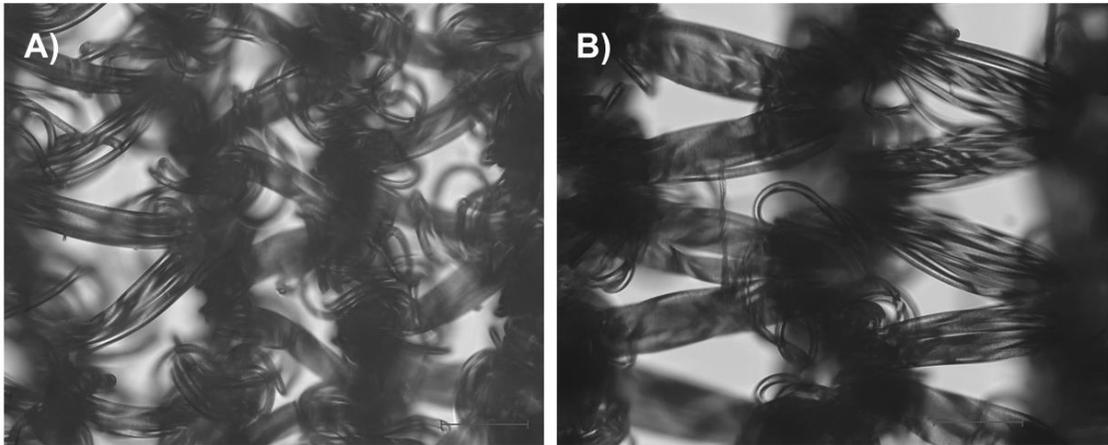


Figura 4. 1. Textiles de nylon Inciso A) Muestra de tela nylon blanco, Composición: 85% poliamida; 15% elastano. B) Muestra de tela nylon café, Composición: 80% poliamida; 20% elastano.

A pesar de que el nylon B presenta poros más nítidos, estos obtuvieron una mayor dispersión en cuanto a tamaño, tal como lo muestra sus histogramas respectivos de la figura 4. 2.

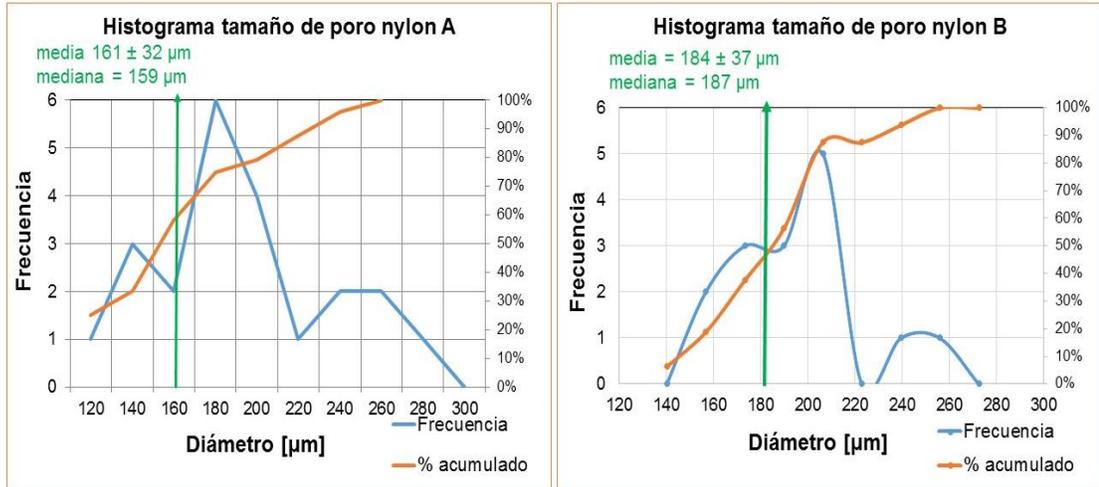


Figura 4. 2. Comparación de distribución de tamaño de poliamida de diferente composición. Se presenta en la parte superior izquierda de cada imagen el promedio y la desviación estándar del tamaño de poro, así como su mediana.

Se sabe que una de las características particulares de la tela de poliamida o nylon además de su alta resistencia, es su elasticidad, la cual, podría modificar el tamaño de poro en el soporte donde se estaría formando la MD, elevando de esta manera la complejidad del sistema. Por lo que se decidió descartarla para el resto del trabajo experimental, aunque sería una interesante oportunidad para futuras investigaciones donde se observaría la influencia de esta variable en la evolución de una MD y sus posibles consecuencias.

4.1.2. Textiles de multifilamento de poliéster

Como se muestra en la imagen A de la Figura 4. 3, que corresponde al poliéster 90, no se pudo determinar el tamaño de poro con microscopio óptico

debido a la pobre nitidez de las fibras y a que el entrecruzamiento de estas daba como resultado un poro muy cerrado.

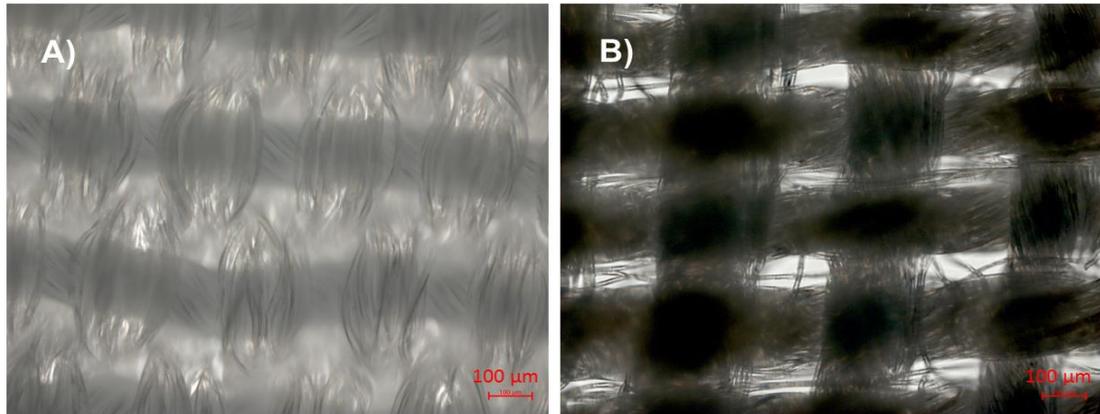


Figura 4. 3. Imágenes de microscopía óptica. Inciso A) Tela Poliéster 90 "Toque de Seda", composición: poliéster 90% - algodón 10%. Inciso B) Tela Poliéster 65 "Popelina Poliéster 65. Composición: poliéster 65% - algodón 35%.

En cambio, la imagen B (poliéster 65) muestra un arreglo de malla multifilamento más definido y con poros más uniformes. A pesar de que las fibras sintéticas del poliéster 90 tuvieran una mayor pureza del elastómero, lo cual es ideal como soporte para la preformación de las MDs, fue prioridad utilizar el poliéster 65 ya que, para el propósito de esta investigación, se asumió que este arreglo podría dar lugar a una formación más uniforme y un mejor control de la MD.

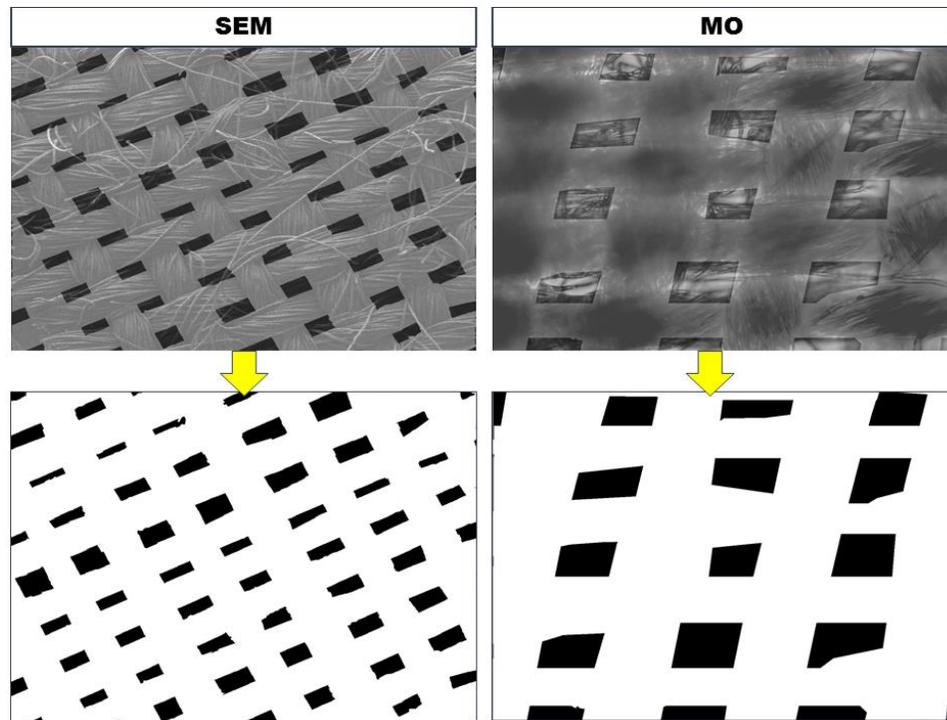


Figura 4. 4. Segmentación de imagen de poliéster 65 por SEM y MO.

Se tomaron imágenes microscópicas del poliéster 65 con dos diferentes técnicas de microscopía (Microscopio electrónico de barrido (SEM) y Microscopio Óptico (MO)) con el propósito de validar los resultados del tamaño de poro realizado por el programa *ImageJ*. Cabe aclarar que las imágenes tomadas por el SEM fueron a 50x para el textil tejido de poliéster 65, mientras que los no tejidos, tanto de poliéster como el de polipropileno del Anexo C fueron tomados a 40x, esto para tener una mayor cantidad de poros por analizar (en total 44 de un sólo textil poliéster 65, 1839 en total de 3 diferentes muestras de poliéster no tejido y 1493 de 3 diferentes muestras de polipropileno no tejido) ya que, a pesar de que las imágenes microscopio tenían una mayor resolución, (100x) éstas no eran tan detalladas para ser sometidas a análisis de tamaño de poro como las del SEM. Sin embargo, se obtuvieron resultados bastante similares y con la ventaja de no tener que hacer la preparación de muestras con el recubrimiento de oro como en el caso del SEM.

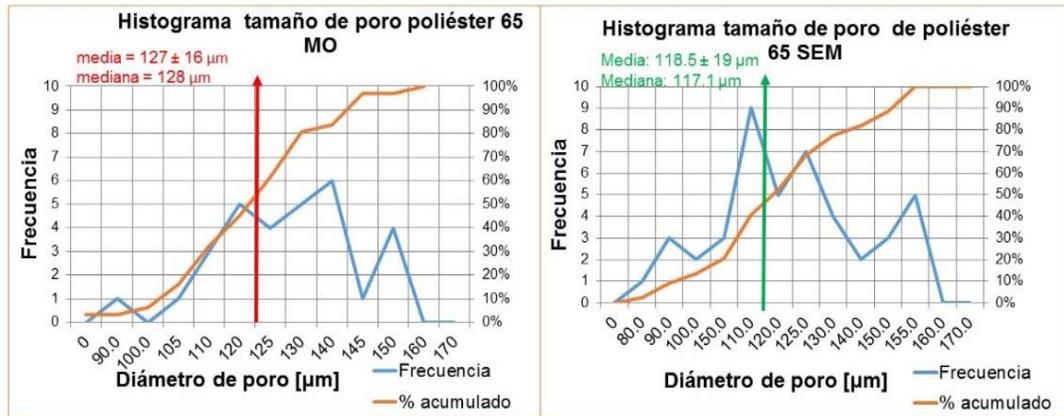


Figura 4. 5. Comparación de histogramas de tamaño de poro de poliéster 65 desarrollados a partir de dos diferentes técnicas de microscopía. Óptica (MO) y electrónica (SEM).

En la Figura 4.5 se presentan dos histogramas del poliéster 65. Ambos presentan un promedio aritmético de tamaño de poro muy parecido, cuyos valores fueron de $127 \pm 16 \mu\text{m}$ para el resultado obtenido por medio del microscopio óptico y de $118.5 \pm 19 \mu\text{m}$ por lo que la diferencia fue apenas del 7.4%. Diferencia que se consideró relativamente pequeña a pesar de que los autores Hotaling y col. (2015) señalan que este tipo de métricas son “dependientes de la imagen”, es decir, hay una diferencia sustancial de tamaño de poro promedio sólo por la elección de una imagen segmentada diferente (véase Anexo C y D). También advierte que pequeños cambios en la edición de la de segmentación impactan drásticamente en los resultados. En contraste, otras métricas de la tela no varían tanto entre imagen e imagen como lo es el diámetro de fibra, siempre y cuando se tenga una “buena segmentación”. (Hotaling *et al.*, 2015)

Tabla 4. 1. Características de los textiles de fibra sintética de poliéster y poliamida (nylon).

	Poliéster 65	Nylon A	Nylon B
# poros	44	24	16
Media [μm]	118.5	160.5	183.2
DS [μm]	19.49	31.60	36.70
Mediana [μm]	117.1	158.8	187.3

En donde:

Poros: Cantidad de muestras de poros analizadas por programa

DS: Desviación estándar

4.2. Caracterización de la calidad del Efluente Anaerobio (EA)

En la tabla 4.2 se presentan las características de los contaminantes de interés del EA en temporada regular y con una precipitación pluvial del mes de octubre de entre 60 y 90 mm (estiaje) según el Servicio Meteorológico Nacional (SMN, 2017) tiempo en el cual se estuvo realizando la experimentación.

Tabla 4. 2. Parámetros de los contaminantes del EA.

Parámetros	Efluente Anaerobio
pH	8.5 ± 0.2
Temperatura [°C]	18.1 ± 2
Turbiedad [NTU]	106.1 ± 15.6
DQOs [mg/L]	325.8 ± 123.6
DQOt [mg/L]	466.3 ± 84.2
SST [mg/L]	111 ± 27.8
SSV [mg/L]	31.6 ± 3.3
SSF [mg/L]	62.4 ± 6.1

4.3. Preformación de una membrana dinámica.

4.3.1. Comportamiento de tamaño de partícula.

Como se puede apreciar tanto en la figura 4.6 como en la 4.7, se observan varios resultados de las pruebas de preformación de la moringa de 0.6 y 0.2 mm de tamaño de partícula a diferentes condiciones.



Figura 4. 6. Fotografías del módulo de filtración (con salida de permeado en la parte de arriba posterior de cada imagen) después de un recubrimiento de suspensión de semilla de moringa de 0.6 mm de tamaño de partícula y dosis de 2 g/L a diferentes condiciones: A) 90 grados utilizando agua destilada como medio, B) 65 grados de inclinación con agua de la llave, C) 90 grados de inclinación con agua de la llave.

Como se muestra en la figura 4. 6, la posición de salida del permeado en el módulo estuvo ubicada cerca de una de las esquinas del módulo de filtración (a 4 cm de distancia del centro) lo cual presentó una gran influencia sobre los resultados de la preformación de la MD, tema en el que se profundiza en la sección 4.3.4.

Es de notar la diferencia de la cantidad de moringa adsorbida sobre la superficie del soporte en función del tamaño empleado, siendo 0.2 mm la que tuvo una mayor afinidad, probablemente debido a la sensibilidad de estas partículas ante la agitación del medio y la succión de la bomba. Dada la pobre retención sobre el soporte de las partículas de 0.6 mm, se decidió emplear sólo la harina de moringa de 0.2 mm para la evaluación de una PDM en la filtración del efluente anaerobio en la última etapa de la experimentación.

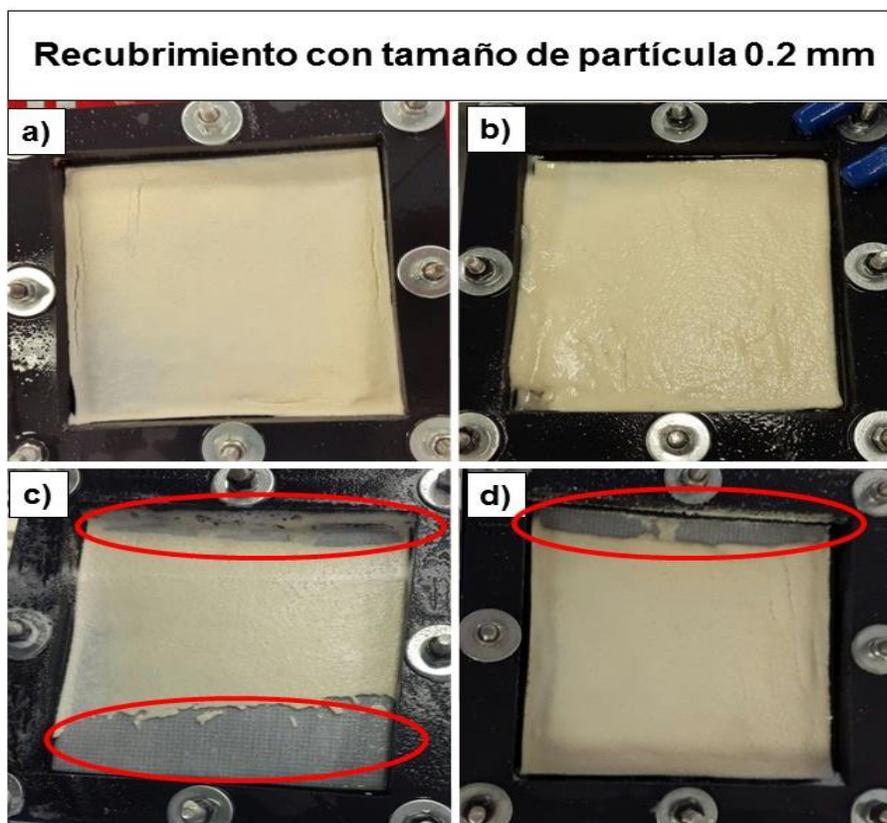


Figura 4. 7. Resultados del módulo de filtración (con salida del permeado orientada hacia arriba) pruebas de preformación con moringa 0.2 mm a 2 g/L a diferentes condiciones de operación: a) Llevada a cabo con un ángulo de inclinación de 90 grados en agua destilada, b) Inclinación 65 grados en agua destilada, c) 90 grados con agua de la llave y d) 90 grados en agua destilada parcialmente con capa parcialmente formada.

Tabla 4. 3. Masa adsorbida de Moringa sobre la superficie del soporte textil en agua destilada con dos diferentes tamaños de partícula e inclinación.

Masa adsorbida [g]		Tamaño de partícula	
Inclinación	Dosis M[g/L]	0.6 mm	0.2 mm
90°	5	1.62	5.94
65°	2	0.23	3.41
90°	2	0.091	2.31

Como se muestra en la tabla 4. 3 y en la figura 4. 8, hubo una mayor retención de materia sobre la superficie del soporte de poliéster de harina de 0.2 mm que de 0.6 mm en cada experimento que se realizó en las mismas condiciones de preformación.

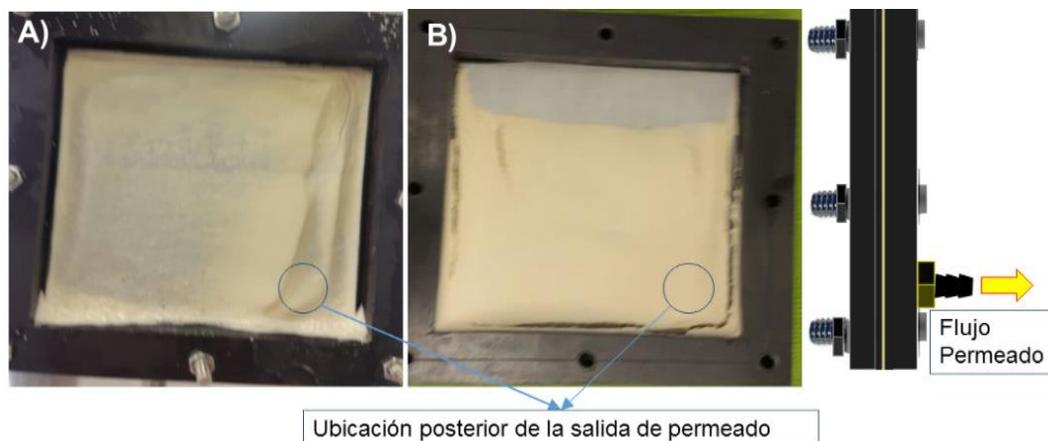


Figura 4. 8. Comparación de preformación de moringa (5g/L) de dos diferentes tamaños de partícula. Inciso A) Tamaño de partícula 0.6 mm, e Inciso B) Tamaño de partícula de 0.2 mm.

No se observó una película uniforme ni muy gruesa en el soporte de membrana preformada con harina de 0.6 mm de Moringa, mientras que el soporte del inciso de 0.2 mm obtuvo una capa más gruesa. Sin embargo se piensa que la parte superior no recubierta se debió a que la fuerza gravitacional fue arrastrando la película hacia abajo, donde se encuentra la salida del permeado, tal como se muestra en el extremo derecho de la figura 4. 8. Es importante mencionar que los únicos experimentos realizados con orientación del permeado hacia debajo fueron los que se muestran en la figura 4. 8, cuya concentración fue de 5 g/L, el resto de los experimentos de preformación y de evaluación del desempeño de las PDM fue llevado a cabo con la orientación hacia arriba y a menor concentración (1 y 2 g/L).

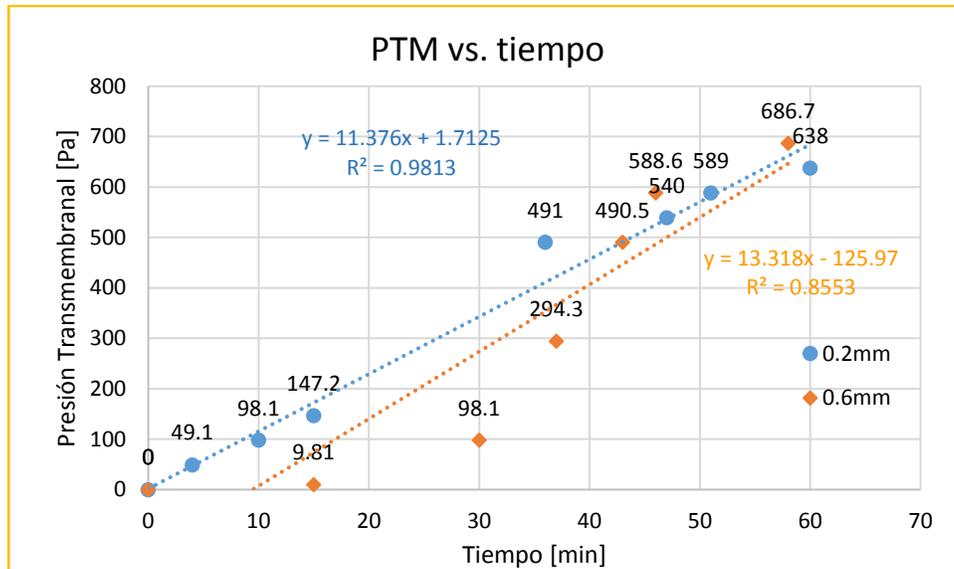


Figura 4. 9. Efecto de la presión transmembrana (PTM) con respecto al tiempo de la PDM con diferentes tamaños de partícula (0.2 mm y 0.6 mm) a una concentración de 5 g/L.

En cuanto al comportamiento de la presión transmembrana (PTM), se obtuvo un aumento similar de los dos tamaños de poros como se denota en la figura 4. 9. Sin embargo, se aprecia que la capa de moringa se empezó a formar en la prueba de 0.2 mm antes que la de 0.6 mm debido a la mayor susceptibilidad de las partículas más pequeñas de ser adsorbidas por la fuerza de succión de la bomba. No obstante, debido a la acumulación de la masa de 0.6 mm sobre el soporte, aunque poca, la PTM de 0.6 mm comenzó a aumentar rápidamente después del minuto 30.

Conforme el agua estuvo siendo filtrada con una recirculación constante de 3.12 L/h, equivalente a 385.18 L/m²h de flux, muchas partículas en la suspensión se quedaron adsorbidas en el soporte textil. De tal manera que conforme pasaba el tiempo, la turbiedad de la mezcla en suspensión iba disminuyendo como se puede observar en la Figura 4. 10.

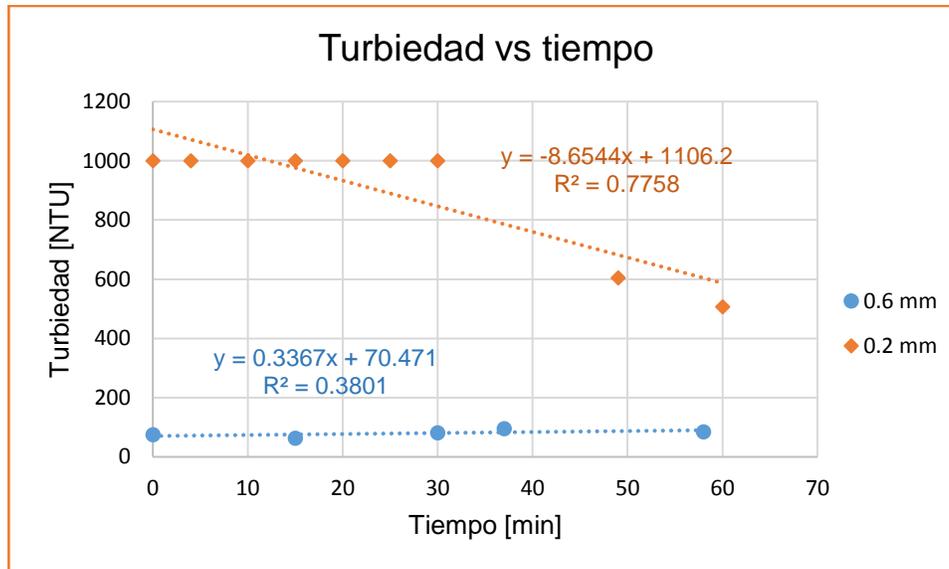


Figura 4. 10. Turbiedad de la suspensión de moringa en función del tiempo con dosis de moringa de 5 g/L.

No obstante, existe una gran diferencia en la turbiedad presente en la mezcla de tamaño de partícula menor a las 0.2 mm, la cual, inicialmente rebasaba el límite de detección del turbidímetro (>1000 NTU) siendo esta mucho mayor a la de 0.6 mm, esto a raíz de una mayor cantidad de partículas coloidales en la suspensión, con un valor apenas de 50 NTU para la suspensión de 0.6 mm, manteniéndose casi constante a lo largo de la preformación. En cambio la de menor tamaño fue disminuyendo gradualmente después de 30 minutos. Prueba de esto está presente en la figura 4. 10 y corroborado por los resultados de la masa retenida en la tabla 4. 3.

Por lo tanto, en cuanto a la eficiencia de adsorción se refiere, a una misma concentración de 5 g/L y una inclinación del módulo de 90° se obtuvo que de 20 gramos de moringa 0.6 mm, 1.62 gramos quedó adsorbido en el soporte, sólo el 8%. Mientras que 20 gramos de 0.2 mm, 5.94 gramos fueron adheridos al textil, equivalente al 29.7%.

Ahora, a una concentración de 2 g/L las eficiencias de adsorción para 0.6 y 0.2 mm fueron del 1.1 y 29 %, respectivamente. De esta manera, se demuestra la enorme diferencia de afinidad de un tamaño de partícula sobre otro en el soporte de membrana.

Así mismo, debido a que se temía que una capa tan gruesa de la PDM pudiera acortar significativamente la vida útil de la MD disminuyendo el tiempo de filtración a largo plazo, se decidió bajar la dosis a 2 g/L para la preformación con moringa pero aumentando el flujo de preformación a 716 L/m²h para aumentar la rapidez de recubrimiento. Además, se acordó

disminuir la cantidad de materia prima que se emplearía, ya que había una merma considerablemente alta.

4.3.2. Efecto de la dosis de moringa en la preformación.

Analizando el efecto de la concentración de la mezcla de moringa en la cámara preformante con el polvo de moringa de 0.2 mm sobre las la PTM en la figura 4. 11 y la turbiedad en la figura 4. 12 se tienen los siguientes resultados:

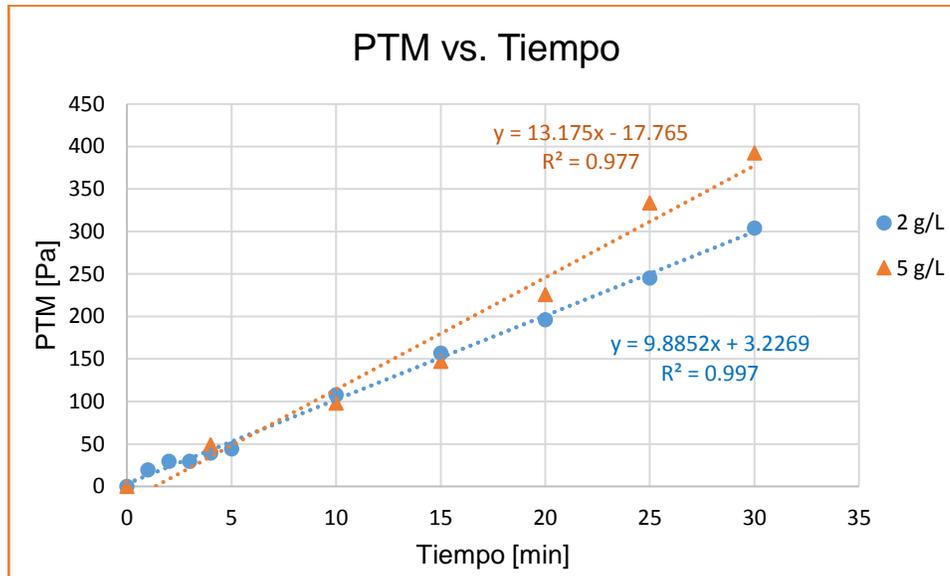


Figura 4. 11. Presión transmembrana en función del tiempo para la preformación de un soporte empleando un tamaño de partícula de moringa de 0.2 mm a dos diferentes concentraciones con una inclinación de módulo de 90°

A medida que la concentración aumenta, la cantidad de moringa que se tiene disponible para ser adsorbida sobre el soporte es mayor. Manteniendo un flujo constante de succión en el módulo de filtración igual a 3.12 L/h, se fue formando la capa de materia preformante sobre el textil, de tal forma que conforme esta es más gruesa, la PTM va aumentando más rápidamente como lo demuestra la figura 4. 11. Analizando más a detalle, se podría decir que la PTM a una concentración de 5 g/L y 2 g/L se mantuvieron prácticamente igual por los primeros 15 minutos pero luego la concentración de 5 g/L fue aumentando más rápidamente que la de 2 g/L. Hay que recordar que la concentración de 5 g/L se llevó a cabo con la orientación de la salida del permeado por la parte de abajo, de tal forma que la adsorción de moringa fue más restringida que la de 2 g/L debido a la fuerza de gravedad, tal como se detalla en el punto 4.3.4.

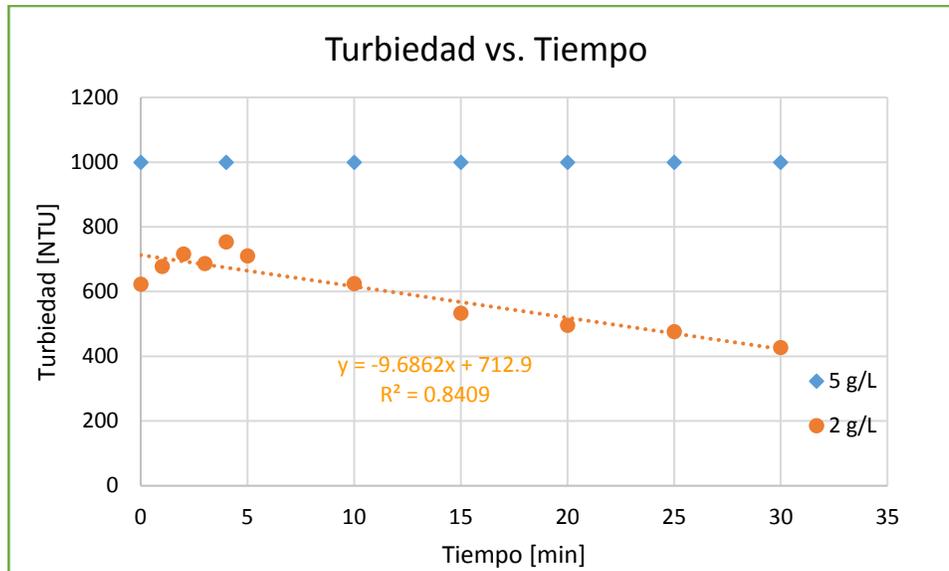


Figura 4. 12. Turbiedad de suspensión de moringa a dos diferentes concentración utilizando el polvo de 0.2 mm.

Como se puede apreciar en la figura 4. 12, no existe algún valor detectable por el turbidímetro por arriba de las 1000 NTU en la corrida de preformación de la membrana dada la alta dosis de moringa agregada, cuya concentración fue de 5 g/L. En cambio, a 2 g/L, el cambio de la turbiedad en la suspensión fue bajando gradualmente.

Como lo demuestra la tabla 4. 3, la cantidad de materia adsorbida sobre el soporte fue mayor a una concentración de 5 g/L que a 2 g/L, siendo de 1.62 y 0.091 gramos para la harina de 0.6 mm respectivamente (17 veces mayor), mientras que para la de 0.2 mm la retención fue de 5.94 y 2.31 gramos (2.5 veces mayor). Aunque como ya se dijo antes, la salida del permeado estaba orientada en la parte de abajo para la prueba de 5 g/L, en tanto que la de 2 g/L estaba hacia arriba, observando no solamente la uniformidad de la capa preformada en la Figura 4. 8, sino la capacidad de retención de una mayor masa en comparación de la cantidad neta agregada a la suspensión.

4.3.3. Efecto de la inclinación del módulo.

Ajustando la concentración de los siguientes experimentos a 2 g/L, se analizó el comportamiento de retención en cuanto a la turbiedad de la suspensión y la PTM con dos inclinaciones, a 90° o totalmente en vertical y a 65° colocando la cara frontal hacia arriba, es decir, el lado del soporte textil viendo al cielo, obteniendo los siguientes resultados:

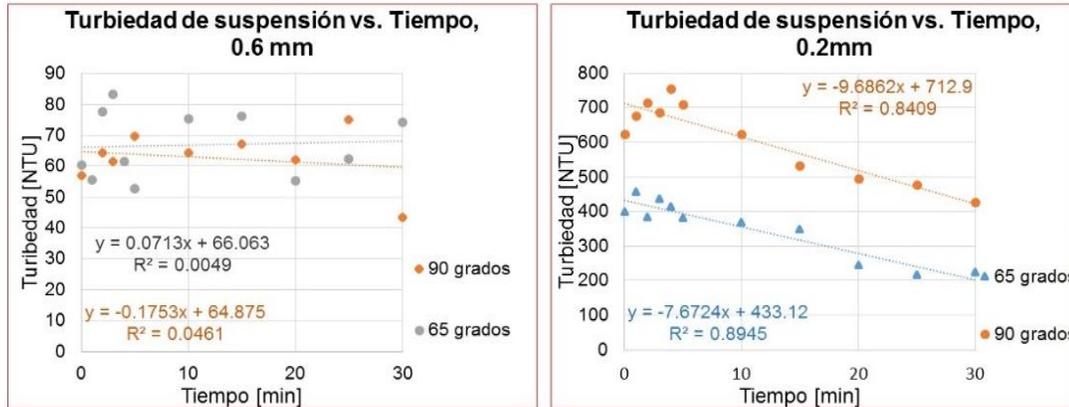


Figura 4. 13. Comparación de tamaño de poro en la influencia de la inclinación del módulo en la preformación con Moringa de una MD con dosis de moringa de 2 g/L.

Lo primero que es de notar es que, observando el comportamiento de tamaños de partícula en la Figura 4. 13 del lado izquierdo no se aprecia algún efecto de disminución de la turbiedad con tamaño de partícula de 0.6 mm, lo cual indica que no se está llevando adecuadamente una preformación, tal como se puede verificar en las imágenes A y B de la Figura 4. 6, las cuales tienen un contenido muy pobre de partículas de harina de moringa en la superficie del soporte. En cambio, como se observa del lado derecho correspondiente al tamaño de 0.2 mm, existe una clara tendencia en la disminución de la turbiedad, y por consiguiente, una mayor adsorción de materia sobre el textil.

Ahora, con respecto a la inclinación del módulo, no se aprecia algún impacto en la turbiedad en la gráfica del tamaño de partícula de 0.6 mm a pesar de que la cantidad de moringa retenida a 65° haya sido 2.5 veces mayor que la de 90°, obteniendo un 2.8% de eficiencia de adsorción con respecto a la cantidad añadida.

Volviendo a la moringa 0.2 mm, como ya se mencionó anteriormente, se observa que la turbiedad disminuye gradualmente conforme transcurre el tiempo. Sin embargo, parece ser contra intuitivo que el valor de la pendiente del módulo a 65° sea ligeramente menor que la de 90° por la mayor facilidad de sedimentación que en teoría debería de poseer sobre el soporte debido a la posición. Sin embargo, la turbiedad inicial de la corrida experimental a 90° fue considerablemente mayor (más de 250 NTUs), atributo relacionado a una disminución de la turbiedad más rápida. Cabe aclarar que en teoría, las turbiedades iniciales debieron haber sido las mismas o muy parecidas, ya que se tiene la misma cantidad de moringa en suspensión, pero esto no fue así, debido a una combinación de factores que se descubrió más adelante que influyeron todo el tiempo en el sistema, como lo son: las características del medio acuoso y las variaciones en la agitación de la cámara preformante como se menciona más adelante en punto 4.3.4.

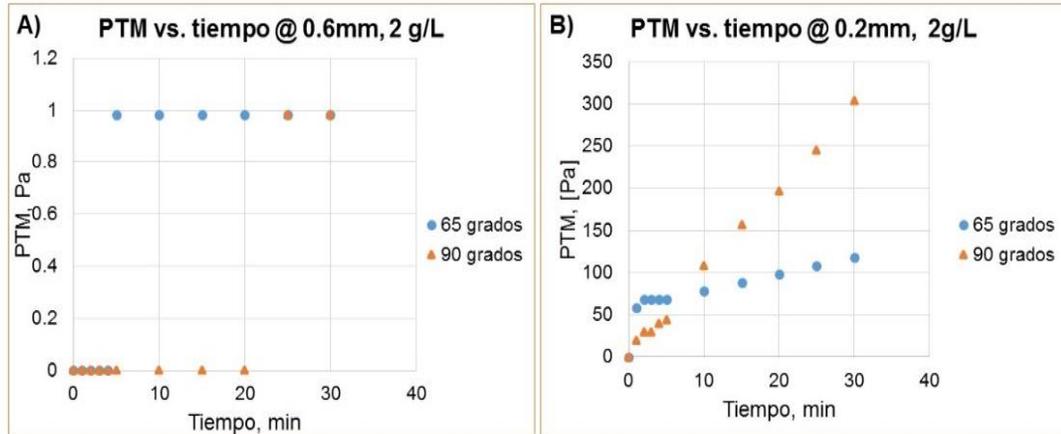


Figura 4. 14. Presión transmembrana en función de la inclinación del módulo. Presión transmembrana conforme pasa el tiempo de preformación a dos tamaños de partícula con la misma concentración 2 g/L de moringa A) a 0.6 mm de diámetro de partícula y, B) 0.2 mm variando el ángulo de inclinación del módulo.

En conjunto, observando las imágenes de la Figura 4. 14, se puede apreciar una relación estrecha de la presión transmembrana y su evolución en el tiempo con la inclinación del módulo habiendo nulo o despreciable efecto en la presión transmembrana en los experimentos con moringa 0.6 mm, a diferencia del comportamiento de la moringa 0.2 mm representado por la imagen de la derecha correspondiente a una concentración de 2g/L.

A pesar de haber 32% más de moringa de 0.2 mm sobre la tela a 65° que en la de 90° como se observa en la figura 4. 16, hay que recordar que no toda esta fuertemente retenida en el textil pues hay una cantidad sedimentada pero que puede ser fácilmente removida debido a la convección ocasionada por la agitación del medio o por cualquier otra perturbación en el sistema, y que por lo tanto, no forma parte de la membrana, dando como resultado un menor incremento en la fuerza transmembrana que en el caso de la configuración vertical. Es por esto que se prefirió dejar el módulo de filtración totalmente en vertical para la preformación y la evaluación del desempeño de la membrana.

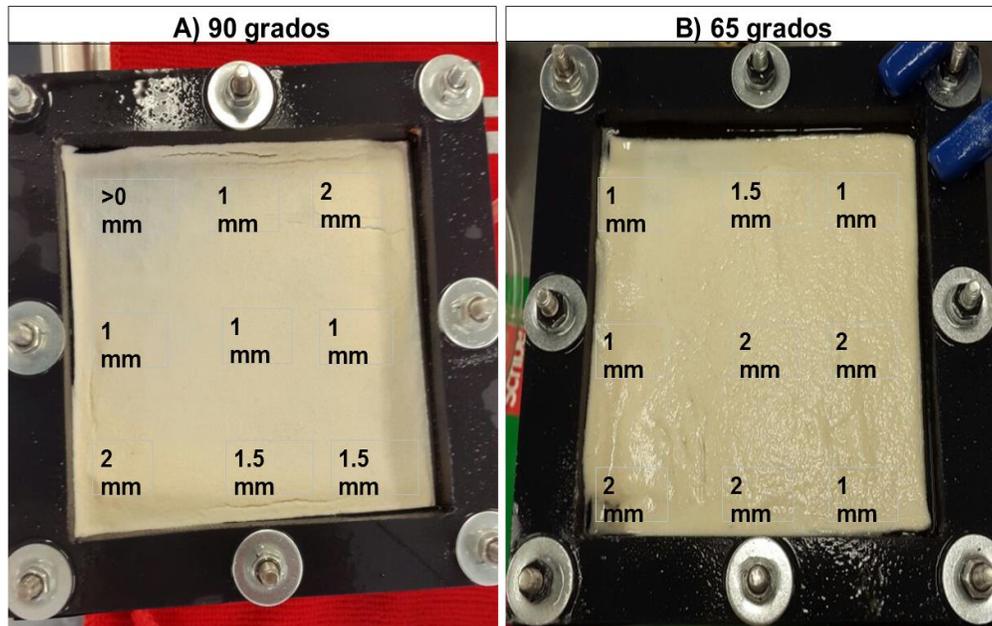


Figura 4. 15. Grosor de la MDP de moringa aún sin filtración de agua residual. Características: tamaño de partícula 0.2 mm y concentración de suspensión 2 g/L en 9 puntos distribuidos en todo el módulo.

Aunado a lo anterior, en la figura 4. 15 se muestra el perfil del grosor del recubrimiento de la pasta de moringa sobre sus respectivos soportes consiguiendo una capa muy gruesa (con un promedio de 1.2 mm previo a la filtración) en comparación con el trabajo de Ye y colaboradores del 2006, cuyo máximo grosor de una PDM fue controlada a 0.4 mm antes de filtración utilizando carbón activado, pero comparable a la MDP de Chu y colaboradores en 2009 cuyo grosor reportado estuvo en un intervalo de 2-3 mm después de la filtración empleando bio-diatomita; materiales cuyas aplicaciones principales se encuentran en la filtración debido a su porosidad que les proporciona una alta área específica y por lo tanto, una gran remoción de contaminantes.

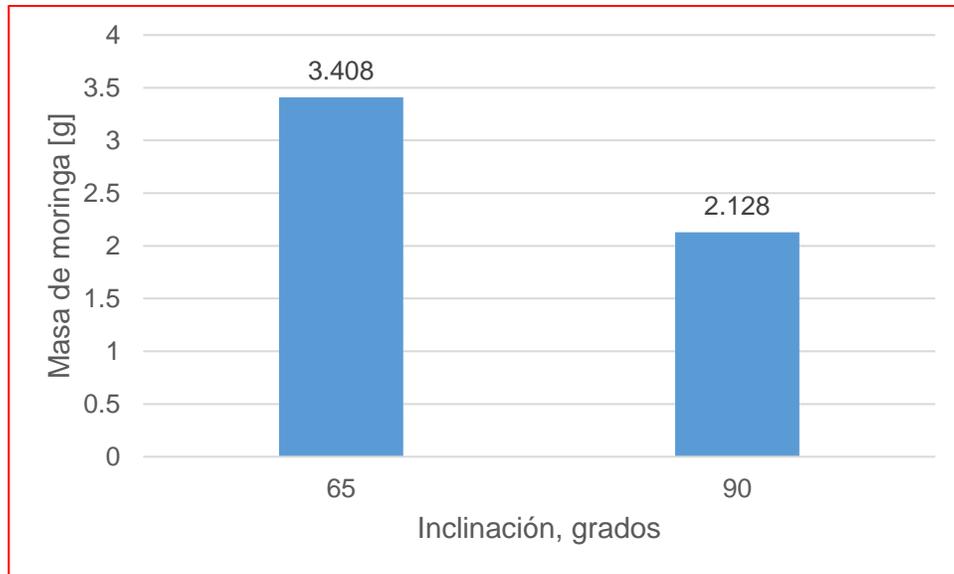


Figura 4. 16. Retención de materia de moringa de tamaño de partícula de 0.2 mm en función de la inclinación del módulo de filtración.

Tal como se comprueba con la Figura 4.16, debido a la fuerza de gravedad, hay una mayor cantidad de moringa sobre el soporte textil, que como ya se mencionó, no necesariamente forma parte de la MD por la sedimentación de las partículas, ya que estas no están fuertemente adsorbidas por la succión de la bomba, pues podría repercutir negativamente en la operación de la MD acortando el tiempo de vida útil de esta.

4.3.4. Otras consideraciones.

- Posición de la salida del permeado

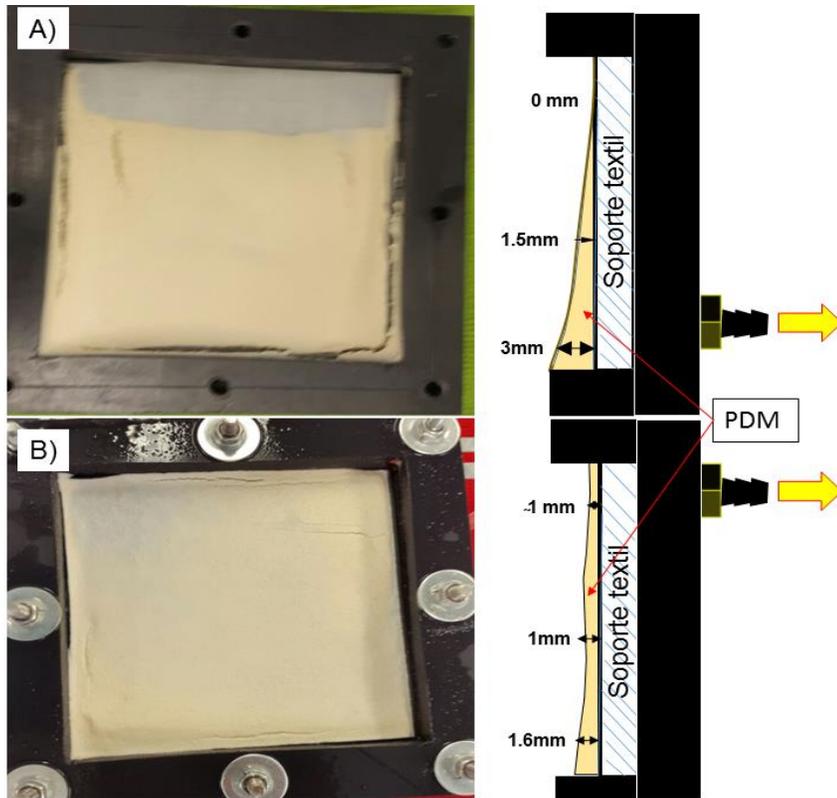


Figura 4. 17. Efecto de la posición de salida del permeado sobre el perfil de recubrimiento de la MDP. A) Recubrimiento de moringa sobre soporte textil con dosis 5g/L y salida de permeado por debajo B) Recubrimiento de moringa sobre soporte textil con dosis de 2 g/L y la salida del permeado por arriba.

La fuerza de succión de la bomba peristáltica permitió que las partículas en suspensión se adhirieran sobre el soporte textil. A medida que se iba alejando del punto de succión, menor iba siendo la fuerza y la retención creando un perfil de grosor del recubrimiento preformante a lo largo de la tela, de tal forma que en las zonas más distantes del punto de succión, la película de moringa era más delgada y más susceptible de desprenderse a causa de otras fuerzas presentes en el sistema.

En los experimentos cuya concentración de moringa fue de 5 g/L (véase Figura 4. 8), la fuerza de gravedad tuvo un impacto adverso en la formación de la capa taponante de moringa sobre el soporte, por lo que se cree que esta propició el desplazamiento de las partículas en suspensión hacia la parte inferior del textil, lugar en donde estaba ubicada la zona de succión, como se observa en la Figura 4. 17 inciso A.

En contraste, al cambiar la orientación del punto de succión del permeado en la parte superior para las pruebas de preformación de 2 g/L se logró un recubrimiento más uniforme y esparcido por todo el soporte, tal como se observa en la figura 4. 17 inciso B. Ya que se piensa que manteniendo un grosor de la PDM más o menos uniforme, podría contribuir positivamente en el desempeño del tratamiento de agua residual en cuanto a la calidad del permeado, así como aportar una mayor congruencia en los resultados, se prefirió trabajar con esta configuración del módulo de filtración en la evaluación del desempeño de la PDM. No obstante, esta configuración presentó una importante desventaja en la última etapa de una PMD: El retrolavado, tal como se discute más adelante.

- **Variación de la turbiedad en función del tiempo y la intensidad de la agitación**

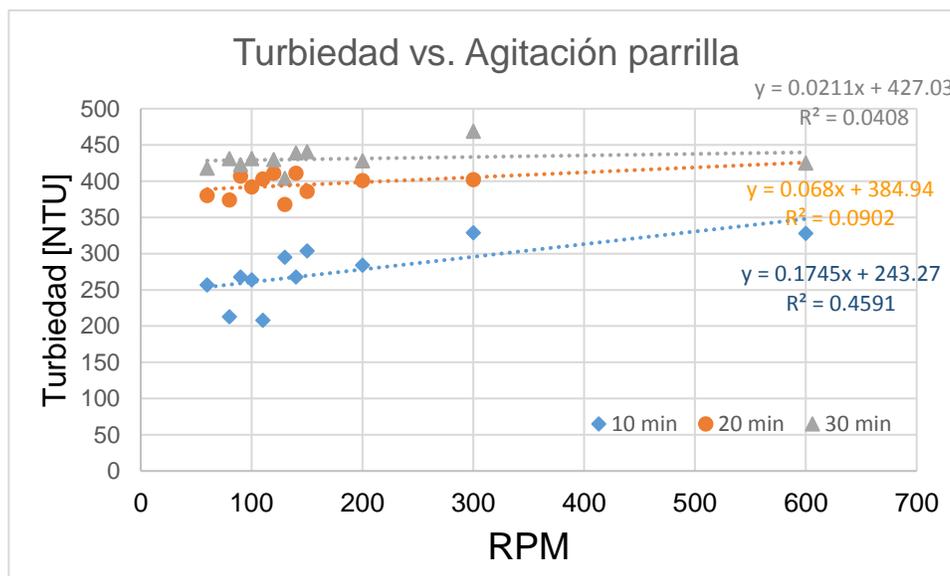


Figura 4. 18. Turbiedad de la suspensión de moringa (2g/L) en función de las RPM de agitación y su evolución cada 10 minutos de 0 a 30 minutos.

Se puede observar en la Figura 4. 18 que existe una ligera tendencia de aumento de la turbiedad en función de agitación conforme transcurre el tiempo de la suspensión de moringa como lo demuestran las pendientes positivas de cada serie de puntos. Sin embargo, el mayor efecto en la turbiedad de la suspensión se observa en el desplazamiento de la serie de datos de los 10 minutos a los 20 minutos, aumentando la turbiedad inicial (@ 60 RPM) en un 32%, similar al espaciamento de las líneas de tendencia de la figura 4. 21 y un incremento sólo del 6% a 30 minutos (representado por la serie de datos en gris) hasta mantenerse casi constante. Se cree que esto se debe a un aumento en la disgregación de las partículas en suspensión a

causa de la agitación. De esta manera, aumenta el número de partículas coloidales presentes en la mezcla y en consecuencia, aumenta la turbiedad. Esta es una posible explicación de que la turbiedad inicial de todas las suspensiones de 0.2 mm preparadas con una misma concentración de moringa resultaron ser mayores que las de 0.6 mm.

- **Efecto de las características del medio acuoso sobre la retención de la moringa sobre el soporte**

Si bien, el efecto de la agitación influyó en cierto grado sobre la preformación tomando como ejemplo la figura 4. 18, se encontró que se tiene también un impacto en el recubrimiento dependiendo de las características fisicoquímicas del medio acuoso de la suspensión de moringa en el cual se estuvo llevando a cabo el estudio de preformación, como se muestra en la Figura 4. 19.

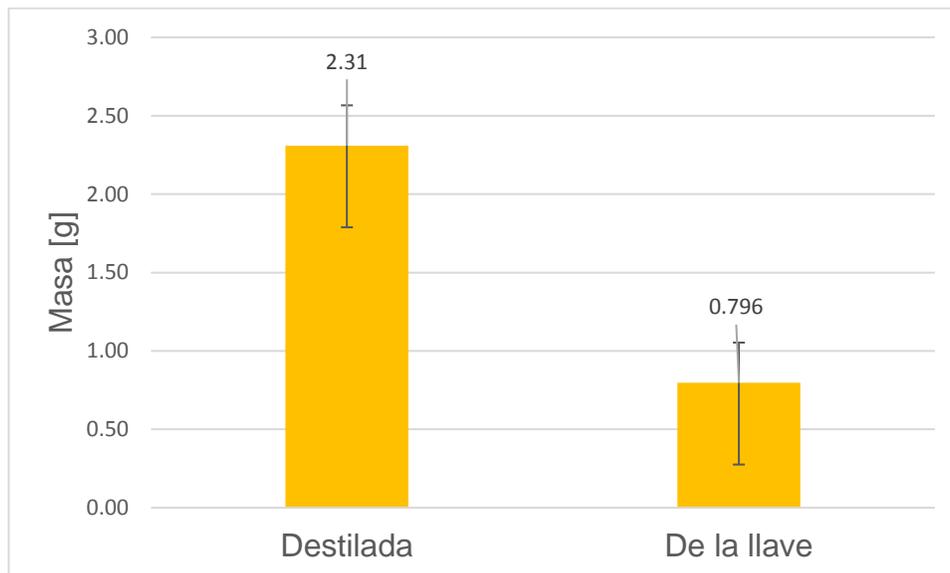


Figura 4. 19. Efecto de la masa retenida en soporte con respecto al tipo de agua usado como medio en la suspensión de moringa 0.2 mm a 2 g/L.

En la figura 4. 19, se observa un promedio de 2.31 ± 0.26 gramos de moringa retenida en el soporte textil empleando agua destilada, en tanto que la de llave presento una adsorción de materia de 0.796 ± 0.52 . Para el último caso se obtuvo una mayor dispersión de valores comparado con las del agua destilada, ya que se desprendió una parte de la biocapa del soporte al momento de retirar el módulo de la cámara, como se puede ver en la parte señalada en una elipse roja en la imagen c de la figura 4. 7. En la tabla 4. 4 se presentan los resultados individuales.

Tabla 4. 4. Promedio de retención de masa de moringa sobre el soporte.

Tipo de agua	Prueba 1 [g]	Prueba 2 [g]	Promedio [g]
Destilada	2.491	2.128	2.31 ±0.26
llave	1.16	0.428	0.79 ±0.52

En cuanto a los resultados de la presión transmembrana se había esperado que la tendencia del día 6 de noviembre fuera muy parecida a la alcanzada el día 2 de octubre como se muestra en la figura 4. 20, lo cual no fue así dada la pequeña parte en la parte superior del soporte que no pudo ser cubierta, tal como se indica en una elipse roja de la imagen d) de la figura 4. 7.

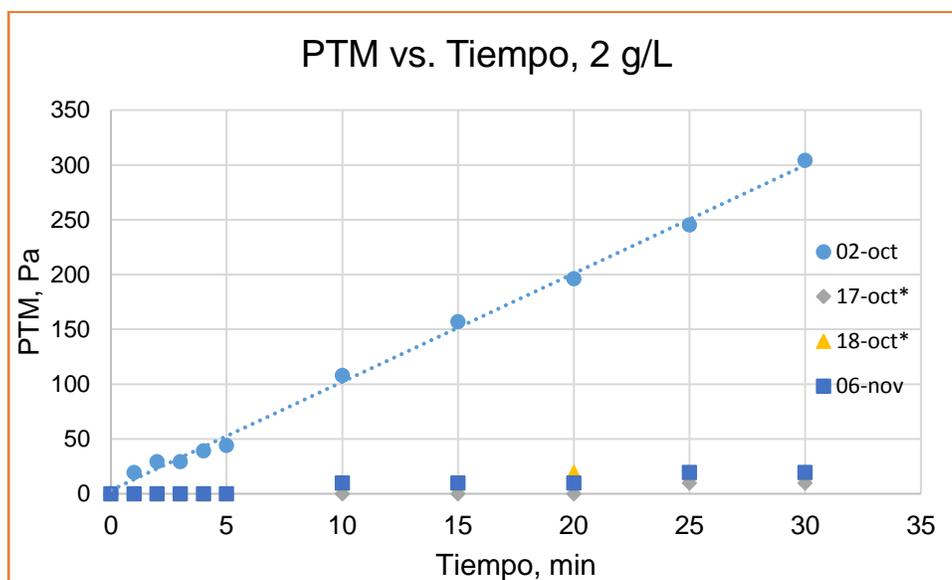


Figura 4. 20. Presión transmembrana en función del tiempo con una concentración de moringa 0.2mm de 2 g/L a diferentes días. Aquellos días en los que se usó agua de la llave como medio acuoso para suspensión de moringa están señalizados con un asterisco (*) en el resto se usó agua destilada.

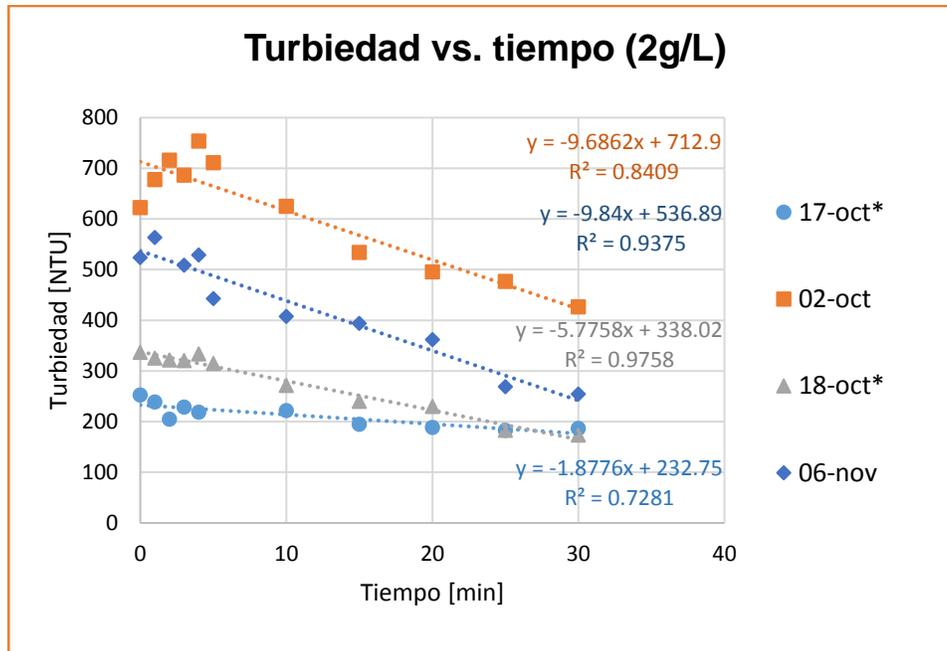


Figura 4. 21. Turbiedad de suspensión de moringa 2g/L en función del tiempo de preformación, 30 minutos en agua destilada y con un asterisco (*) en agua de la llave.

Además, cabe mencionar que la prueba experimental del 6 de noviembre presentó casi 200 NTU menos de turbiedad que la del 2 de octubre como se muestra en la figura 4. 21. Se cree que esta variable pudo haber sido influenciada por una combinación de factores, principalmente la velocidad de agitación durante el experimento de 2 de octubre, ya que no fue controlada tan minuciosamente como la del 6 de noviembre.

4.4. Evaluación del desempeño de una PDM con Moringa (Turbiedad y flux)

Se llevó a cabo la evaluación de la calidad de permeado en cuanto a la turbiedad de una PDM seleccionando las mejores condiciones de operación:

Para la última parte del trabajo experimental, se trabajó con un flux inicial de preformación de 1156 L/m²h por 30 minutos. Luego en la filtración se bajó el flux hasta las 716 L/m²h hasta una disminución igual o menor a 25 L/m²h a dos diferentes concentraciones (1 y 2 g/L). Finalmente se llevó a cabo un retrolavado con aire.

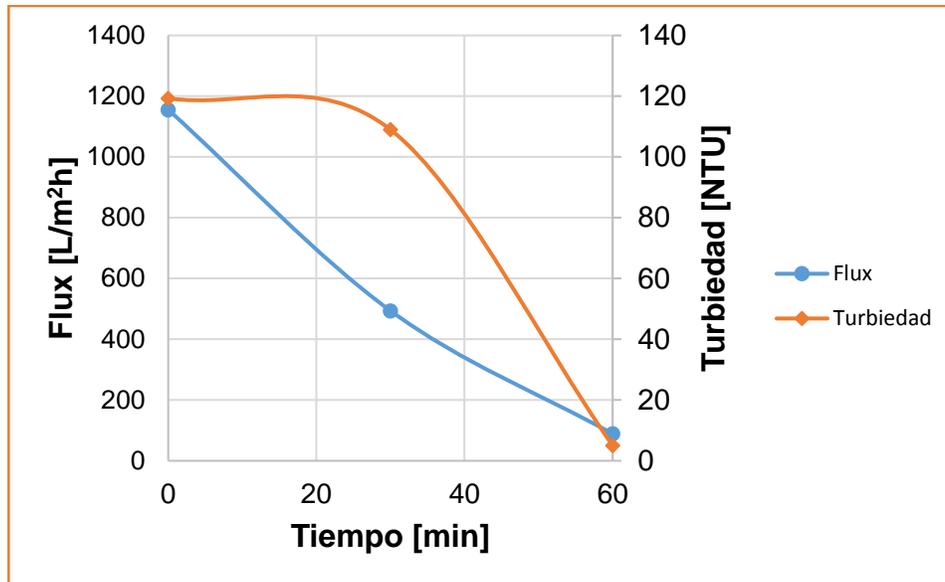


Figura 4. 22. Variación del flux y turbiedad en función del tiempo de filtración con dosis de moringa de 2g/L.

En la figura 4. 22 se observa la relación del flux y la turbiedad, a medida que transcurre el tiempo, se va formando la MD y por consiguiente hay una disminución gradual del flux, pero también baja la turbiedad, brindando un tratamiento al agua residual hasta que la MD tiene que ser removida debido al taponamiento severo.

Se muestra en la figura 4. 23 las fotografías del módulo de filtración después de haber sido usadas. Cabe señalar que el módulo del inciso A muestra sólo el soporte textil después de hacer pasar agua residual a través de este durante 5 horas. Sin embargo, después de ese tiempo no se alcanzó a formar una MD. El resto de las imágenes son las MDP a diferentes condiciones de concentración y PTM.

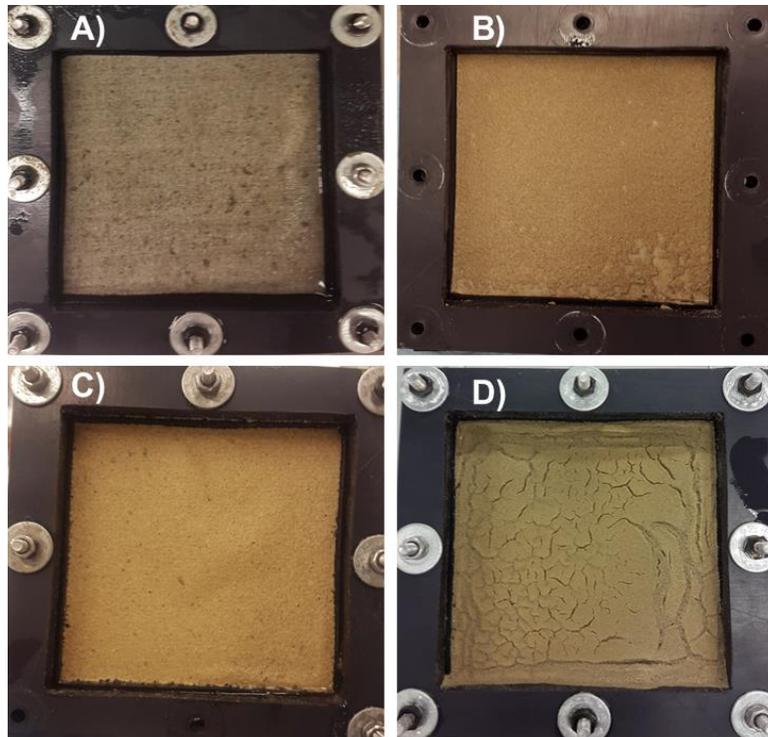


Figura 4. 23. Inciso A) Soporte sin moringa después de 5 horas de filtración. Inciso B) MDP 1g/L a presión atmosférica. C) MDP 1 g/L a presión de succión de bomba alcanzando aproximadamente 35 kPa D) MDP 2 g/L a presión atmosférica.

En la figura 4. 24 se muestran los resultados en cuanto a la productividad y calidad del permeado filtrando agua prácticamente a presión atmosférica. Se alcanzó una PTM superior a lo que se podía medir de 5 cm de columna de agua, correspondiente a 500 Pa durante poco más de 60 minutos.

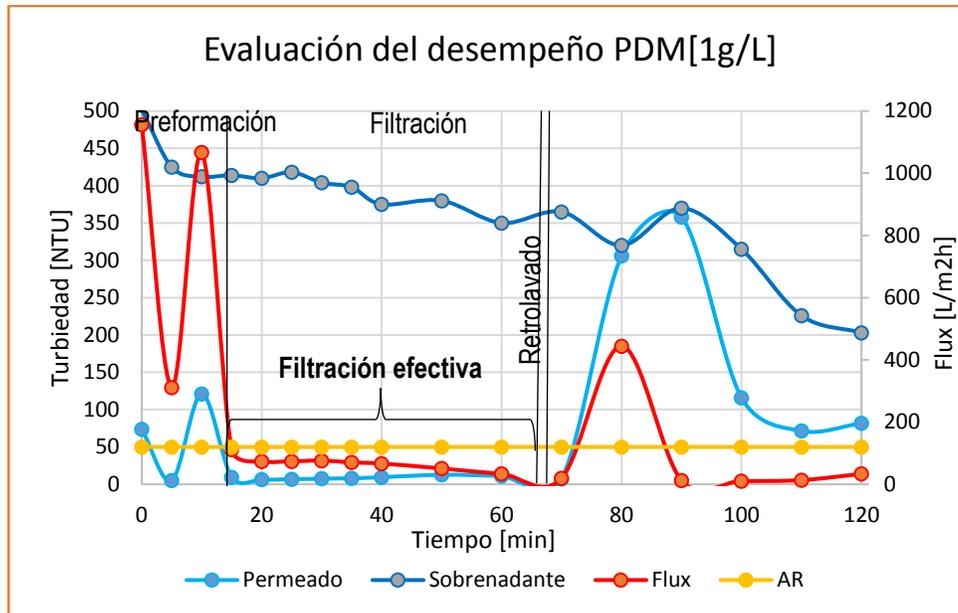


Figura 4. 24. Etapas de una MDP de Moringa y comportamiento de turbiedad y flux del agua tratada.

En la primer etapa, la preformación de la MD con moringa (que duró alrededor de 18 minutos, como se observa en la figura 4. 24), la turbiedad inicial del permeado fue aproximadamente 75 NTU, en tanto que la turbiedad registrada por el sobrenadante estuvo alrededor de los 500 NTU. A mitad de la primera etapa se observa un pico tanto en el flux como en la turbiedad del permeado, esto fue a causa de que se había colocado el manómetro improvisado para la lectura de la PTM como se muestra en la figura 3. 9, lo cual, ocasionó un aumento inmediato en el flux pero una disminución drástica en la calidad del permeado por lo que se decidió quitar el manómetro y dejar operando a una presión hidrostática constante, restaurando la calidad del permeado y se prosiguió a la etapa 2, en donde se llevó a cabo la filtración efectiva por un determinado periodo de tiempo, obteniendo una producción de agua tratada con una calidad por debajo de 10 NTUs a 75 L/m²h, manteniéndose casi constante por 45 minutos.



Figura 4. 25. Retro lavado del módulo de filtración por medio de aireación a 30 L/h por un minuto.

En el momento en el cual el flux estuvo por debajo de los 25 L/m²h se realizó un retrolavado con aire, como se muestra en la figura 4. 25. No obstante, debido a que este flujo sólo hizo la limpieza por la parte de arriba, una gran parte del soporte se quedó con una capa gruesa de MD que se taponó rápidamente, bajando el flux y aumentando la calidad del agua filtrada hasta parar por completo el sistema y registrar los resultados. Justo después del retro lavado se cerró el paso de aire a través del manómetro empleando una jeringa y midiendo la PTM por medio de un dinamómetro atado al émbolo.

Se graficó la resistencia de la membrana en m⁻¹ con respecto al tiempo obteniéndose la Figura 4. 26. En el cual se observa de manera indirecta la evolución de la PDM conforme pasa el tiempo, ya que al aumentar el grosor de la capa, aumenta la resistencia al flujo de permeado hasta llegado cierto punto en el cual se tapona por completo y es necesario llevar a cabo un método de limpieza antes de seguir filtrando nuevamente.

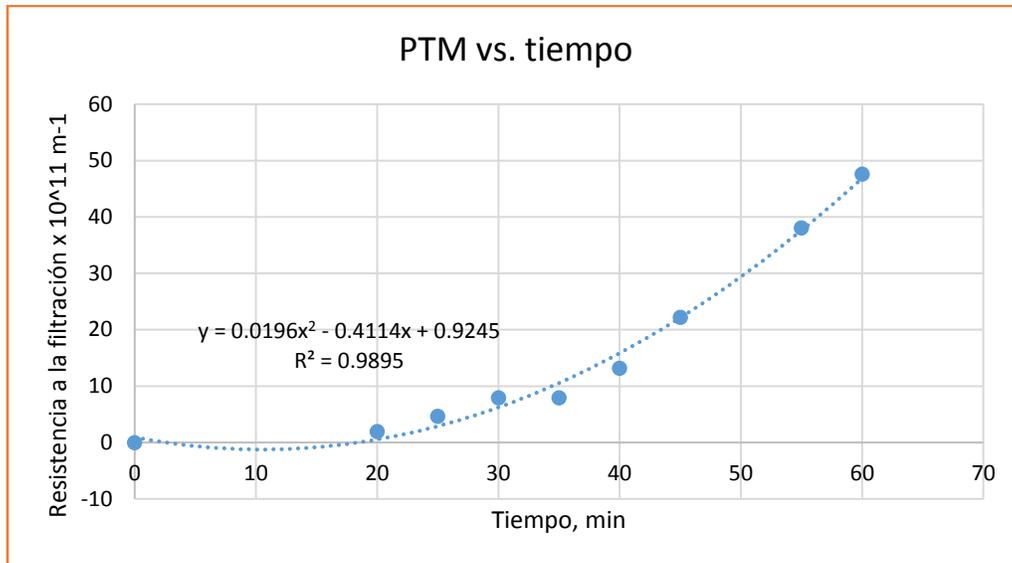


Figura 4. 26. Resistencia a la filtración MDP en la etapa de filtración sometida a presión de succión de bomba.

Empleando la ecuación de Darcy que define la resistencia al filtrado como sigue:

$$R = \frac{PTM}{\mu J}$$

En donde:

R es la resistencia al filtrado, J es el flux de la membrana y μ es la viscosidad dinámica del filtrado, haciendo una simplificación y asumiendo este valor como el reportado en la literatura del agua común, igual a 1 cP.

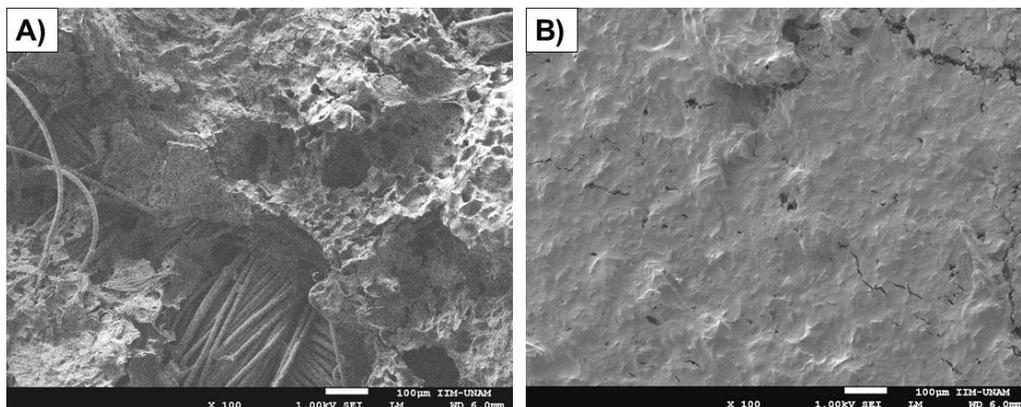


Figura 4. 27. Observación de MDP en SEM. A) MDP antes de la filtración B) MDP taponada, después de filtración.

Se alcanzaron eficiencia de remoción de acuerdo a los distintos parámetros como se muestra en la tabla 4. 5.

Tabla 4. 5. Eficiencias de remoción de contaminantes por MDP de moringa.

Parámetros	Efluente Anaerobio	Permeado	% Remoción
Turbiedad [NTU]	106.1 ± 15.6	6.67	94%
DQO [mg/L]	466.3 ± 84.2	49.08	89%
SST [mg/L]	111 ± 27.8	2.65	98%

A pesar de que el porcentaje de remoción de varios contaminantes indicados por la turbiedad, la DQO y los SST son altas en comparación con otros trabajos anteriores como el de González-Ortega (2014) cuyas valores promedio fueron del 90%, 77% y 89% respectivamente, pero no tan altos como el porcentaje de remoción de DQO reportado por Ye *et al.* (2006) que fue de 97%, pero comparables al 90% alcanzado por Hu *et al.* (2017(C)) utilizando una membrana preformada con carbón activado y tratando agua residual de características similares.

Capítulo 5. Conclusiones y Recomendaciones

5.1. Conclusiones

Durante el desarrollo de este proyecto, las membranas dinámicas preformadas (MDP) presentaron tanto ventajas como desventajas. En este estudio se analizó la eficiencia de remoción de una membrana dinámica preformada con polvo de semilla de *Moringa oleífera* para el tratamiento de un efluente anaerobio obteniendo resultados interesantes. Debido a la baja concentración de sólidos suspendidos del efluente del reactor anaerobio, no se pudo formar una membrana dinámica auto-formada a tiempo para llevar a cabo una comparación con la MDP con moringa. Sin embargo, se comparó con trabajo de membranas autoformadas y preformadas realizados por otros investigadores con anterioridad. De tal forma que con una eficiencia de remoción en cuanto a turbiedad, sólidos suspendidos totales (SST) y Demanda Química de Oxígeno (DQO) se obtuvieron valores de 94, 89 y 98% respectivamente, siendo estos ligeramente mayores que los de otros trabajos de membranas auto-formados con agua residual con características similares, aunque no tan buenas como otras MDP hechas de carbón activado o biodiatomita.

Se logró un tratamiento de agua residual proveniente de un efluente de reactor anaerobio con membrana dinámica preformada con moringa dentro de los rangos establecidos de los parámetros de cantidad y calidad del permeado. Esto es, una producción de agua tratada mayor a 25 L/m²h que estuvo por debajo de 20 NTUs por un periodo de 50 minutos.

Las mejores condiciones para el desarrollo de una MDP de *Moringa oleífera* encontradas fueron las siguientes:

- Módulo de filtración a una inclinación de 90° o totalmente en vertical para obtener un mejor control de la formación de la membrana sobre el soporte.
- Por medio de un polvo de material preformante de partículas pequeñas (en este caso de 0.2 mm de diámetro) se logra una mejor formación de la MDP en cuanto a la uniformidad y retención sobre el soporte.
- La mejor concentración para la formación de una MDP cubierta con *Moringa oleífera* fue de 1 g/L.
- Soporte textil tejido de poliéster-algodón con tamaño de poro promedio de 120 ± 19 μm.

Se determinó el tamaño de poro de una serie de materiales de soporte para la membrana por medio de un microscopio electrónico de barrido y un

programa informático de fuente abierta *DiameterJ*, tanto de textiles tejidos, como de no tejidos observando una distribución de tamaño de poro diferente dependiendo de la estructura morfológica del material.

Se determinó el porcentaje de contenido protéico y otras características de varios tipos de semilla sin cáscara de *Moringa oleifera* provenientes de varios lugares del mundo, así como su actividad coagulante individual y su dosis óptima sin purificación de proteína por medio de pruebas de jarras, la cual resultó ser de 0.7 g/L de polvo de semilla de moringa o 180 mg/L de concentración de proteína sin purificar.

5.2. Recomendaciones

1. Llevar a cabo pruebas del desempeño con semillas de *Moringa oleifera* por periodos más largos de tiempo para observar la evolución del consorcio microbiano y su rol en la remoción de contaminantes.
2. Explorar el uso de otros soportes textiles tanto tejidos como no tejidos de multifilamento y monofilamento para las MDAF y MDP.
3. Modificar el sistema de estudio para llevar el cabo el monitoreo y análisis de varias MDP y MDAF en paralelo.
4. De alguna manera se está consciente que el alto porcentaje de algodón de la tela poliéster 65 podría repercutir negativamente en la vida útil de la membrana primaria, sobre todo en su operación a largo plazo en las plantas de tratamiento, donde sería posible su rápido desgaste y/o degradación biológica. Por lo que se recomienda cambiar a un soporte más resistente ante las típicas condiciones de operación de una planta de tratamiento de aguas residuales.
5. Modificar la geometría del módulo de filtración y la salida del permeado en la parte central-posterior a la membrana, del tal forma que se obtenga una MDP con un grosor más uniforme manteniendo un fuerza de succión igual en cada punto del soporte.
6. Explorar el uso de otros materiales preformantes y hacer pruebas experimentales en paralelo para observar en tiempo real la remoción de contaminantes y el comportamiento del sistema.
7. Desarrollar un método de preparación de polvo de semilla de moringa sin cáscara más eficiente.
8. Llevar a cabo distribuciones de tamaño de poro tanto en el sobrenadante como el permeado de una MDP de moringa y una MDAF para poder observar el efecto de la coagulación de la proteína dimérica catiónica de la moringa y su influencia en el tratamiento del agua.
9. Hacer análisis de las sustancias poliméricas extracelulares (EPS) y sustancias microbianas solubles (SMS) de una MDP de moringa para

el mayor entendimiento del mecanismo de taponamiento irreversible de las membranas dinámicas.

10. Explorar un complemento informático que ayude a mejorar la segmentación de imágenes de soportes textiles no tejidos o crear un nuevo algoritmo que disminuya el tiempo de edición de las imágenes segmentadas para la determinación del tamaño de poro.
11. Se podría llevar a cabo una extracción de proteína de moringa para ser utilizada en un tren de tratamiento de agua residual previa a la filtración dinámica preformada empleando carbón activado, subproducto incinerado de la purificación de proteína y llevar a cabo un estudio económico para la rentabilidad económica y la posibilidad de un escalamiento de esta tecnología.

Anexo A. Determinación de proteína de la semilla *Moringa oleífera* proveniente de diferentes lugares del mundo.

Se determinó la concentración de proteínas de doce variedades de semillas de *Moringa* provenientes distintas partes del mundo usando la técnica colorimétrica modificada de Hartree-Lowry.(Hartree, 1972)

Tabla A. 1. Código asignado para cada tipo de semilla, lugar del que proviene y especie.

Código	Lugar	Especie	Contenido de proteína % w/w
0	Cd. Obregón, Sonora	<i>M. oleífera</i>	27 ± 3.5
1	Tolagnaro, Madagascar	<i>M. oleífera</i> “doméstica”	19 ± 3.9
7	Isiolo, Kenia	<i>M. oleífera</i> “doméstica”	33 ± 10
8	Qilla Didar Singh, Pakistán	<i>M. oleífera</i> “ <i>sylvestris</i> ”	40 ± 8.9
15	Tolagnaro, Madagascar	<i>M. oleífera</i> “doméstica”	32 ± 9.4
22	Instituto de Biología, UNAM	<i>M. oleífera-concanensis</i> , Híbrida	46 ± 6.9
33	Variedad comercial para cultivo	<i>M. oleífera</i> “doméstica”	41 ± 7.3
63	Instituto de Biología, UNAM	<i>M. oleífera-concanensis</i> , Híbrida	29 ± 7.3
66	Tamil Nadu, India	<i>M. oleífera</i> “doméstica”	22 ± 5.5
80	Instituto de Biología	<i>M. oleífera-concanensis</i> , Híbrida	32 ± 2.5
82	Íle de la Reunión, Océano Índico	<i>M. oleífera</i> “doméstica”	32 ± 2.5
299	Jalisco	<i>M. oleífera</i> “criolla”	23 ± 1.8

Se determinó la concentración de proteína por medio de una curva patrón utilizando una disolución de suero albúmina bovina con diferentes diluciones, la cual, se ilustra en la siguiente gráfica:

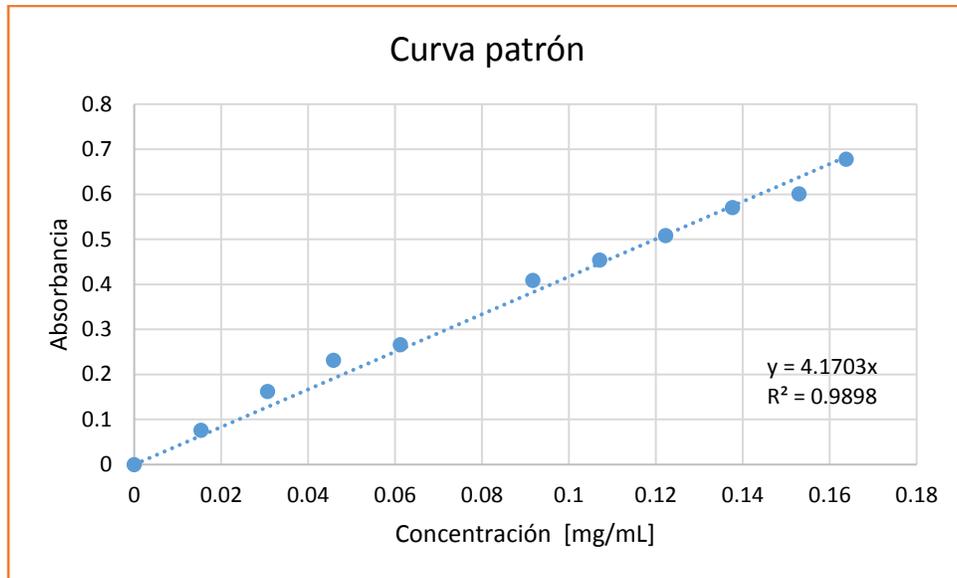


Figura A. 1. Curva patrón para la determinación de proteínas utilizando diluciones de SAB.

En donde:

Y: es la Absorbancia

X: es la concentración de proteína, en mg/mL

R^2 : coeficiente de correlación lineal, cuyo valor es de 0.9898. Por lo que se consideró como una curva lo suficientemente confiable para la determinación de concentración proteica de todos los ensayos realizados.

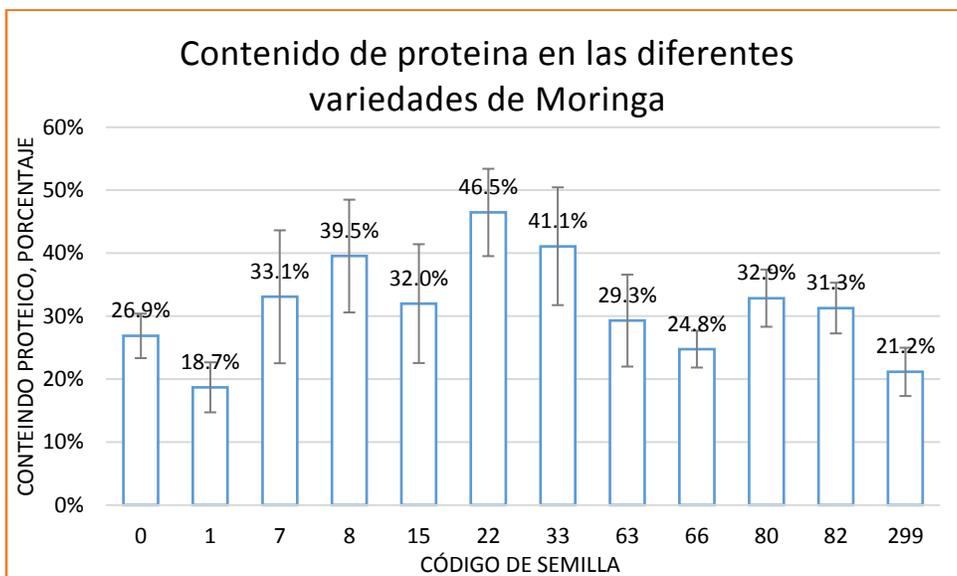


Figura A. 2. Comparación de contenido proteico de los diferentes tipos de semilla oleífera con su error.

Densidad compactada de Moringa oleífera.

En un principio se pensó que se podría controlar idealmente el grosor de la PDM de moringa como lo hizo Ye *et al.*, 2006 con carbón activado por medio de la ecuación A-1.

$$m = \rho \cdot t \cdot A \quad \text{Ecuación A-1}$$

En donde:

m [kg]: masa teórica de materia preformante de MD

ρ [kg/m³]: densidad del material

t [m]: grosor de membrana secundaria.

Así que, tomando las bases de Ye *et al.* Se calculó la cantidad de moringa que se necesitaría para formar una película de 0.02 y 0.04 cm de espesor. Sin embargo, a diferencia del carbón activado, existe una cierta cantidad no despreciable de moringa que se disuelve. Por lo tanto, ya conocido su porcentaje de solubilidad, se tomaría en cuenta dicha parte de la materia que se solubilizaría en el medio acuoso como lo denota la ecuación A-2.

$$M = m + \Delta m \quad \text{Ecuación A-2}$$

En donde:

M [kg]: masa total para preformar membrana

Δm [kg]: diferencia de materia compensando la parte disuelta en el medio

De tal manera que se obtiene la dosis ajustada de moringa que se necesitaría para generar una membrana con el grosor deseado suponiendo que toda esta cantidad de materia se quedaría adsorbida en el soporte.

Tabla A. 2. Masa teórica de moringa en disolución para formar diferentes grosores de la película preformada.

Masa agregada	Harina 0.6 mm	Harina 0.2 mm
Densidad compacta [kg/m ³]	459 ± 28	478 ± 3.4
Grosor de 0.02 cm [g]	0.00079	0.00078
Grosor de 0.04 cm [g]	0.00157	0.00156

Sin embargo, la cantidad de moringa necesaria teórica fue mucho menor a la cantidad ideal presentada en la tabla A.2 debido a que se está asumiendo que toda la moringa agregada es adsorbida, lo cual, se sabe que no es cierto por diferentes

factores como la solubilidad parcial de la materia, las fuerzas convectivas en forma circular evitan que algunas partículas pasen a través del soporte como el caso de la filtración *dead-end*. Por lo tanto, se ajustó la cantidad de moringa agregada con base en las necesidades del sistema experimental.

En cuanto a la solubilidad experimental de la moringa, esta fue del $36 \pm 0.2\%$. La cual, no se encontró alguna referencia para comparar en la literatura.

Anexo B. Prueba de Jarras. Concentración de proteína óptima.

Metodología

Para cada experimento se emplearon 6 litros de agua residual proveniente de la PTAR de Ciudad Universitaria a las 10 am todos los días procurando que cada muestra de agua obtenida tuviera un valor semi-constante de turbiedad. Se midieron volúmenes iguales de 1 litro que, posteriormente se vertieron en seis vasos de precipitados. Después, se sometieron a agitación en el equipo de prueba de jarras y se agregaron diferentes dosis ya molidas y pesadas de polvo de semilla de Moringa oleífera cernida con una malla del número 30 (0.6 mm). Como referencia y comparación, se dejó un vaso con agua residual sin coagulante al que se le llamó "blanco". Luego, se agitaron todos los seis vasos, incluyendo al blanco, a 130 revoluciones por minuto (rpm) por 1 minuto y pasado este tiempo se bajó a 40 rpm durante 15 minutos. Transcurrido este tiempo se dejó reposar el sistema por 30 minutos. Finalmente, se midió la turbiedad de cada jarra, tomando una alícuota en el centro de la mezcla contenida en cada vaso, tratando de ocasionar la menor perturbación posible en la muestra.



Figura B. 1. Prueba de jarras en la utilización de Moringa tipo 0 en agua residual tipo municipal cruda cuya turbiedad inicial fue de 340 NTU. De izquierda a derecha: 0, 0.3, 0.7, 1, 1.5 y 2 gramos de moringa tipo 0 cuyas turbiedades finales fueron: 245, 154, 50, 30, 14.6 y 15.9 NTU respectivamente.

Se observa en la Figura B. 2 que al aumentar la concentración de moringa, la turbiedad de la mezcla de agua residual disminuye drásticamente para el intervalo que va de 0 a 700 mg/L. Al aumentar la concentración por arriba de este intervalo, la disminución de la turbiedad no cambia significativamente por lo que se estableció que 700 mg/L es la concentración óptima de polvo de semilla de moringa.

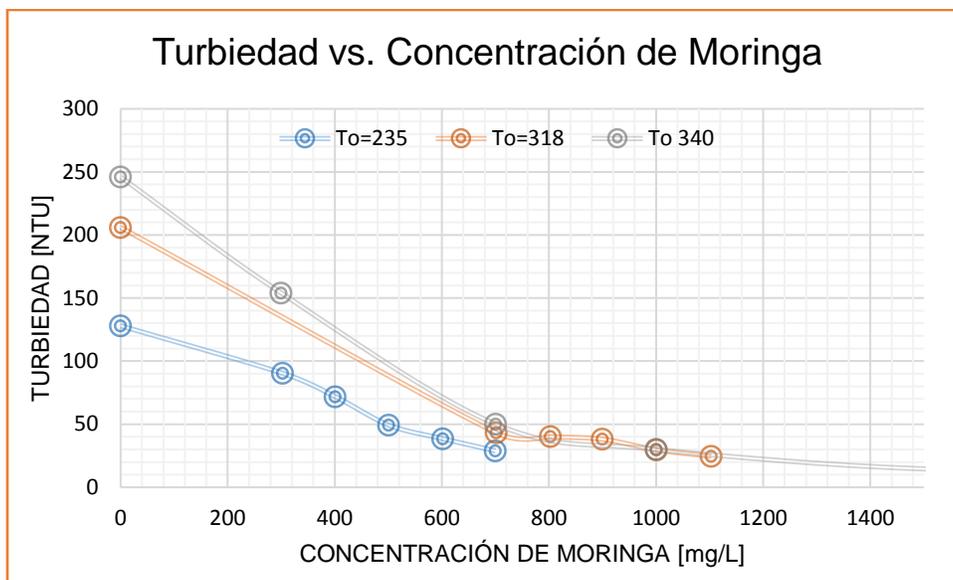


Figura B. 2. Variación de la turbiedad con respecto a la concentración de moringa utilizando sólo la semilla con código 0.

En donde:

To: Turbiedad inicial, sin coagulante.

Dada la concentración óptima encontrada en este trabajo que es de 700 mg/L de moringa de semilla tipo 0 a tres diferentes turbiedades iniciales, se comparó con otras publicaciones. (Que por el porcentaje de proteína contenido en esta semilla en particular, la dosis protéica es aproximadamente 180 mg/L) Mientras que Ndabigengesere y *col.* (1995) reportaron una dosis óptima de concentración de moringa de 500 mg/L, otro estudio realizado por Mas y Rubí y *col.* (2011) reporta una dosis óptima de 480 mg/L para aguas con características similares en cuanto a turbiedad. La diferencia de este trabajo con los comparados (aproximadamente del 28%) se puede deber a las características del agua residual y a las características de las semillas probadas, pues como se observa en la tabla A. 1. El aporte protéico de cada tipo de semilla es diferente.

Para conocer la efectividad del coagulante natural a diferentes valores de turbiedad iniciales del agua residual cruda, se llevaron a cabo 4 diluciones con agua destilada para cada experimento que consistieron en las siguientes: 1:1, 1:2, 1:4 y 1:8 como se observa en la figura B. 3. Una vez hecho esto, se pesaron cantidades iguales de semilla de Moringa, igual a 0.7 gramos por cada vaso, y se vertieron al mismo tiempo en cada jarra siguiendo las mismas etapas de agitación descritas anteriormente.

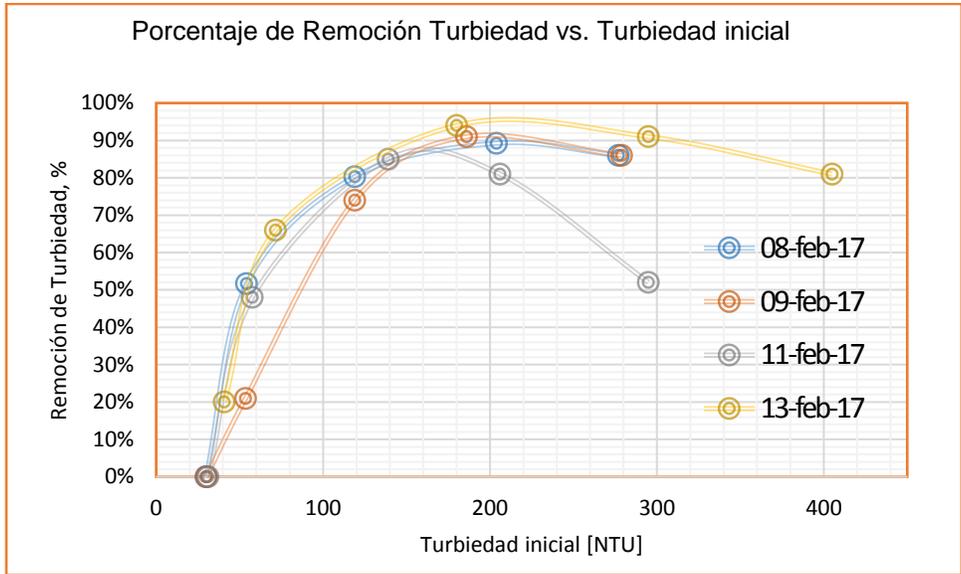


Figura B. 3. Efectividad de la remoción de la turbiedad del agua residual conforme aumenta la turbiedad inicial. Se realizaron 4 corridas en diferentes fechas, cada una, representada por una curva.

A medida que aumenta la turbiedad inicial, mayor será el efecto de la coagulación. La máxima efectividad lograda por el coagulante se da alrededor de las 150 NTU de la turbiedad inicial, la cual, se obtiene entre un 80 y 90% de remoción de turbiedad.

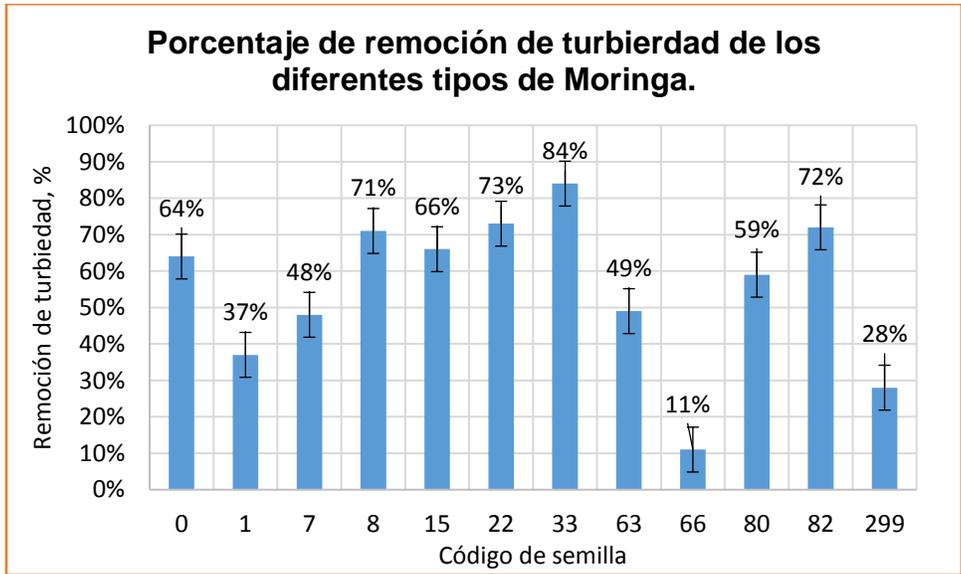


Figura B. 4. Desempeño de las 12 variedades de moringa probadas a To igual a 330 ± 9.6 NTU con una cantidad fija de 0.4 gramos (alrededor de la concentración óptima de proteína)

Se puede apreciar en la Figura B. 4 que el efecto de coagulación de las semillas tiende a aumentar conforme crece el contenido de proteína de estas.

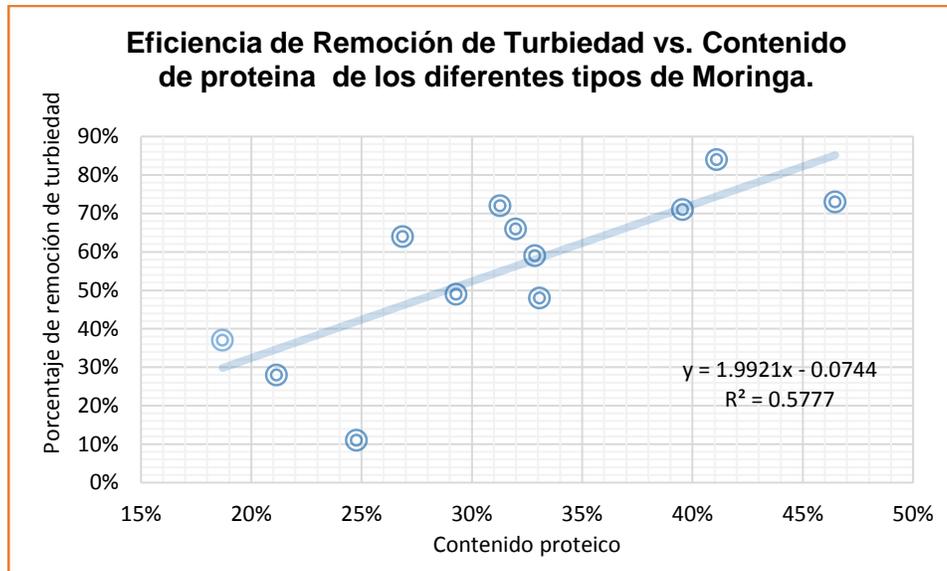


Figura B. 5. Correlación de dependencia de la eficiencia de remoción de la turbiedad y el contenido proteico de cada variedad de semilla de Moringa.

En la Figura B. 5. se muestra el contenido de proteína de un lote de semillas de Moringa oleífera obtenida de algunas regiones particulares del continente de América (específicamente, México) cuyo promedio de contenido de proteína fue de 29.7% con una eficiencia de remoción promedio del 58.7% de 6 tipos de Moringa oleífera de diferente locación, mientras que en África se analizaron 4 lotes de diferentes lugares, (Madagascar, Islas de la Reunión y Kenia) obteniendo un contenido de proteína promedio muy similar al grupo anterior de 29% con un desempeño de remoción de turbiedad de 55.7% y finalmente de continente asiático (India y Pakistán) se obtuvo un promedio de contenido proteico de 31% con eficiencia de remoción de turbidez de 41%. De esta manera, obteniendo una concentración de proteína promedio global del $31 \pm 8\%$ en comparación con otros autores que reportan 38.4% y 37% (Martha *et al.*, 2014; Ndabigengesere & Subba Narasiah 1998) respectivamente. En tanto que del porcentaje de remoción de turbiedad se obtuvo un valor igual a $55 \pm 21\%$, valor bajo en contraste con lo que reporten algunos autores de 82%(Kumar *et al.*, n.d.). Es una diferencia significativa, pues a pesar de contar con algunos resultados promedio entre el 85 y el 70% para algunos tipos de moringa probados, se obtuvieron desempeños mucho menores del 11 o 28%.

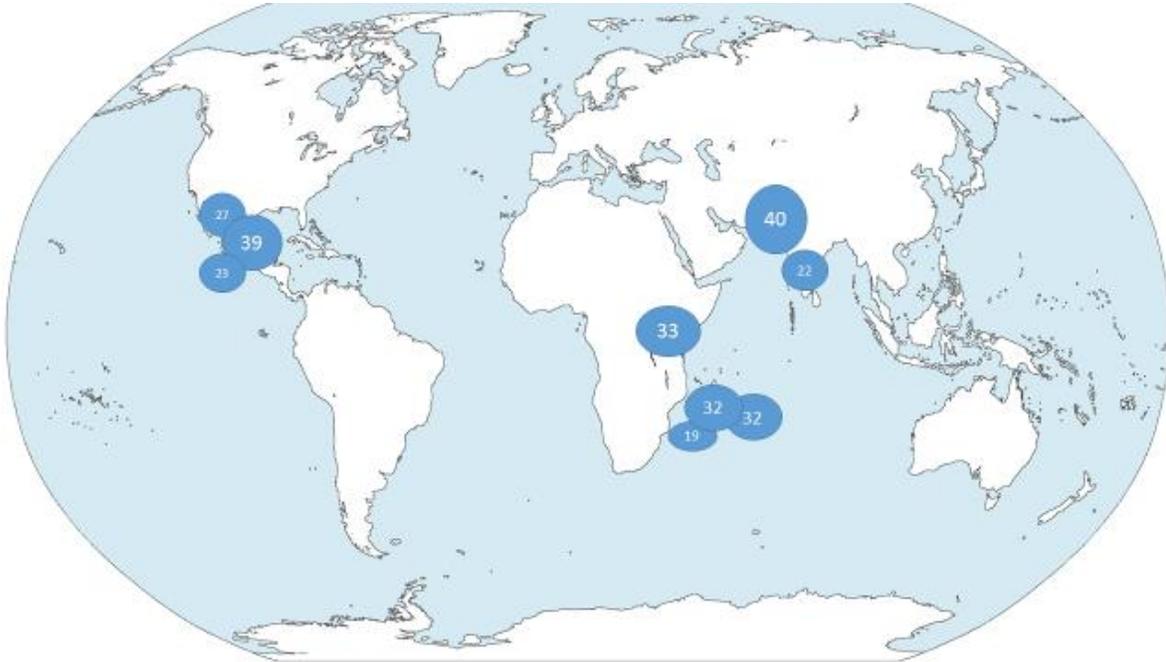


Figura B. 6. Porcentaje de contenido de proteína de semillas de *Moringa oleifera* de ciertas regiones del mundo.

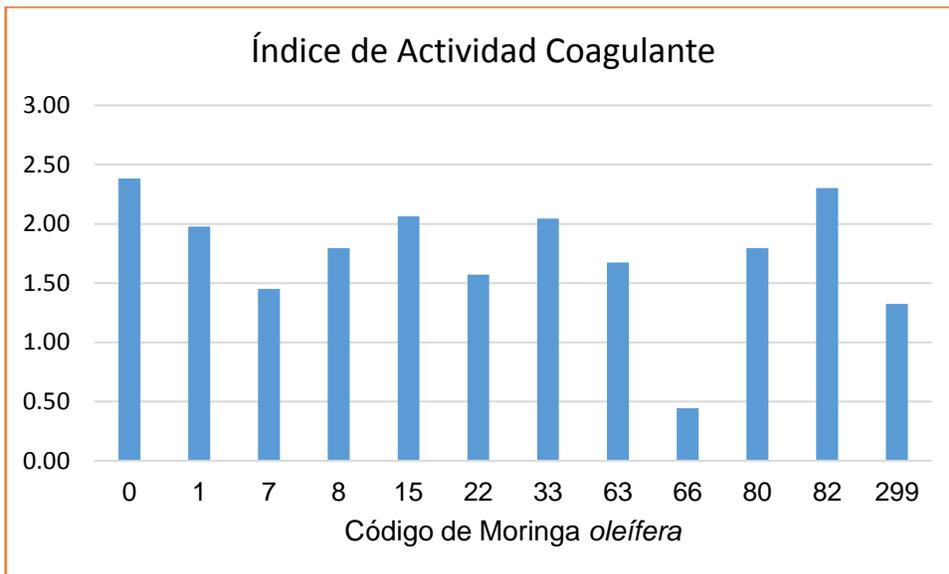


Figura B. 7. Relación Eficiencia de Remoción de Turbiedad entre Concentración de *Moringa oleifera* por código de moringa.

Finalmente, en la figura B. 7 se muestra el IAC. Esta pretende revelar el tipo de semilla que obtuvo una mayor actividad con respecto a las otras, ya que a mayor relación, mayor es la actividad de la proteína, siendo estas las que tendrían un mayor potencial para llevar a cabo un tratamiento de agua residual.

Anexo C. Determinación de tamaño de poro de telas tejidas de multifilamento

Para la determinación del tamaño de poro de las telas se recurrió un programa de procesamiento y análisis de imágenes de código abierto conocido como *ImageJ*, junto con la ayuda de un complemento o *plug-in* gratuito y descargable de internet cuyo nombre es *DiameterJ*, que se especializa en imágenes de fibras y filamentos, desarrollado y validado por el Instituto Nacional de Estándares y Tecnología (NIST, por su siglas en inglés) y cuyo autor es Hotaling Nathan (Hotaling *et al.*, 2015)

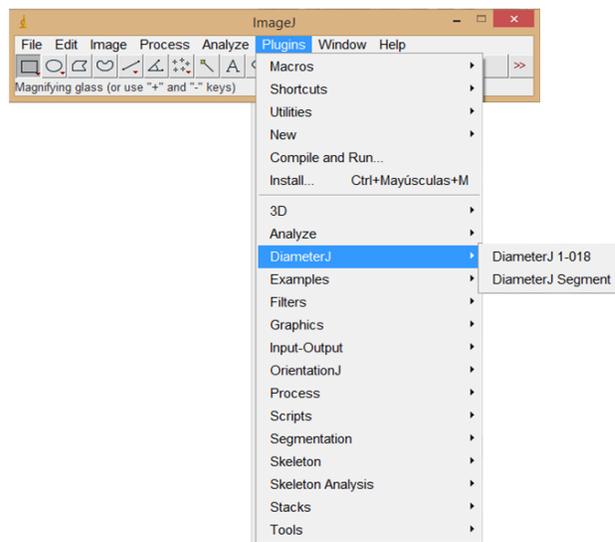


Figura C. 1. Programa de procesamiento de imágenes de microscopía *ImageJ* mostrando el complemento empleado, *DiameterJ*.

La información que brinda este programa es amplia y está contenida en carpetas por separado, las cuales dan información detallada acerca de: Longitud de fibra, Orientación de esta, área de fibra y análisis de poro. Para el propósito de este trabajo únicamente se trabajó con los resultados del análisis de poro.

Para la determinación del tamaño de poro de los textiles en general (tejidos o no tejidos) se segmentaron las imágenes de microscopía sin necesidad de hacer alguna modificación a las imágenes originales llevando a cabo el siguiente algoritmo cuya representación simplificada se puede apreciar en la Figura C. 2. Para mayor detalle consultar página web del autor: <https://sites.google.com/site/diameterj/resources/installation>

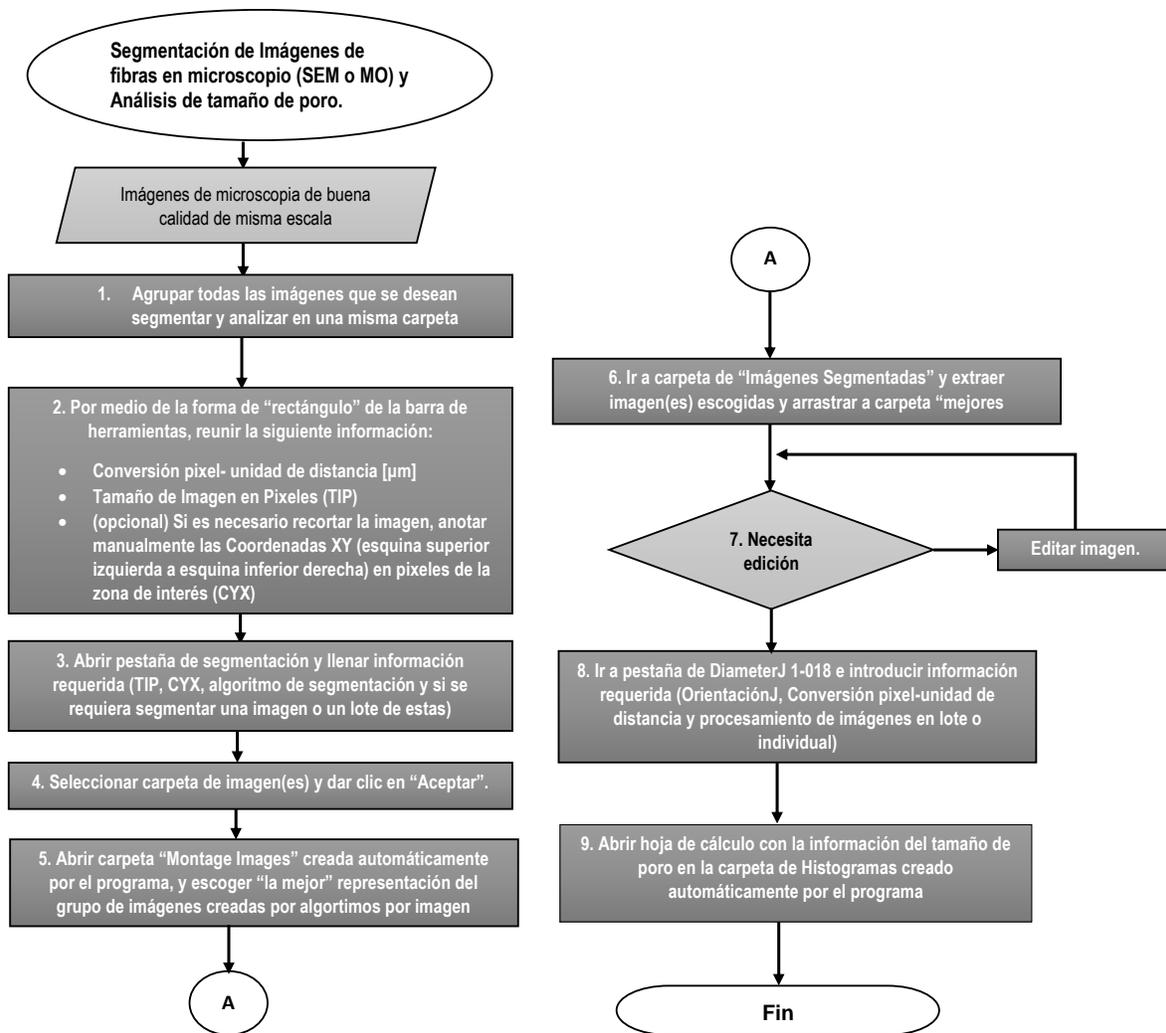


Figura C. 2. Esquema sintetizado del proceso de segmentación y análisis de tamaño de poro de textiles tejidos o no tejidos.

Se define como **Segmentación de imagen** al proceso de conversión de una imagen a una representación binaria, en donde los píxeles blancos representan las fibras de la imagen original y los píxeles negros representan el fondo o los poros.

Uno de los requerimientos de los algoritmos de *DiameterJ*, una vez obtenidas las imágenes digitales, es analizar imágenes de 8-bits (imágenes en blanco y negro) de cualquier resolución usando una computadora de escritorio y formato *.tiff*. El formato original de las imágenes obtenidas fue *.bmp* (mapa de bits). El procesamiento de las imágenes se realizó en una computadora HP EliteOne 800 (Windows 8, 8GB de memoria RAM, Intel i5-4750S 2.9 GHz).

Para esclarecer cada paso del procedimiento de la figura C. 2 se tomó una imagen digital de una muestra de la tela de poliéster 65 ya recubierta con oro a manera de ejemplo, como se demuestra a continuación:

Nota: Para el análisis de varias imágenes en lote, se sugiere agruparlas todas en una carpeta. Es importante que todas tengan la misma conversión de escala, en cuyo caso la figura C. 3 es de 100 micras por cada 55 pixeles como se explica más adelante. Si este no es el caso, es recomendable clasificar las imágenes por aumento (en la presente obra se trabajó con 40x ,50x con la finalidad de obtener una mayor cantidad de poros a analizar por imagen, y en algunos casos con 100x con el microscopio óptico). Una vez hecho esto, y habiendo instalado *ImageJ* (disponible para su descarga en: <https://imagej.nih.gov/ij/download.html>) y el complemento *DiameterJ* (disponible para su instalación en: http://fiji.sc/DiameterJ#Download_Link) esté habilitado, se empezó con el paso 1 que se menciona a continuación:

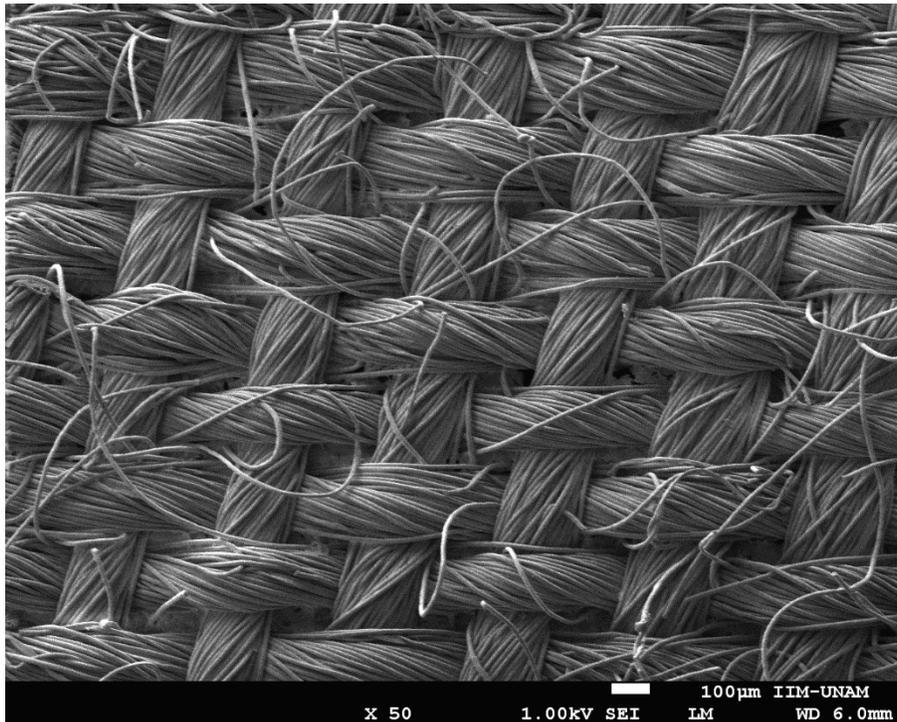


Figura C. 3. Imagen digital tomada en SEM de tela tipo poliéster 65 con metadatos en la parte inferior de la imagen a 50x, 1 kV y una distancia de trabajo de 6 mm

1. Se creó una carpeta llamada “C” en donde se almacenó la imagen de la Figura C. 3 (si se requirió segmentar más de una imagen de la misma tela se agruparon estas en una misma carpeta nueva).
2. Fijar escala: Se inició el programa y se abrió la imagen (sólo una de en caso de tener un conjunto de imágenes en carpeta a analizar) Como el programa hace el procesamiento de las imágenes por pixeles, para la interpretación, se necesitó hacer la conversión de

pixeles a unidades de distancia, lo cual se tuvo que hacer manualmente con ayuda de los siguientes elementos mostrados en la Figura C. 4: 1) la forma “rectángulo”, primera figura de izquierda a derecha de la barra de herramientas, 2) barra de escala, 3) los valores de x , y y w que son las coordenadas de la posición de la esquina inferior derecha de la figura del rectángulo y 4) información del tamaño original de la imagen mostrada en pixeles. Entonces:

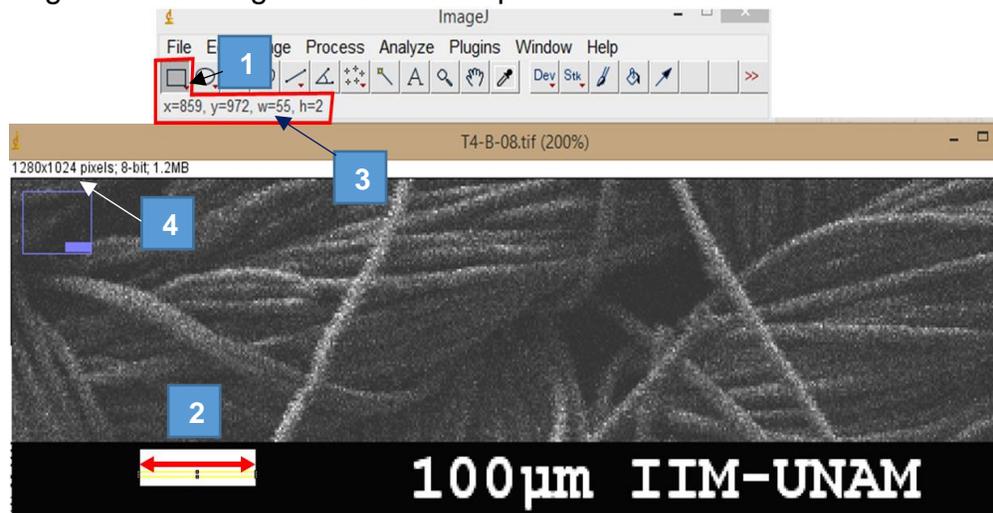


Figura C. 4. Imagen original a 200% de aumento en el umbral de la muestra de tela y la escala. Cuadro 1 Herramienta “Rectángulo”. Cuadro 2 barra de escala mostrando su ancho con línea de doble cabeza. Cuadro 3 Ancho (width) del rectángulo sobre la barra de escala. Cuadro 4 Tamaño total de la imagen en pixeles.

Primero, seleccionando la figura del “rectángulo” se hizo clic en un extremo lateral de la barra de escala y se arrastró manteniendo presionado el botón izquierdo del ratón hasta el extremo opuesto de la barra (línea roja ficticia con doble flechas debajo del número 2) y sin dejar de presionar el botón, se observó el valor de la w (*width*, que quiere decir ancho, señalado con el número 3) y se anotó dicho valor, que en este caso es de 55 (que quiere decir 55 pixeles de ancho, entonces 55 pixeles equivalen a 100 micras). Igualmente, se anotó el tamaño de la imagen en pixeles ubicado en la parte superior izquierda de la imagen señalado por el número 4. Y una vez más, con ayuda del rectángulo, se trazó uno desde el punto superior izquierdo (en donde x y y tienen un valor igual a cero por defecto) y manteniendo presionado el botón izquierdo del ratón, se arrastró el cuadro hasta el extremo opuesto de la imagen que se desea recortar, que en este caso fue la frontera de la imagen con la barra negra de los metadatos y anotar los valores de x y y .

3. Segmentación de imagen: Se abrió el complemento ubicado en la pestaña de “*Plugins*” y a continuación, se seleccionó la opción “*Diameter J Segment*”, tal como se observa en la Figura C. 1

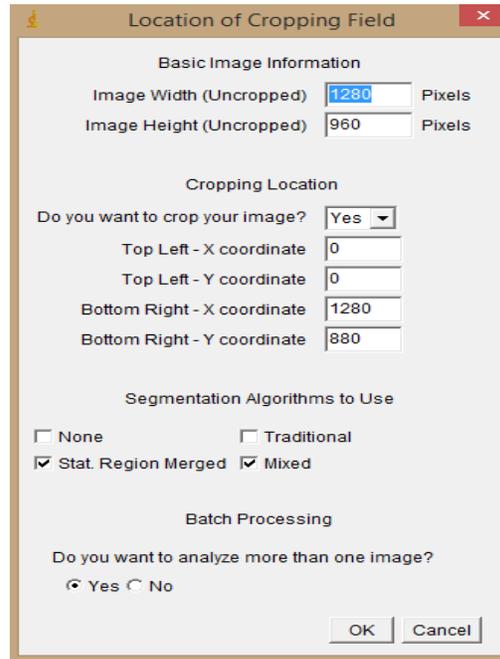


Figura C. 5. Cuadro de segmentación de imagen compuesta del tamaño de imagen en la parte superior, el corte de la(s) imagen(es) a segmentar y los algoritmos que se desean utilizar en la parte de en medio y, el procesamiento de lotes en la parte inferior.

4. Segmentación de imagen: Se llenó el cuadro emergente de la Figura C. 5 con la información obtenida del paso número 1. En la primera sección de arriba a abajo se completó con la información del tamaño total de la imagen original. En el siguiente paso, se especifica la zona de interés que se analizó en pixeles, como si fuera un rectángulo: en donde el extremo superior izquierdo de la imagen corresponde al origen, o sea, donde las dos coordenadas (x,y) valen 0 y hasta el extremo inferior derecho que se pretende recortar, el cual, siempre va a ser menor o igual al tamaño de la imagen original. El siguiente requerimiento fue la especificación del algoritmo a utilizar, el cual, da la opción de utilizar más de uno o ninguno si se selecciona “None” si no se desea segmentar por el momento. En este trabajo se utilizaron dos algoritmos seleccionados por defecto, los cuales fueron “Stat. Region Merged” y “Mixed”. Y por último se especifica si se tiene una serie de imágenes a segmentar (Yes) o solo una (No) para luego, seleccionar la carpeta en donde se encuentra(n) dicho(s) objeto(s) de estudio.

5. Se verificó que los datos solicitados fueran los correctos para luego dar clic en “ok” y se esperó a que el ordenador ejecutara los comandos.

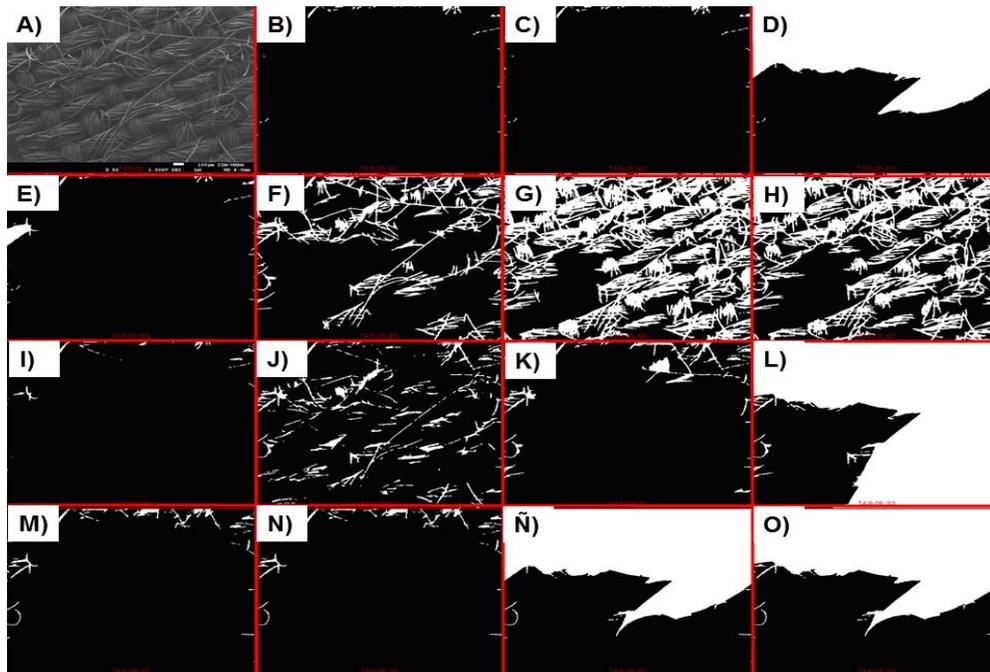


Figura C. 6. Conjunto de imágenes segmentadas por los algoritmos y la combinación de estos a partir de la imagen original, inciso A. En este caso se escogió la imagen segmentada del inciso G para proceder a su edición manual.

6. Selección de imagen(es) segmentada(s): Se crearon tres carpetas automáticamente dentro de la carpeta “C” cuyos nombres fueron: “*Best Segmentation*”, “*Montage Images*” y “*Segmented Images*”. Posteriormente, dentro de “*Montage Images*” se presentó un arreglo de imágenes como las de la Figura C. 6 (8 por cada algoritmo escogido). A continuación, se seleccionó la imagen que a mera percepción personal, representara de “mejor” manera a la, la cual fue G. Así que se buscó y se extrajo de la carpeta “*Segmented Images*” para colocarla en la carpeta (originalmente vacía) “*Best Segmentation*” (se repite este paso por cada imagen dentro de Carpeta C).
7. Edición de imagen(es): Frecuentemente ninguna de las 24 segmentaciones creadas por los 3 algoritmos provistos en DiameterJ van a ser una adecuada representación de la original. Por lo tanto, se llevó a cabo la edición manual de la segmentación G.

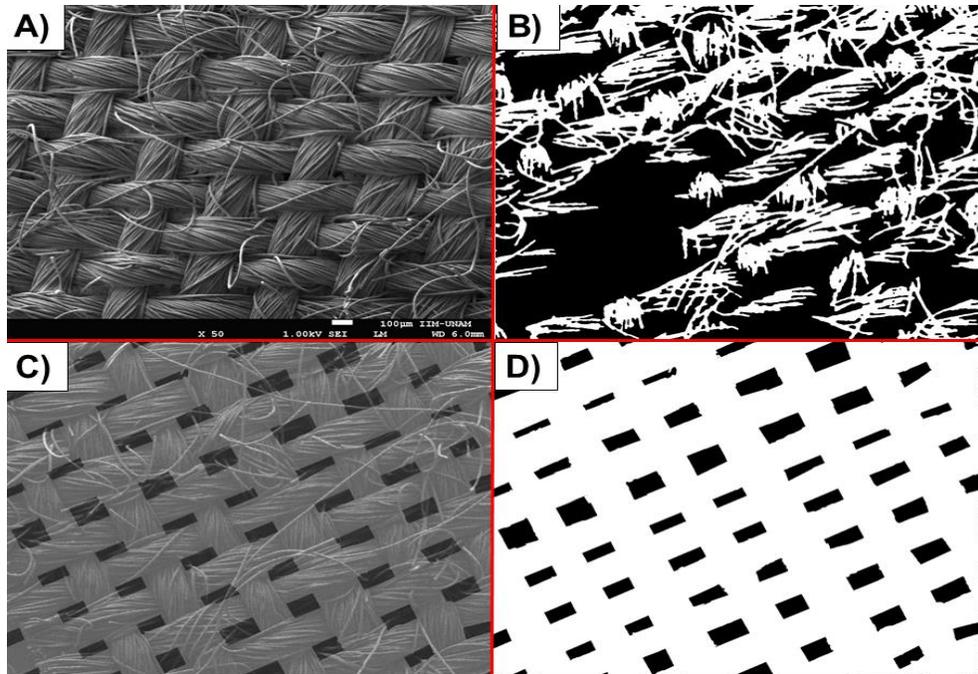


Figura C. 7. Etapas de segmentación de inicio a fin. A) Imagen original, B) Mejor resultado de segmentación proporcionado por DiameterJ, c) Edición final de segmentación, superponiendo la imagen original sobre la segmentada d) Imagen segmentada adecuada para análisis de tamaño de poro entre otras.

Aunque a veces no se haya logrado una adecuada segmentación, debido a diversos factores, llevar a cabo la edición a partir del mejor resultado producido por el programa ahorra mucho tiempo. Sin embargo, existen dos opciones más que no se exploraron ya que se pensaba que estas requerirían de más tiempo y habilidades de programación:

1. Usar algún otro algoritmo de segmentación incluido en *ImageJ*, o buscar otro complemento y segmentar independientemente de DiameterJ
2. Desarrollar un nuevo algoritmo de segmentación.

Las cuales, serían de gran interés para el desarrollo e innovación de programas de caracterización de telas complejas como aquellas de multifilamentos y/o no tejidas que podrían ser aplicadas en la tecnología de membranas de filtración.

Para la edición de la “mejor” imagen segmentada, seleccionar y abrir dicha imagen y adicionalmente la imagen original desde el programa *ImageJ* por medio de la barra de herramientas: File→Open→ [Buscar y seleccionar imagen] y como lo describe la

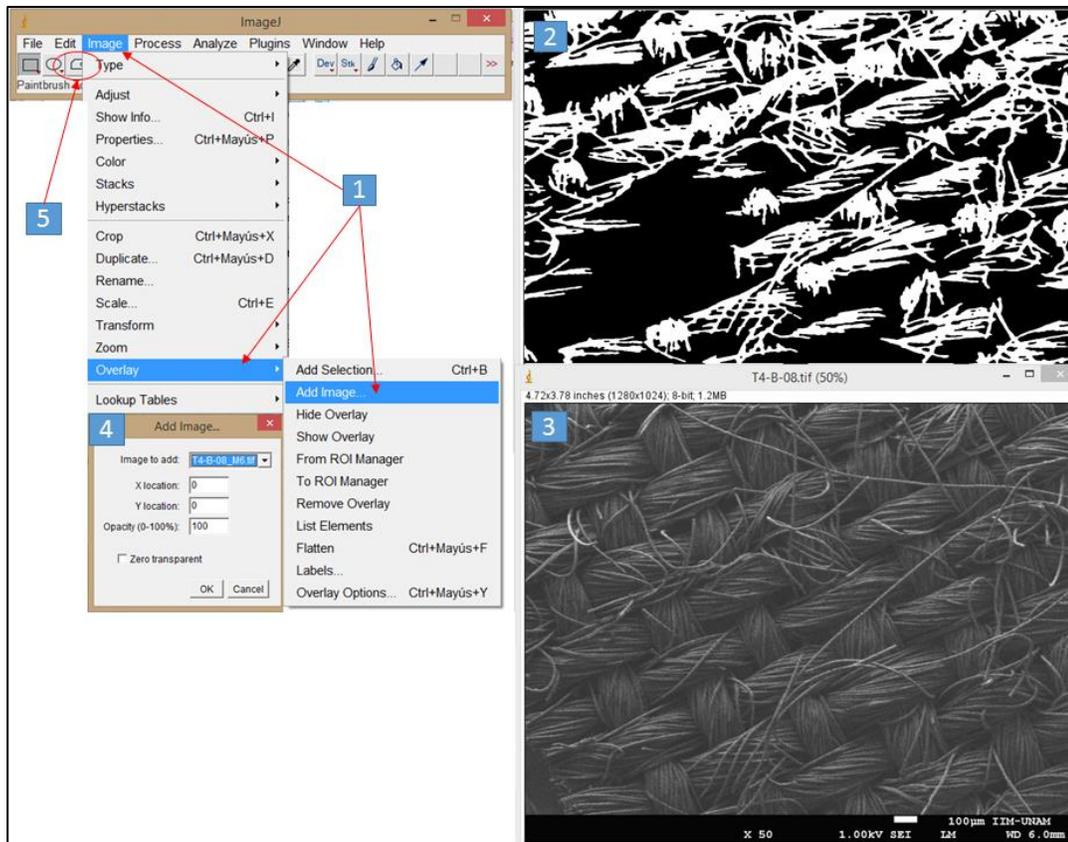


Figura C. 8. Proceso de edición de imagen segmentada parte 1. Mediante el uso de la barra de herramientas (1), se sobrepone la imagen original (3) sobre la segmentada sujeta a edición (2). Se modifica la opacidad (4) y, haciendo uso de la figura del polígono (5) se van llenando los espacios en blanco para completar fibras o negro para definir poros, dependiendo de la circunstancia.

Figura C. 8a en el punto número 1: Hacer clic en Image → Overlay → Add Image → [Seleccionar la imagen original] denotada con el número 3 y se trabajó con una opacidad entre 50 y 90% dependiendo del contraste y brillo de la imagen. Por ejemplo, la imagen C de la figura C. 7 se eligió una opacidad del 80%.

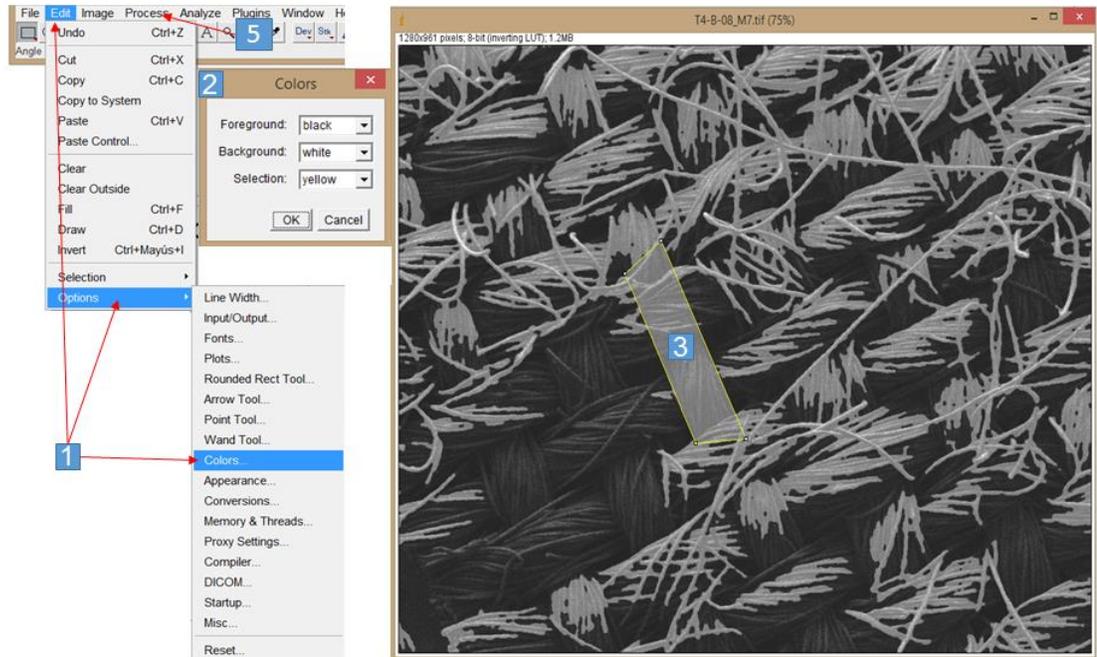


Figura C. 9. Proceso de edición de imagen segmentada- parte2. 1). Se selecciona el color que se vaya utilizar para completar las fibras (3) como primer plano (2) (color blanco) o poros (color negro).

Una vez hecho lo anterior, se empleó el cuadro del polígono (señalizado por el número 5 de la Figura C. 8). Se dio clic en la pestaña Edit → Options → Colors puntualizado por el número 1 de la Figura C. 9 y se seleccionó el color que se iba a utilizar de la ventana emergente (número 2); blanco para completar las fibras o negro para los poros como se ilustra con el número 3. Después de estar satisfecho con la edición, ejemplificada por la Figura C. 7 inciso C, se removió la imagen sobrepuesta del mismo modo que se puso, siguiendo la ruta del número 1 de la figura C. 8 hasta Overlay → Remove Overlay. Y finalmente, para cerciorarse de que no se haya dejado inintencionalmente algún objeto extraño no visible a simple vista, fue de suma importancia asegurarse de que la imagen sea binaria, esto es, que sólo contenga pixeles blancos y negros yendo a la pestaña Process, señalado por el número 5 de la Figura C. 9, luego se hizo clic en la opción Binary → Make Binary. De lo contrario, es posible que el programa detecte un error y en consecuencia no se determine la distribución de tamaño de poro.

Nota: No es necesario tomar en cuenta todas y cada una de las fibras para obtener una adecuada representación del textil ya que esto requeriría mucho tiempo y una gran cantidad de trabajo, ya que si se observa cuidadosamente la figura C. 3, se notará que existen espacios muy pequeños entre las fibras que conforman los hilos de la tela por los cuales podría pasar el filtrado del agua además de algunas fibras sueltas

en medio de los poros más grandes o entre los espacios inter-hilo. Sin embargo, se tomó la decisión de simplificar la segmentación tomando en cuenta sólo las fibras que conforman el hilo y se descartó todo lo demás. Análogamente, se tomaron las fibras que se consideraban “más importantes” de las telas no tejidas del Anexo D aunque con un mayor grado de exigencia debido a que el propósito era diferenciarlas entre sí. Por lo tanto, esto depende del criterio subjetivo del usuario y, dado el objetivo de la investigación será el grado de exigencia de la edición de las imágenes de microscopía.

8. Análisis estadístico de tamaño de poro: Posteriormente a la segmentación, se ocupará la segunda parte del complemento de *DiameterJ* en Diameter 1-018, como se observa en la figura C. 1.

Observando de arriba abajo la Figura C. 9, el programa despliega una serie de información que necesita ser especificada. En primer lugar, en el cuadro 1 se presenta el análisis de Orientación de poros, y dado que no se necesitaron los resultados de la orientación, se seleccionó la opción de “None” por medio de la flecha negra que apunta hacia abajo o simplemente se puede dejarlo como esta. En el cuadro 2 está sección de cambio automático de unidades, las cuales se obtuvieron del paso número dos, por lo que se seleccionó que sí se quiere hacer el cambio automático y a continuación se escribe la conversión pixel-unidades de distancia, en este caso, micras. Después, se hizo caso omiso a la identificación de la localización de un radio específico del cuadro 3 ya que no era relevante para el objeto de estudio de esta investigación. Y finalmente, en la siguiente sección de procesamiento de lotes del número 4 se especificó que se desea analizar un lote de unidades y que no se combinen los resultados de los análisis de todas las imágenes ya que el autor del complemento recomienda analizar exclusivamente los poros por separado, como se menciona más adelante. Finalmente se dio clic en Ok y se esperó hasta terminar el procesamiento de las imágenes por el programa.

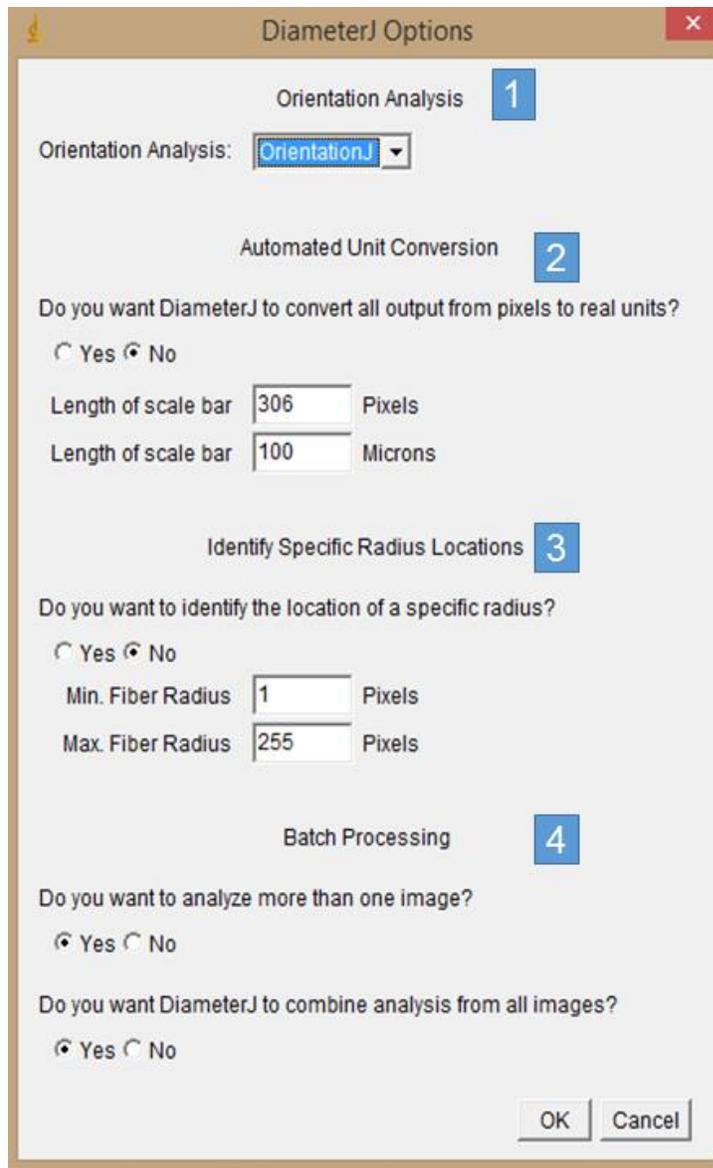


Figura C. 10. Complemento *DiameterJ 1-018*, la cual se encarga de hacer los análisis estadísticos y recopilar toda la información en hojas de cálculo: 1 Análisis de orientación de poros, 2 Conversión automática de unidades, 3 Identificación de localización específica del radio de una fibra, 4 Procesamiento de datos.

9. Elaboración de histograma y análisis estadístico de tamaño de poro: Concluyendo con el último paso en el procedimiento de cálculo del tamaño de poro y su distribución, aparecieron 4 nuevas carpetas dentro de la carpeta “Best Segmentation” con los siguientes nombres en orden de aparición: “Combined Files”, “Diameter Analysis Images”, “Histograms” y “Summaries”. En primera instancia se revisó que las fibras, las líneas centrales (durante el procesamiento de las imágenes, el programa traza una líneas en el centro de cada fibra identificada a lo largo de ella hasta donde esta termina o hasta llegar a los límites de

la imagen, a esto se le llama líneas centrales), y los poros correspondan con las de la imagen original. Esto presente una gran ventaja ya que se puede observar con claridad la interpretación del programa de la realidad. De tal forma que se identifiquen aquellos poros o fibras defectuosas, productos de algún error en la edición o error del programa. Los cuales, pueden ser identificados y descartados fácilmente del análisis estadístico.

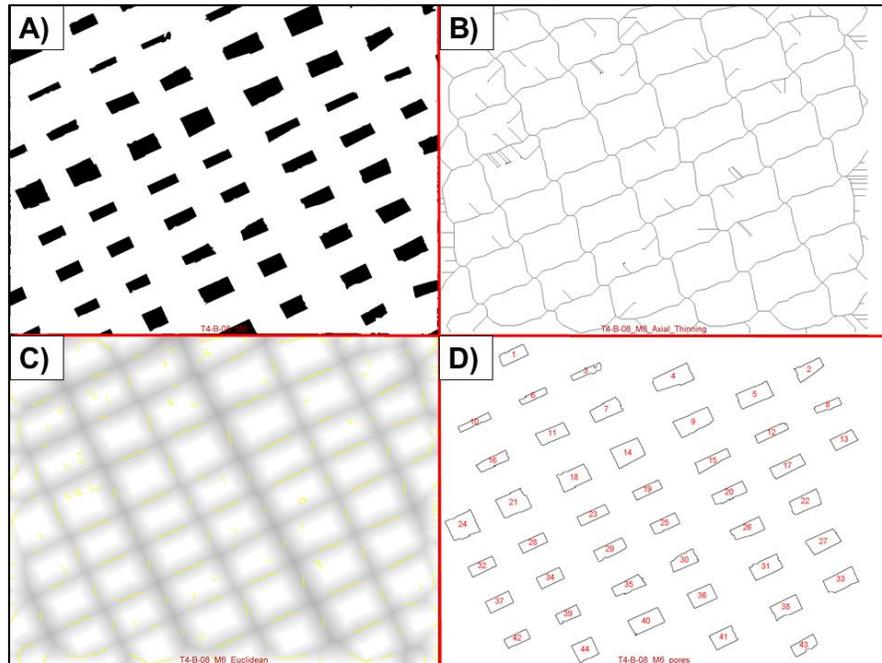


Figura C. 11. Procesamiento de imagen segmentada. El arreglo contiene 4 imágenes: A) Imagen de segmentación final, B) imagen con líneas centrales de las fibras, C) La capa sobrepuesta de la transformada de la distancia euclidiana de las fibras representadas con líneas amarillas y D) La representación gráfica del análisis de poro y los poros enumerados de arriba abajo.

Como se observa en la imagen C de la figura C. 11, las líneas amarillas encima de la transformada de distancia euclidiana representan la localización en las fibras donde el programa hace las mediciones de las fibras para obtener un promedio del radio es estas, por lo que es de destacar que en las intersecciones de fibras no se presentan líneas amarillas debido a las imprecisiones que presentan estas zonas.

Nota 1: A cada poro se le asigna un número para que sea fácilmente identificado y excluido del tratamiento de datos de forma manual e caso de que este poro no se aprecie en la imagen A de la figura C. 11.

Nota 2: Cabe señalar que el programa reconoce los poros que se encuentran en los márgenes de la imagen y los excluye, de tal manera que no los toma

en cuenta para el análisis estadístico riguroso que elabora para no alterar los resultados con mediciones de poros incompletos.

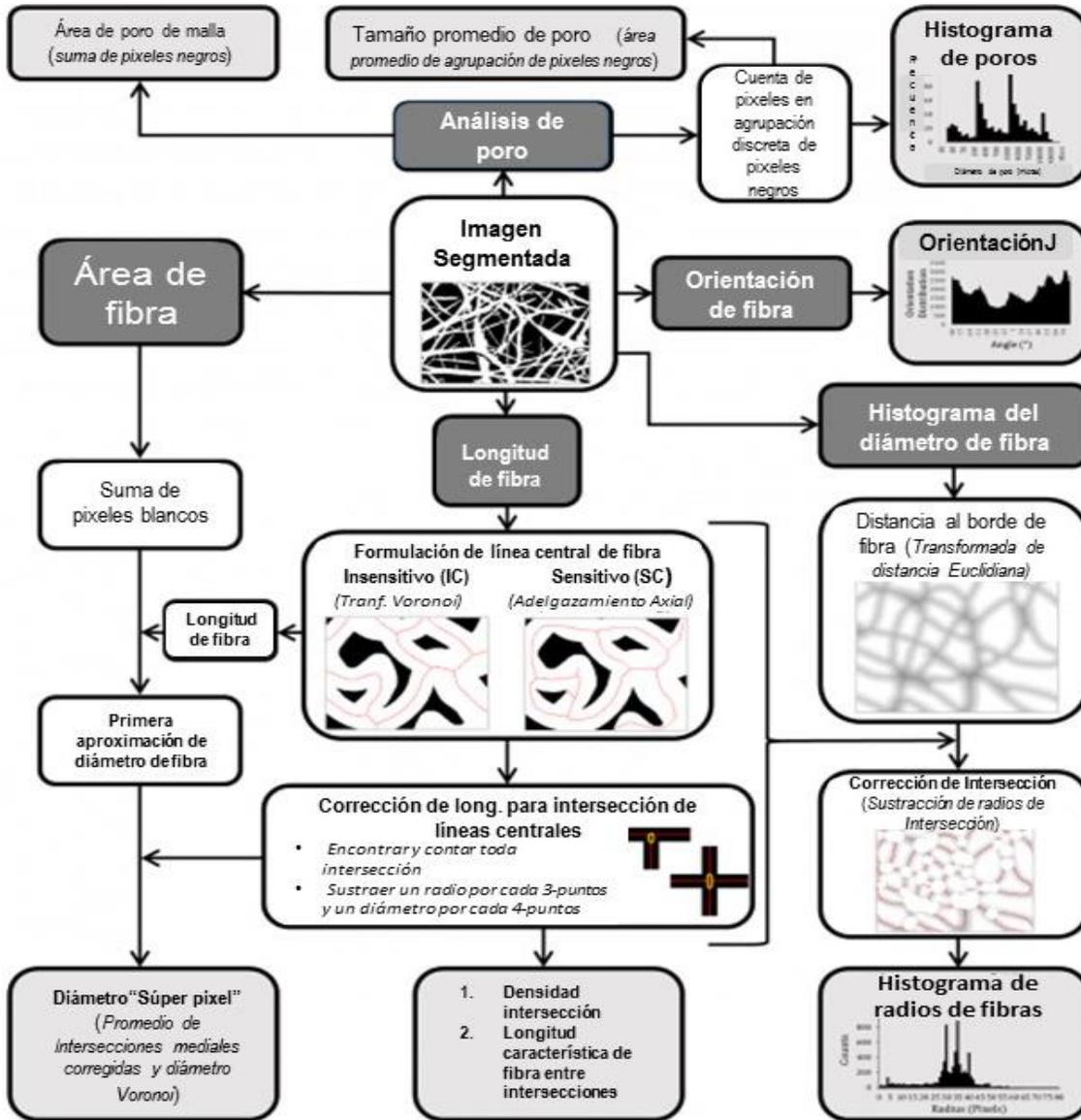


Figura C 12 Procesamiento de imágenes microscópicas de fibras y mallas mediante el uso del complemento o plug-in “Diameter J” (Hotaling *et al.*, 2015)

Si las fibras y poros parecían ser consistentes con la imagen segmentada, se procedió a abrir los resultados producidos por DiameterJ en la misma carpeta donde se ubican las “mejores segmentaciones”.

Posteriormente, se analizó la(s) imagen(es) segmentada(s). Conforme el programa procesó la(s) imagen(es), se obtuvo un conjunto de carpetas clasificadas como: Resumen total (promedio del diámetro de las fibras, promedio del área de los poros, porcentaje de porosidad, etc.), “Histogramas”, “Orientación de las fibras”, y “Combinación de los Resultados” de todas las imágenes procesadas, todas estas

desglosadas en la Figura C.11. Sin embargo, el único archivo con el que se trabajó de forma extensa fue con el denominado “Datos de poro” que se encuentra en la carpeta de “Histogramas”, ya que en este se encontraban los resultados de la medición del tamaño de todos los poros con su respectiva enumeración. Una vez abierto el archivo y guardado como hoja de cálculo, se eliminaron todos los poros que no correspondían con los provistos por la imagen segmentada

Por último, el programa entrega las mediciones de los poros en área [μm^2] por lo que se calculó un diámetro de círculo perfecto para todos y cada uno de los poros para facilitar el análisis estadístico como lo muestra la siguiente ecuación:

$$D = \sqrt{\frac{4 \cdot A}{\pi}} \quad \text{Ecuación C-1}$$

Y finalmente, se elaboró un histograma con diferentes números de clases o intervalos por cada imagen segmentada para conocer el comportamiento de la distribución de poros, se calculó la mediana, el promedio y su debida desviación estándar.

Posteriormente, en la etapa 1 se fijó un determinado flujo de succión del permeado y se midió la turbiedad de la suspensión de moringa denominada como “sobrenadante”, la turbiedad del filtrado y la diferencia de nivel del manómetro y el vaso periódicamente por media hora.

Anexo D. Caracterización de telas no tejidas.

Se caracterizaron seis rollos de tela industrial filtrante de dos materiales diferentes, tres de poliéster y tres de polipropileno. Cada material con tres tamaños de poro nominal distintos: de 25, 50 y 100 micrómetros. Sin embargo, estos rollos estaban en una bodega sin etiqueta distintiva y todos eran idénticos a simple vista. Por lo que no se sabía a cuál le correspondía qué material y tamaño de poro, así que se recurrió a dos técnicas de laboratorio realizadas en el Instituto de Física de la UNAM:

1. Espectroscopia Raman: para identificar estructura molecular y determinar el material de cada tela.
2. Determinación de tamaño de poro: Microscopia Electrónica de Barrido (SEM, por sus siglas en inglés, Scanning Electronic Microscopy) y complemento de herramienta de análisis digital: *DiameterJ* de *ImageJ*.

Espectroscopia Raman

La espectroscopia Raman provee información acerca de las vibraciones moleculares que puede ser usado para la identificación de muestras y su cuantificación. Esta técnica requiere incidir una fuente de luz monocromática (láser) sobre una muestra y detectar la luz dispersada. La mayoría de la luz dispersada es de la misma frecuencia que la fuente de excitación, conocida como dispersión de Rayleigh o dispersión elástica. Una pequeña parte de esa luz dispersada (alrededor de $10^{-5}\%$ de la luz incidida) cambia de frecuencia debido a las interacciones entre las ondas electromagnéticas y los niveles de energía de las moléculas de la muestra. Graficando de esta manera la intensidad de la luz alterada contra la frecuencia en un espectro Raman de la muestra. Generalmente, el espectro es graficado con respecto a la frecuencia de onda del láser tal que la banda Rayleigh queda a 0 cm^{-1} . En esta escala, la posición de las bandas estará en las frecuencias que corresponden a los niveles de energía de los diferentes grupos funcionales presentes en la muestra. (Yang & Akkus, n.d.; Zhou 2015)

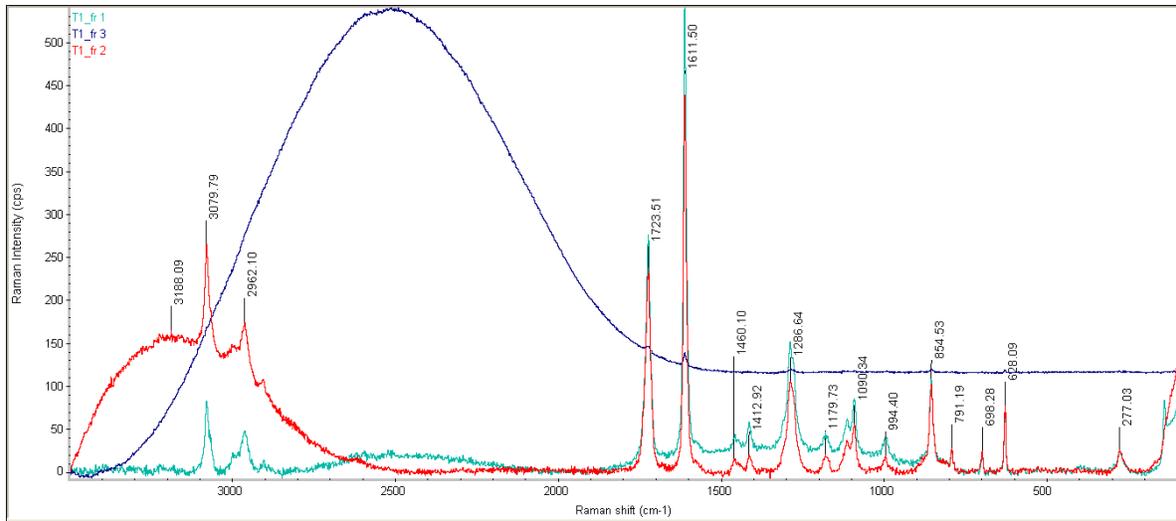


Figura D. 1. Espectros Raman de una muestra recortada de la "tela 1" con longitud de onda de láser de 532 nm. Cada espectro representa un punto diferente de muestreo denotados como "T1_fr1" en verde, "T1_fr2" en rojo y "T1_fr3" en azul.

En la figura D. 1 se aprecian dos crestas significativas en T1_fr2 y T1_fr3 debido a la interferencia de lectura producto de la fluorescencia intrínseca del material que no pudo ser atenuado hasta que se consiguió el espectro denominado como T1_fr1. Sin embargo se identificaron espectros con picos con altura similar y en la misma posición de frecuencia Raman (eje de las abscisas) en las telas 4 y 5 como se muestra en la Figura D. 2.

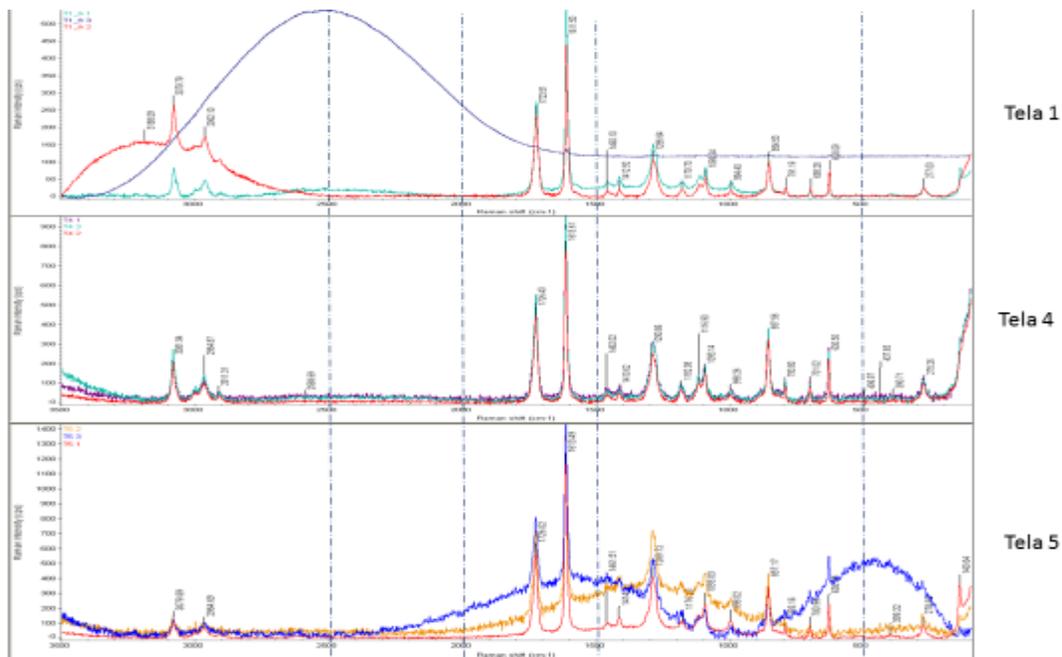


Figura D. 2. Espectrogramas Raman de las telas 1, 4 y 5. Las crestas de gran longitud se debieron a la interferencia por fluorescencia que no se pudo disminuir a pesar de los mecanismos de atenuación del microscopio.

Debido a la interferencia por fluorescencia del material, se cambió la longitud de onda de la fuente de luz emisora de 532 a 652 nm para los espectros de la tela 4 y 5, teniendo mejores resultados. Sorpresivamente los espectros de estas no cambiaron la forma de los espectros como se puede observar en la altura y en la frecuencia Raman de los picos. Por lo tanto se puede inferir que estos tres textiles están hechos del mismo material.

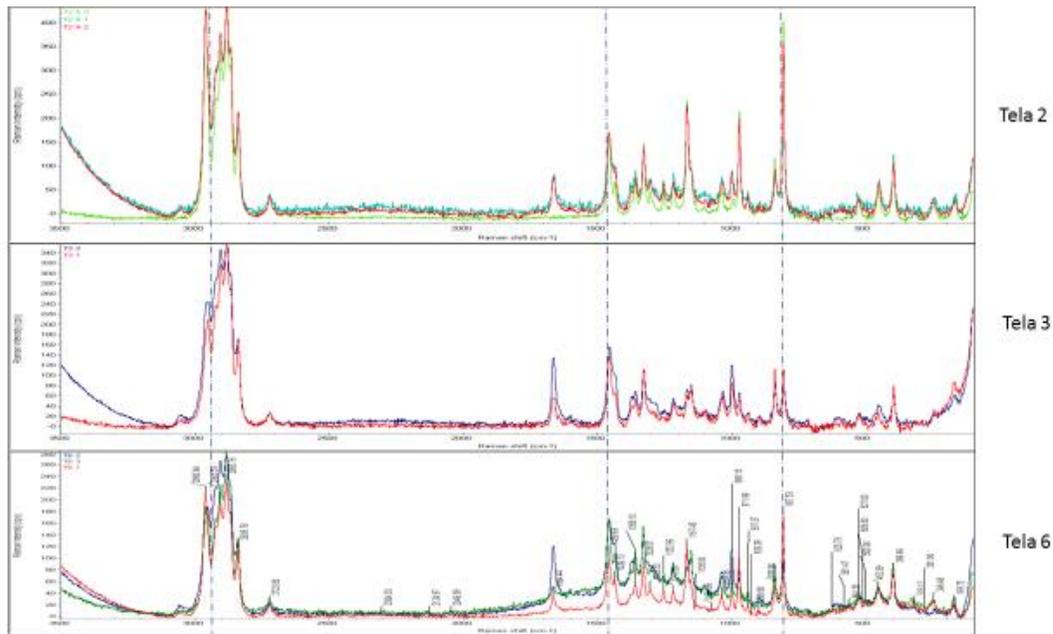


Figura D. 3. Espectros Raman de las telas 2, 3 y 6 tomadas a longitud de onda de láser de 633 nm.

De igual manera para la Figura D. 3 se puede deducir que todas estas están hechas de un solo material pues todos los espectros son muy similares entre sí.

Buscando en la literatura, y comparando los espectros obtenidos con los encontrados de referencia del poliéster y polipropileno, se determinó el material del cual estaban hechas cada una de las telas.

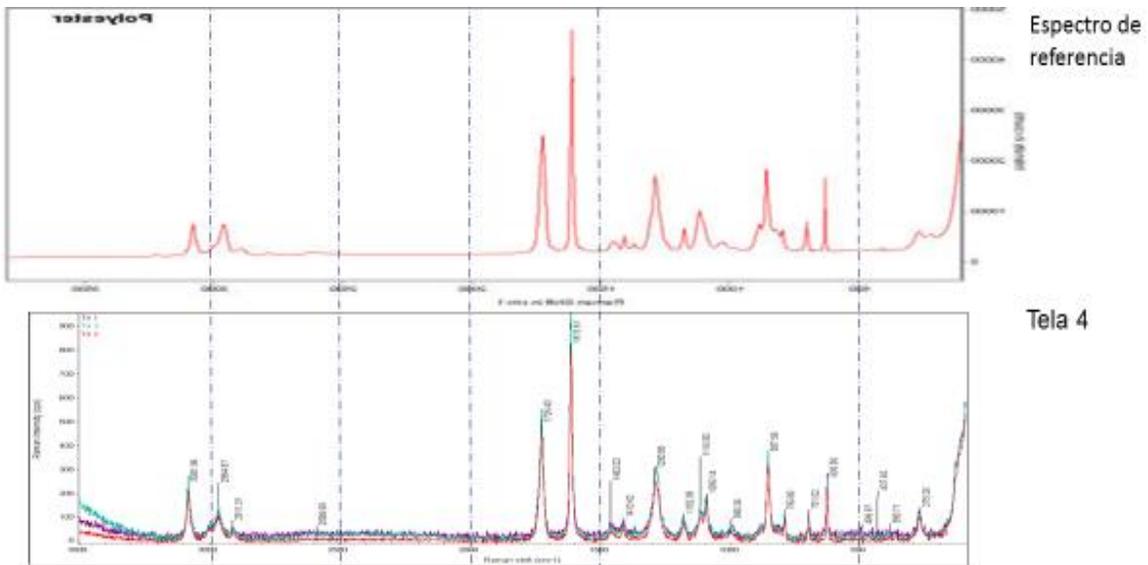


Figura D. 4. Comparación de espectro de referencia de poliéster (532 nm) (Bruker Nano Surfaces 2011) con los espectros tomados de la tela 4 (633 nm).

Dado que los resultados más representativos fueron de la tela 4 ya que esta fue la que presentó menores interferencias que las otras telas hechas del mismo material, esta fue la que se usó para comparación como se ilustra en la Figura D. 4. Como se puede apreciar, ambos espectros son muy similares a lo largo de la frecuencia Raman. Se usaron rayas interlineadas a lo largo de la escala como guías para mejorar la comparación.

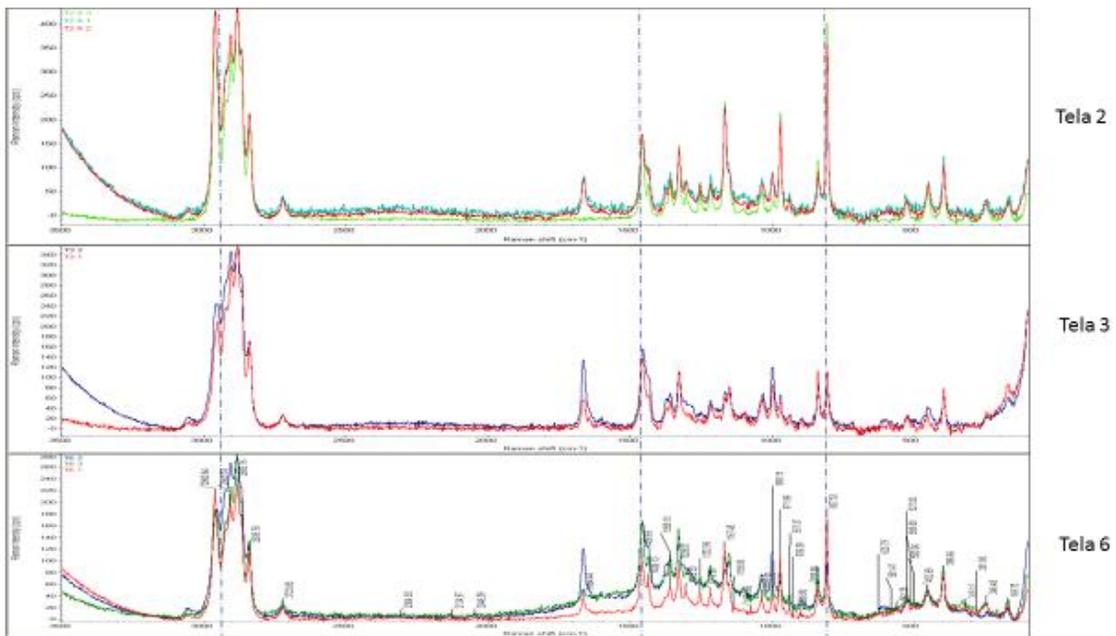


Figura D. 5. Espectros Raman realizados por triplicados en diferentes puntos de la misma muestra de las telas 2, 3 y 6 a longitud de onda de láser 633 nm.

Al igual que la Figura D. 3., en la Figura D. 5 se agruparon los espectros de las otras tres muestras de tela para observar las similitudes y diferencias que hay entre sí, de tal manera que se asume que estas tres telas están hechas del mismo material.

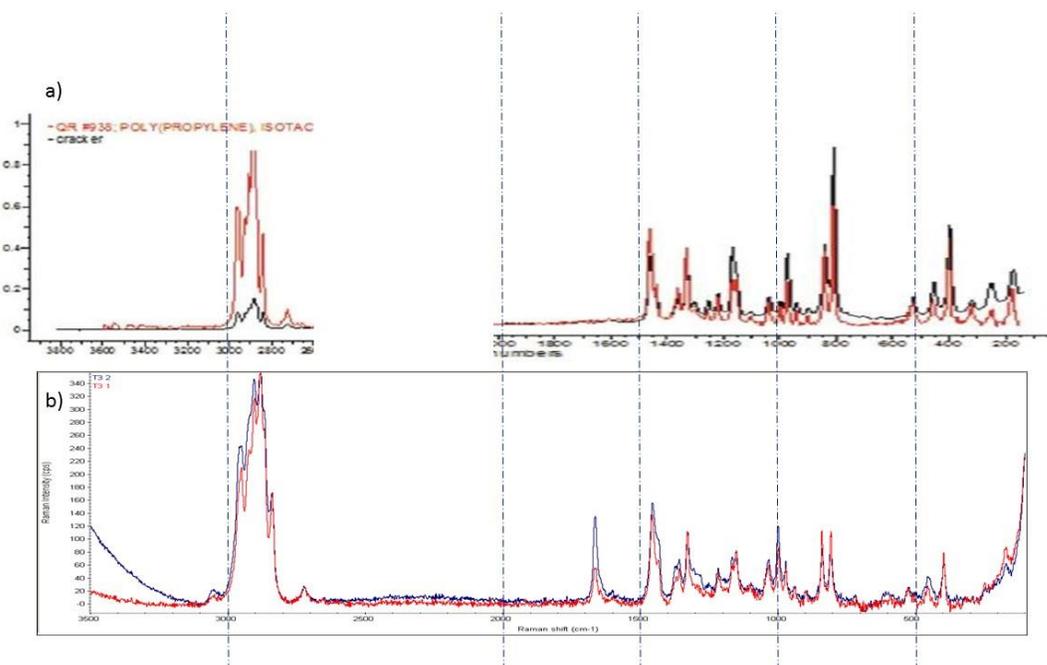


Figura D. 6. Comparación de espectros Raman de polipropileno (Bruker Nano Surfaces, 2011) con la tela 3. Se cortó espectrograma de referencia (inciso a) y se desplazó una parte a la izquierda para su mejor apreciación con el espectro de la tela 3 (inciso b).

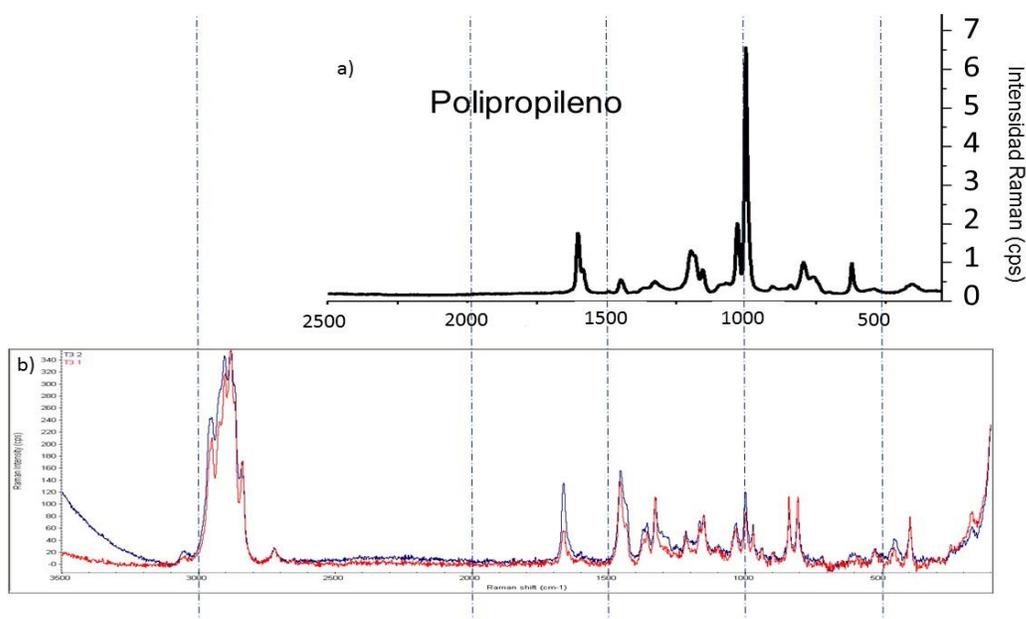


Figura D. 7. Comparación de espectro Raman de polipropileno según ASEQ instruments (inciso a) con el de la tela 3 (inciso b). El espectrograma a) iba de un rango de 0 a 2500 de

longitud de onda Raman [cm⁻¹] por lo que sólo sirvió de comparación en un limitado rango con respecto al inciso b) (ASEQ instruments, n.d.).

En la literatura se encontraron algunos espectrogramas para su comparación utilizando el espectro de la muestra de la tela 3. Se utilizaron ambos ya que existen pequeñas diferencias entre estos. Por ejemplo, el pequeño pico que aparecen en el intervalo de frecuencia 1500 a 2000 de la tela 3, no se presenta en la Figura D. 6 inciso a). En tanto que en la información que muestra la Figura D. 7 inciso a), esta sí se expresa claramente. Dado que las excitaciones reflejadas en los picos de cada espectro indican la presencia de ciertos grupos funcionales dentro de la estructura molecular de cada material, estas pequeñas diferencias pueden deberse a alguna diferencia en el proceso de creación de dicho material. De cualquier forma, se sabe que se adquirieron materiales sólo de poliéster y polipropileno, así que, debido a la seguridad que brindan los resultados de los espectrogramas de las figuras D. 3 y D. 4, se concluye que las telas 2, 3 y 6 están hechas de material de polipropileno mientras que las telas 1, 4 y 5 (ya sea por evidencia en las figuras D. 6 y D. 7 o por deducción) les corresponden el material de poliéster.

Microscopia electrónica de barrido (SEM, por sus siglas en inglés).

El microscopio electrónico de barrido usa un rayo de electrones de alta energía para generar toda una variedad de señales en la superficie de muestras sólidas. Las señales que derivan de las interacciones entre los electrones y la muestra revelan información acerca de la morfología externa o su textura, su composición química, y estructura cristalina y la orientación de los materiales que constituyen la muestra.

La preparación de las muestras puede ser mínima o elaborada para el análisis SEM, dependiendo de la naturaleza de las muestras y los datos requeridos. La mayoría de muestras aislantes de electricidad son recubiertas de una capa delgada de algún material conductor, comúnmente carbono, oro u otro metal o aleación. El material a escoger depende de la información que se quiere obtener, el carbono es preferible si lo que se desea es un análisis elemental, mientras que, recubiertas de metal son más efectivas para obtener imágenes de alta resolución. (Susan, n.d.)

Dado que las muestras a examinar eran aislantes de corriente eléctrica y lo que se deseaba era obtener imágenes de la más alta resolución posible, se recubrieron las muestras con una capa de oro antes de ser observadas bajo el microscopio de alto vacío.

Particularidades de las telas no tejidas

Se necesitaba examinar un conjunto de seis rollos de tela industrial no tejida para determinar el tamaño de poro de cada una de estas. Todas estas provenientes del mismo fabricante, Medio Filtrantes Industriales SA de CV con tres entramados distintos, dando lugar a tres tamaños de poro nominal de 25, 50 y 100 micrómetros según la información recibida por el fabricante. Sin embargo, debido a la falta de

uso, estos habían perdido su etiqueta para diferenciarlos entre sí. Y debido a que todos eran idénticos entre ellos mismos a simple vista, se prosiguió a hacer su debida caracterización mediante el empleo del SEM y al plug-in *DiameterJ* de *ImageJ*

Uno de los aspectos que caracterizan a las telas no tejidas es la alta dispersión de los datos a causa de la estructura y entramado aleatorio de las fibras. Dado el caso, se obtuvieron hasta tres imágenes de microscopía de bajo aumento (x40) por cada tela en diferentes puntos para incrementar el número poblacional de muestras (alrededor de 550 poros por imagen) en el análisis estadístico (entendiendo como “**poro**”, al espacio vacío delimitado por las varias intersecciones *inter-fibra* que se presentaron en las observaciones realizadas) de tal manera que se pudiera obtener una mayor representación de la realidad.

Análisis de tamaño de poro

En la sección 3.3.3 se describe de manera resumida el tratamiento de cada una de las imágenes de las telas tomadas en el SEM. Como se menciona en la metodología, la información que brinda el programa de procesamiento de imágenes microscópicas (*ImageJ*) sobre los objetos hechos de fibras es mucha. No obstante, sólo se enfocó en el análisis del tamaño de poro promedio y su distribución estadística valiéndose únicamente de la hoja de datos denominada “Histograma de poros” generado automáticamente después de la segmentación correcta de las imágenes digitales ya sea individual o por lotes, tal como se explica en Anexo C siendo el mismo procedimiento experimental pero con diferentes resultados de segmentación y tiempo de edición. De cualquier forma, se resumen algunas de las características adicionales en la tabla D. 1 tomados como elementos extra que podrían ser útiles para diferenciar una tela de otra en caso de que los resultados de la distribución de tamaño de poro fueran ambiguos o no fueran determinantes para la diferenciación de los textiles entre sí.

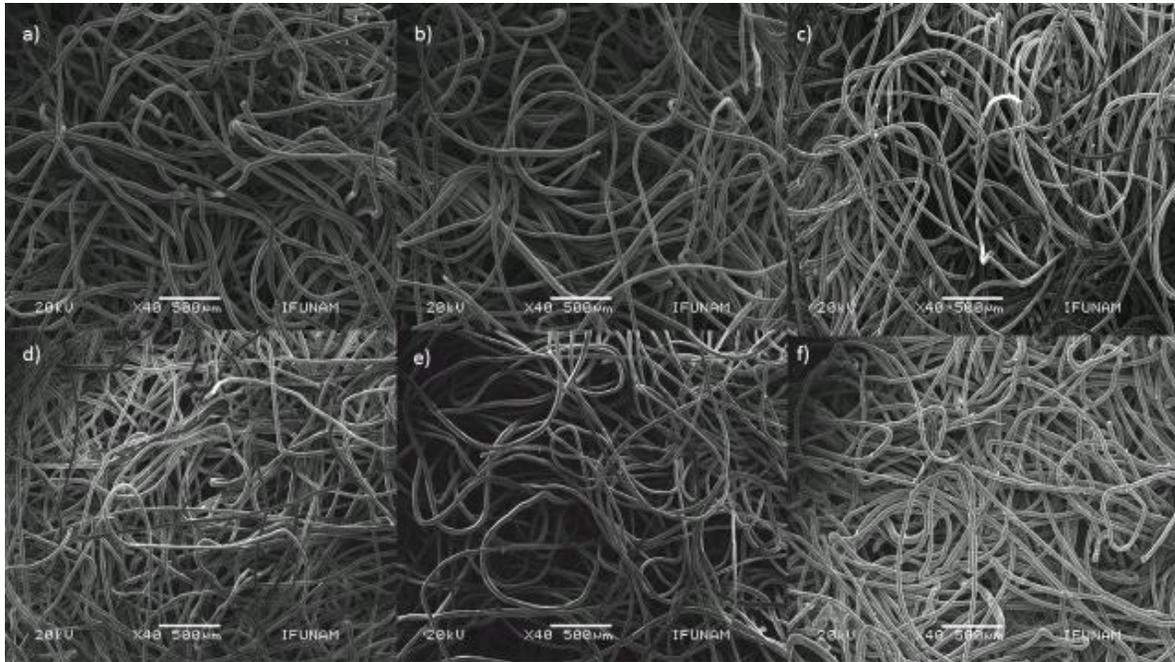


Figura D. 8. Imágenes de microscopía electrónica de barrido. Los incisos de a) a f) corresponden a un punto de las muestra de la tela 1 a la 6, respectivamente. Condiciones de trabajo para observación en SEM: 20 kV, 40x, distancia de trabajo entre 16 y 30 mm.

Para entender más la estructura y poder diferenciar las telas entre sí, se tomaron imágenes de las caras frontales y posteriores de las muestras preparadas ya que cada una presentaba distinta textura. La cara denominada como la “frontal”, al tacto se percibía “suave”, en tanto que la llamada cara “posterior” se percibía rugosa (Figura D. 8). Esta característica estuvo presente en todas las telas, aunque a percepción personal, algunas caras posteriores podrían percibirse más rugosas que otras. La razón de hacer esto fue de valerse de la mayor cantidad de información de las características de cada tela por si, en última instancia, esta podría ser la diferencia para identificar los textiles en cuanto al material del que pudieran estar hechas las fibras en caso de que los resultados de la espectroscopia Raman no fueran concluyentes.

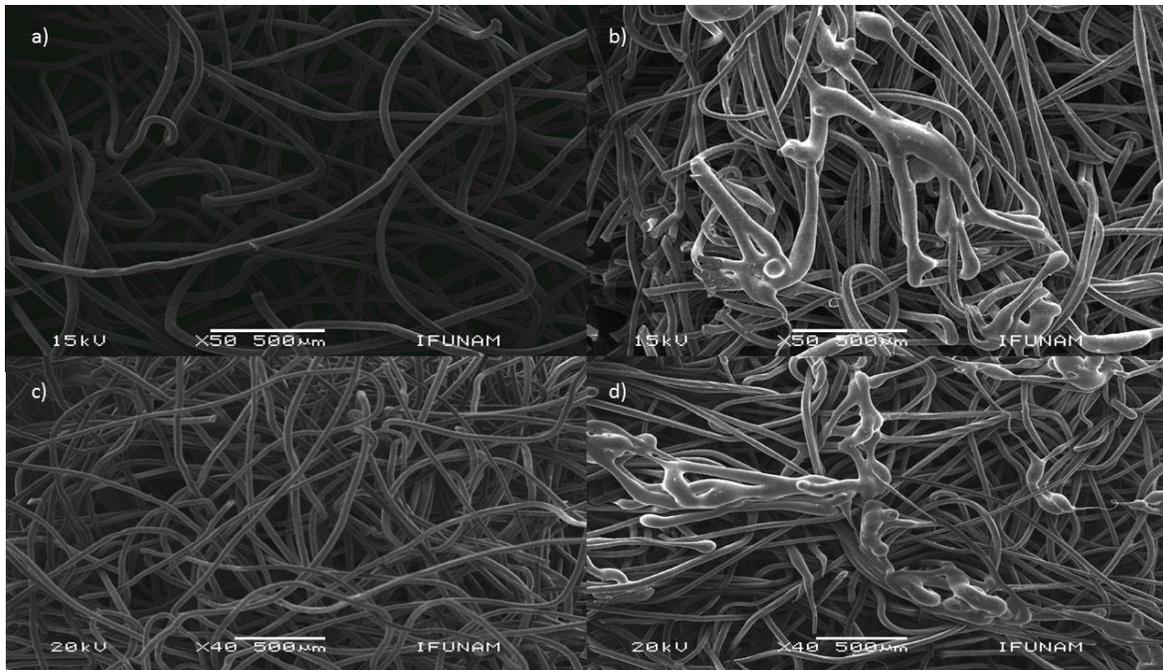


Figura D. 9. Imágenes tomadas de la Tela 1. a) Cara frontal sin recubrimiento de oro. b) Cara posterior sin recubrimiento de oro c) Cara frontal de la tela 1 con recubrimiento de oro. d) Cara posterior de la Tela 1 con recubrimiento de oro.

En primera instancia, debido a la baja resolución que presentó la imagen del inciso a) de la figura D. 9 a causa de la naturaleza del material, se tomó la decisión de recubrir todas las telas. Justo como se muestra en la imagen del inciso c) cuya diferencia fue evidente, pues el programa reconocía de mejor manera las fibras y los poros en general. De esta manera, gracias a los algoritmos de segmentación de *DiameterJ*, se llevó a cabo el procesamiento de todas las imágenes y datos en un tiempo considerablemente menor pese a las modificaciones y ediciones que se les tuvo que hacer a las imágenes justo antes de la contabilización y medición del área de cada uno de los poros que llevo a cabo el programa automáticamente, justo como se observa en las Figuras D. 9.

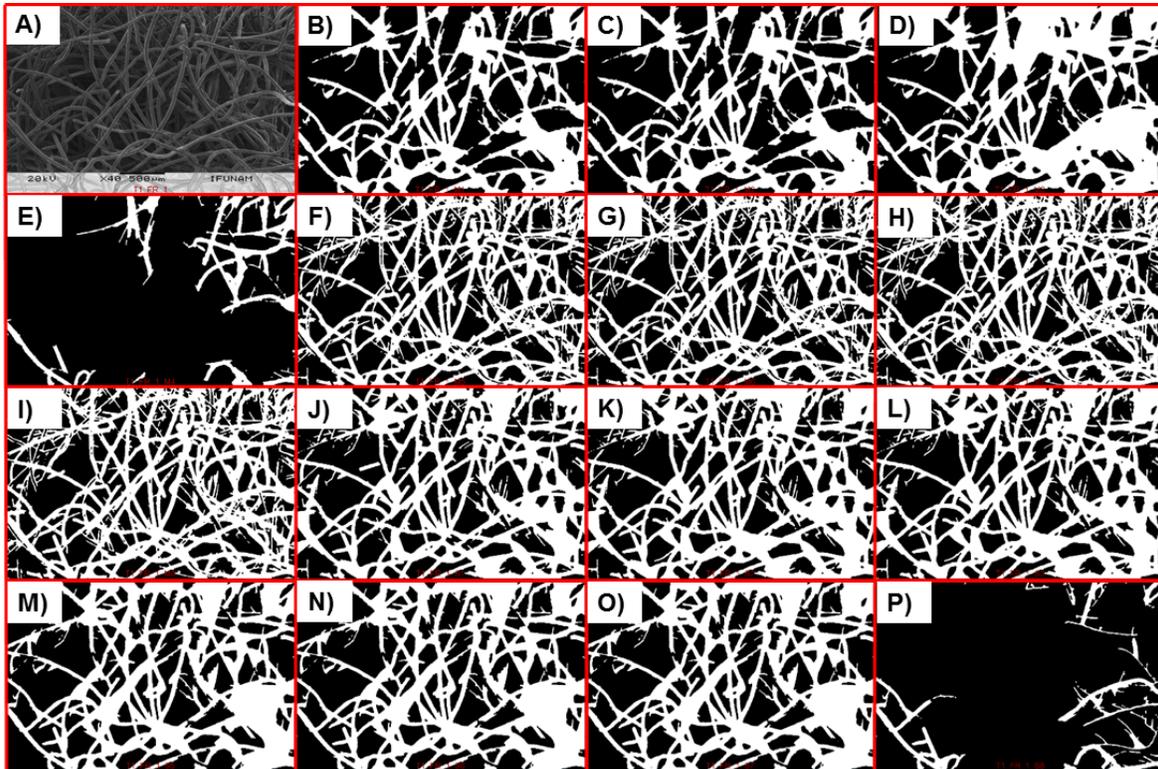


Figura D. 10. Diferentes imágenes creadas por algoritmos computacionales a partir de la imagen original, inciso A. El primer cuadro a la izquierda corresponde a la imagen de la muestra original, mientras que el resto de imágenes es la segmentación creada por diversos algoritmos contenidos en el programa. En este caso, se escogió la segmentación inciso G

Luego de ajustar la escala, se segmentaron todas las imágenes en lote por tela, esto es, por cada tela una carpeta de 3 imágenes cada una. Empleando una combinación de algoritmos, el programa hace la segmentación de cada imagen obteniendo diferentes imágenes a escoger, como se muestra en la Figura C. 11, en cuyo caso se escogió la imagen G y se les separó del resto en una carpeta creada automáticamente después de la segmentación denominada “Best Segmentation” para llevar a cabo la edición manual pertinente. Posteriormente, se llevó a cabo la edición manual de la imagen escogida cuyas etapas como se muestra en la figura D. 12.

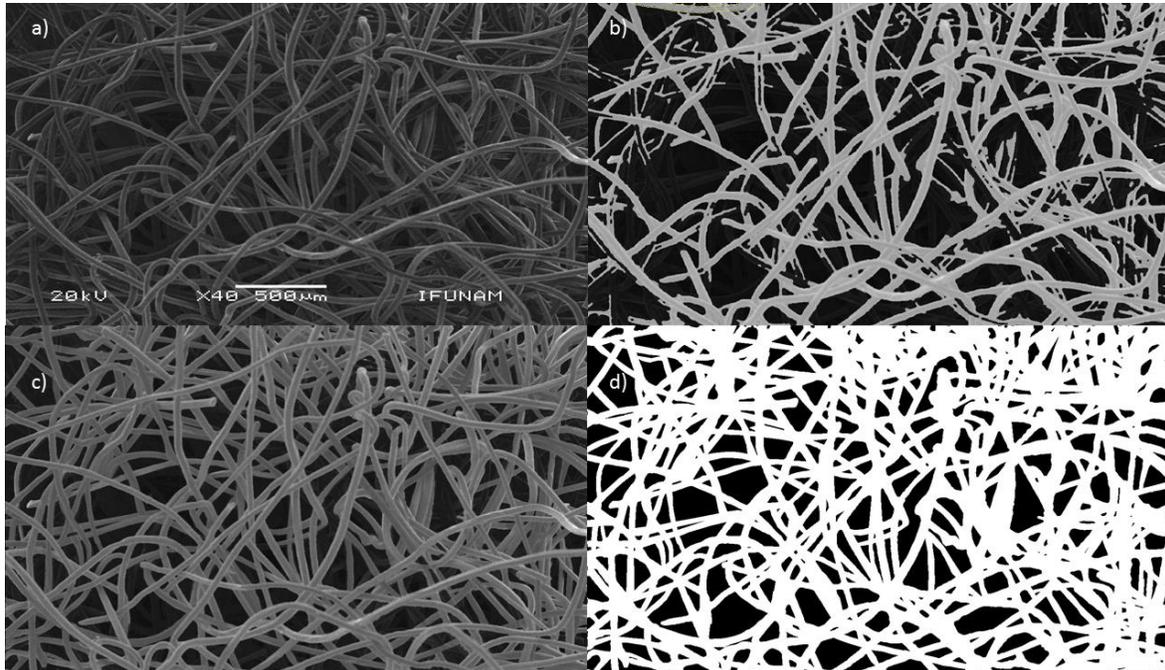


Figura D. 11. Paso a paso, el procesamiento de cada muestra de tela. a) Imagen original de la muestra recubierta con oro para mejorar la resolución de la imagen, b) Mejor resultado de segmentación llevado a cabo por los algoritmos del complemento DiameterJ, c) Edición final, d) Imagen segmentada con superposición de la imagen original, lista para ser sometida al análisis estadístico (es altamente recomendable utilizar gafas protectoras ante el brillo de la pantalla del monitor si se desea editar muchas imágenes de estas características o generar su propio algoritmo de segmentación para telas no tejidas).

De la Figura D. 11, se escogió a criterio personal la imagen que mejor representara a la imagen del inciso a, o sea, a la original, y se continuó a realizar las ediciones pertinentes superponiendo la imagen segmentada sobre la imagen original, tal como se observa en el inciso b) y completando las fibras o rellenando los poros mediante las herramientas de edición que ofrece el programa. Todo esto con el mayor detalle posible. (En promedio se necesitaban de 4 a 6 horas por imagen para hacer una segmentación considerada como “adecuada”).

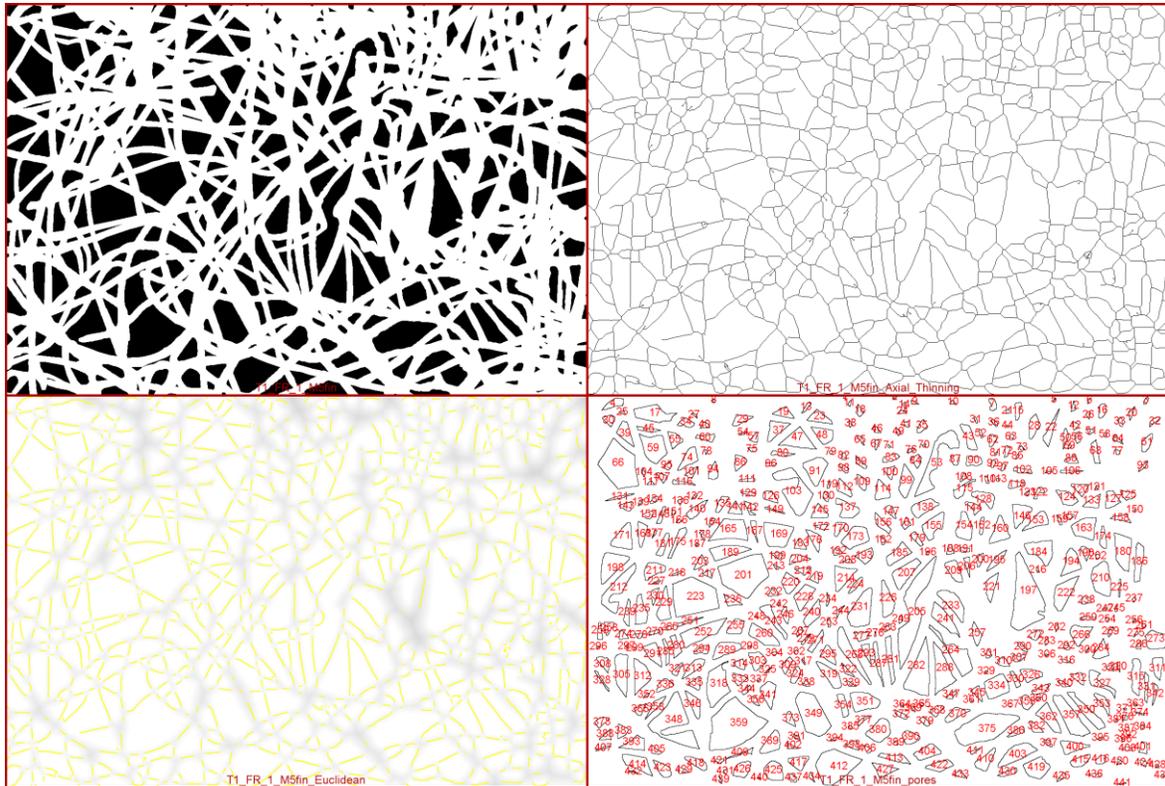


Figura D. 12. Análisis de poros de los textiles. Inciso a) Imagen procesada y segmentada sometida a análisis por programa b) transformación a un espacio en el cual, el programa comprende de qué manera están colocadas las fibras segmentadas y traza rayas a partir de la mitad de cada fibra. Inciso c) Transformación a espacio euclidiano en donde se observa en amarillo lo que el programa marca como los límites físicos de las fibras y aquellos espacios sombreados como intersecciones. d) Representación gráfica y enumeración ordinal de los poros.

Posteriormente, se analizó el lote de imágenes segmentadas. Luego, al abrir el archivo titulado como “Datos de poro” que se encuentra en la carpeta de “Histogramas”.

Tabla D. 1. Características de cada una de las telas.

Características	T1	T2	T3	T4	T5	T6
Diámetro poro [μm]	55.6	65.1	54.6	37.1	62.9	39.6
SD	38.21	43.05	35.44	22.35	46.46	24.75
Mediana	45.92	55.69	47.29	32.08	50.27	33.29
Moda	16.43	19.395	11.12	11.79	17.23	20.34
Área poro [μm^2]	3592	4835	3371	1477	4162	1444
SD	5349	6746	4602	1974	7142	2060
%porosidad	29%	31.9%	32.1%	22%	36%	16%
Dlxm2	2.0	1.7	1.7	3.0	2.3	2.0
Longitud Char [μm]	67.19	76.42	64.88	50.86	68.87	61.87
SD	55.76	66.39	55.03	39.26	59.73	48.38
Diámetro fibra [μm]	38.93	38.44	34.35	29.96	32.69	39.35
SD	8.599	11.19	6.857	7.059	9.620	12.49
Número de poros contabilizados	476	387	516	892	472	590

En donde:

SD: Desviación estándar de la fila superior correspondiente.

Dlxm2: Densidad de intersecciones inter-fibra por micrómetro cuadrado.

% porosidad: cantidad de pixeles negros (poros) entre cantidad de pixeles totales (poros más fibras)

Longitud Char: Distancia promedio que hay de intersección a intersección inter-fibra.

Finalmente, se juntaron los resultados presentados por la espectroscopia Raman con los de la microscopía electrónica para elaborar y sintetizar la información obtenida en la Tabla D. 2.

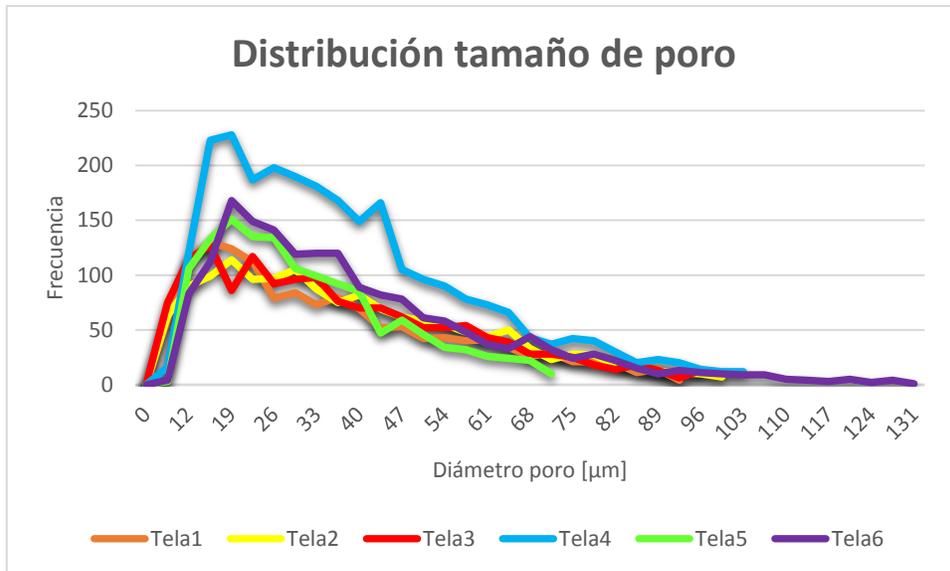


Figura D. 13. Distribución promedio de las seis muestras de textiles.

Se observaron en el SEM tres puntos en lugares diferentes y al azar de una muestra de cada textil y se tomó el área medida de cada poro por el programa, calculando de esta forma un diámetro equivalente al de un círculo perfecto por cada dato. Luego, se graficó cada serie de datos obtenido por textil y se anexaron todos los resultados obtenidos en la gráfica que dio lugar a la Figura D. 13. En la cual, no se puede apreciar una diferencia clara que distinga un textil de otro. Esto debido a la gran desviación estándar de cada tela, producto de la naturaleza no tejida de estas. Lo que sí es de notar, es que la mayor cantidad de muestras de poro tomadas por el programa en cada imagen corresponden a las curvas más altas siendo estas la T4 y T6 mostradas en azul y en violeta, respectivamente. Las cuales corresponden a los tamaños de poro promedio más bajo, siendo lógico que a un mismo aumento (40x) haya mayor cantidad de poros cuando estos son más pequeños. En contraste con la T2 cuya curva es evidente que es la más chica y que junto con la T5, son las más “achatadas” dando como resultado las mayores desviaciones y cuyo tamaño de poro promedio es el mayor de todas. De esta manera se infiere que T1 y T3, quedando en medio en cuanto a la clasificación de tamaño de poro, son las que les correspondería el tamaño de poro nominal de 50 micras.

Finalmente, se juntaron los resultados presentados por la espectroscopia Raman con los de la microscopía electrónica para elaborar y sintetizar la información obtenida en la Tabla D. 2. Concluyendo así, la caracterización de las telas no tejidas.

Tabla D. 2. Identificación de los textiles industriales.

Características	T1	T2	T3	T4	T5	T6
DIAMETRO DE PORO [μm]	55.6 ± 38	65.2 \pm 43	54.7 \pm 35	37.1 \pm 22	62.9 ± 46	39.7 \pm 24
Tamaño de poro nominal	50	100	50	25	100	25
Material	PS	PP	PP	PS	PS	PP

Referencias.

- Admin., 2014. Etapas del proceso de tratamiento. Available at: <http://tratamientodeaguasresiduales.net/etapas-del-tratamiento-de-aguas-residuales/>
- American Public Health Association, American Water Works Association & Water Environment Federation, 1999. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. *Standard Methods*, p.541.
- Anwar, F. et al., 2007. Moringa oleifera: A food plant with multiple medicinal Uses. *Wiley InterScience*, 21, pp.17–25.
- ASEQ instruments, Equipment for Spectroscopy. Available at: http://www.aseq-instruments.com/ASEQ_Raman.html [Accessed October 31, 2017].
- Baker, R. W. (2004). *Membrane technology and applications* (2nd ed.). Chichester: J. Wiley. doi:10.1002/0470020393
- Bruker Nano Surfaces, 2011. Combined Atomic Force Microscopy & Raman Spectroscopy – TERS and Co-Located AFM-Raman Systems. Available at: <https://www.azonano.com/article.aspx?ArticleID=2943> [Accessed October 31, 2017].
- Chan, Y. J., Chong, M. F., Law, C. L., & Hassell, D. (2009). A review on anaerobic–aerobic treatment of industrial and municipal wastewater. *Chemical Engineering Journal*, 155(1-2), 1-18.
- Chu, H. et al., 2009. Bio-diatomite dynamic membrane reactor for micro-polluted surface water treatment. Available at: http://ac.els-cdn.com/S0043135409007258/1-s2.0-S0043135409007258-main.pdf?_tid=f1aa9b64-7703-11e7-abf9-00000aab0f01&acdnat=1501624630_d58823a6e24441bdb9626ebbff3bc0f2 [Accessed August 1, 2017].
- Chu, H.-Q. et al., 2008. Characteristics of bio-diatomite dynamic membrane process for municipal wastewater treatment. *Journal of Membrane Science*, 325, pp.271–276. Available at: <http://ac.els->

cdn.com/S0376738808007230/1-s2.0-S0376738808007230-main.pdf?_tid=65d24836-77b1-11e7-ac74-0000aacb362&acdnat=1501699126_c5c27c7fd84e581062e30ab2dc5f1d4a [Accessed August 2, 2017].

- Davis, M.L., 2011. *Water and wastewater engineering : design principles and practice*, New York: McGraw-Hill.
- Doerr, B.B. & Staff, E., 2005. Moringa water treatment. *Water*, (239), pp.1–3.
- Ersahin, M.E. et al., 2012. A review on dynamic membrane filtration: Materials, applications and future perspectives. *Bioresource Technology*, 122, pp.196–206. Available at: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0960852412005500> [Accessed June 15, 2017].
- Fard, G.H. & Mehrnia, M.R., 2017. Investigation of mercury removal by Micro-Algae dynamic membrane bioreactor from simulated dental waste water. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 5(1), pp.366–372. Available at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jece.2016.11.031>.
- Fathinatul, N., Binti Saharudin, A. & Nithyanandam, R., 2014. Wastewater Treatment by using Natural Coagulant. Available at: <http://www.taylors.edu.my/EURECA/DEC2014/downloads/2CE19.pdf> [Accessed November 6, 2017].
- FEUM/Farmacopea, 2016. Densidad aparente y compactada de polvos.
- Forster, D.P. et al., 1995. Risk factors in clinically diagnosed presenile dementia of the Alzheimer type: a case-control study in northern England. *Journal of epidemiology and community health*, 49(3), pp.253–8. Available at: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/7629459> [Accessed October 24, 2017].
- González-Ortega, J.A., 2014. Evaluación de un sistema de membranas dinámicas para el tratamiento de aguas residuales tratadas por vía anaerobia. México, Tesis de maestría en Ingeniería, Universidad Nacional Autónoma de México, p. 1-117.
- Hartree, E.F., 1972. Determination of protein: A modification of the

lowry method that gives a linear photometric response. *Analytical Biochemistry*, 48(2), pp.422–427.

- Hotaling, N.A. et al., 2015. DiameterJ: A validated open source nanofiber diameter measurement tool. *Biomaterials*, 61, pp.327–338. Available at: http://ac.els-cdn.com/S0142961215004652/1-s2.0-S0142961215004652-main.pdf?_tid=c38954e6-5142-11e7-aaac-00000aacb360&acdnat=1497473465_999760f45e765911ba4afe62e016c069 [Accessed June 14, 2017].
- Hu, Y., Wang, X.C., Ngo, H.H., et al., 2017.(A) Anaerobic dynamic membrane bioreactor (AnDMBR) for wastewater treatment: A review. Available at: www.elsevier.com/locate/biortech [Accessed October 14, 2017].
- Hu, Y., Wang, X.C., Sun, Q., et al., 2017.(B) Characterization of a hybrid powdered activated carbon-dynamic membrane bioreactor (PAC-DMBR) process with high flux by gravity flow: Operational performance and sludge properties. Available at: https://ac.els-cdn.com/S0960852416314420/1-s2.0-S0960852416314420-main.pdf?_tid=cb57ffdc-b138-11e7-b0dd-00000aab0f27&acdnat=1508024496_712b709cd8f657bd91c148d77f4fdd62 [Accessed October 14, 2017].
- Hu, Y., Yang, Y., et al., 2017.(C) Effects of powdered activated carbon addition on filtration performance and dynamic membrane layer properties in a hybrid DMBR process. *Chemical Engineering Journal*, 327, pp.39–50. Available at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.cej.2017.06.072> [Accessed October 14, 2017].
- João P. Francisco, Jonathan B. G. Silva, Odir C. C. Roque, Alexandre L. Nascentes, L.D.B.S., 2014. Evaluation of the Effect of the Seed Extract of *Moringa Oleifera Lam* Over the Efficiency of Organic Filters in Wastewater Treatment of Dairy Cattle Breeding. *Eng. Agríc., Jaboticabal*, 34(1), pp.143–152.
- Judd, S. & Judd, C., 2008. *The MBR book: Principles and Applications of Membrane Bioreactors in Water and Wastewater Treatment*, Available at: <http://medcontent.metapress.com/index/A65RM03P4874243N.pdf>.

- Kawahara, M. & Kato-Negishi, M., 2011. Link between Aluminum and the Pathogenesis of Alzheimer's Disease: The Integration of the Aluminum and Amyloid Cascade Hypotheses. *International journal of Alzheimer's disease*, 2011, p.276393. Available at: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/21423554> [Accessed October 24, 2017].
- Kihampa, C. et al., 2011. Performance of *Solanum incunum* Linnaeus as natural coagulant and disinfectant for drinking water. *African Journal of Environmental Science and Technology*, 5(10), pp.867–872. Available at: <http://www.academicjournals.org/AJEST> [Accessed December 1, 2017].
- Kiso, Y. et al., 2005. Coupling of sequencing batch reactor and mesh filtration: Operational parameters and wastewater treatment performance. *Water Research*, 39, p.11. Available at: https://ac.els-cdn.com/S0043135405002678/1-s2.0-S0043135405002678-main.pdf?_tid=6b7d4a1a-af7e-11e7-97fd-00000aab0f6b&acdnat=1507834496_7606375fa5e5c5647c325c608efec277 [Accessed October 12, 2017].
- Kooijman, G. et al., 2017. Impact of coagulant and flocculant addition to an anaerobic dynamic membrane bioreactor (AnDMBR) treating waste-activated sludge. *Membranes*, 7(2).
- Kumar, V., Othman, N. & Asharuddin, S., Applications of Natural Coagulants to Treat Wastewater – A Review. Available at: https://www.matec-conferences.org/articles/matecconf/pdf/2017/17/matecconf_iscee2017_06016.pdf [Accessed October 13, 2017].
- Li, L., Xu, G. & Yu, H., 2018. Dynamic Membrane Filtration: Formation, Filtration, Cleaning, and Applications. *Chemical Engineering and Technology*, 41(1), pp.7–18.
- Liao, B.-Q., Kraemer, J.T. & Bagley, D.M., 2006. Critical Reviews in Environmental Science and Technology Anaerobic Membrane Bioreactors: Applications and Research Directions Anaerobic Membrane Bioreactors: Applications and Research Directions. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology*, 36(36). Available at: <http://www.tandfonline.com/action/journalInformation?journalCode=best20> [Accessed January 9, 2018].

- Marcinkowsky, A.E. et al., 1966. Hyperfiltration Studies. IV. Salt Rejection by Dynamically Formed Hydrous Oxide Membranes'. *Polymer Sci. Chemistry Division. (b) Reactor Chemistry Division*, 10(23). Available at: <http://pubs.acs.org/doi/pdf/10.1021/ja00976a013> [Accessed January 12, 2018].
- Martha, M. et al., 2014. Moringa oleifera, una alternativa para sustituir coagulantes metálicos en el tratamiento de aguas superficiales. *Revista Académica de la Facultad de Ingeniería, Universidad Autónoma de Yucatán*, Vol. 17, No. 2.
- Martyn, C.N. et al., 1997. Aluminum concentrations in drinking water and risk of Alzheimer's disease. *Epidemiology (Cambridge, Mass.)*, 8(3), pp.281–6. Available at: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/9115023> [Accessed October 24, 2017].
- Mas Y Rubí, Marielba, Martínez, Daimarys, Carrasquero, Sedolfo, Vargas, L., 2011. Uso de la Moringa oleífera para el mejoramiento de la calidad del agua de un efluente doméstico proveniente de lagunas de estabilización. , 45(2), pp.169–180.
- McLachlan, D.R., 1995. Aluminium and the risk for Alzheimer's disease. *Environmetrics* 6 (3), 233–275.
- Megersa, Moa & Beyene, Abebe & Ambelu, Argaw & Woldeab, Bizuneh. (2014). The use of indigenous plant species for drinking water treatment in developing countries: a review. *Journal of Biodiversity and Environmental Sciences (JBES)*.
- Mendoza, I., Fernández, N. & Ettiene, G., 2000. Uso de la Moringa oleifera como coagulante en la potabilización de las aguas Use of Moringa oleifera as coagulant in the water treatment. *Ciencia* 8, 8(August), pp.235–242.
- Meng, F. et al., 2009. Recent advances in membrane bioreactors (MBRs): Membrane fouling and membrane material. *Water Research*, 43(6), pp.1489–1512. Available at: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0043135408006581> [Accessed July 26, 2017].
- Morales Avelino, F.D., Méndez Novelo, R. & Tamayo Dávila, M., 2006. Tratamiento de aguas residuales de rastro mediante semillas

de *Moringa oleifera* Lam como coagulante. *Tropical and Subtropical Agroecosystems*, 1(6), pp.117–122. Available at: <http://redalyc.uaemex.mx/redalyc/pdf/939/93911238011.pdf>.

Nakao, S.-I., Nomura, T. & Kimura, S., 1965. Formation and characteristics of Inorganic Dynamic Membranes for Ultrafiltration. *Colloid Interface Sci. Aerosol Sci. Geophys. Pura Appl Aerosol Sci. Tech. Aerosol Sci. J. ColloidInterface Sci. Aerosol Sci. Tech*, 82(3), pp.541–421. Available at: https://www.jstage.jst.go.jp/article/jcej1968/19/3/19_3_221/_pdf [Accessed December 1, 2017].

Ndabigengesere, A. & Subba Narasiah, K., 1998. Quality of water treated by coagulation using *Moringa oleifera* seeds. *Water Research*, 32(3), pp.781–791.

Ndabigengesere, A., Subba Narasiah, K. & Talbot, B.~ G., 1995. Active Agents and Mechanism of Coagulation of Turbied Waters using *Moringa oleifera*. *War. Res*, 29(2). Available at: https://ac.els-cdn.com/004313549400161Y/1-s2.0-004313549400161Y-main.pdf?_tid=38193c3a-b9ae-11e7-bea7-00000aacb35d&acdnat=1508954538_f66402500e19567fe0da4bf9de2b63e4 [Accessed October 25, 2017].

Niehof, R. A. and G. I. Loeb (1972) “The Surface Charge of Particulate Matter in Sea Water,” *Limnology Oceanography*, vol. 17, p. 7.

Olson, M.E. & Fahey, J.W., 2011. *Moringa oleifera*: un árbol multiusos para las zonas tropicales secas *Moringa oleifera*: a multipurpose tree for the dry tropics. *Revista Mexicana de Biodiversidad*, 82, pp.1071–1082. Available at: <http://www.scielo.org.mx/pdf/rmbiodiv/v82n4/v82n4a1.pdf> [Accessed December 5, 2017].

Pillay, V.L., Townsend, B. & Buckley, C.A., 1994. Improving the performance of anaerobic digesters at wastewater treatment works: The coupled Cross-flow microfiltration/Digester Process. *Water Science & Technology*, 30(12), pp.329–337. Available at: <http://wst.iwaponline.com/content/ppiwawst/30/12/329.full.pdf> [Accessed January 12, 2018].

Rashid, U. et al., 2008. *Moringa oleifera* oil: A possible source of biodiesel. *Bioresource Technology*, 99(17), pp.8175–8179.

- Rendón, P., 2014. Formación y evaluación de membranas dinámicas mediante la filtración de un efluente de un reactor anaerobio para el tratamiento de aguas residuales tipo municipal. México, Tesis de Licenciatura en Ingeniería Química, Universidad Nacional Autónoma de México, 2015, p. 1-94.
- Rodríguez-Medina, A., 2016. Evaluación del Desempeño de Membranas dinámicas para el tratamiento de efluentes anaerobios. México, Tesis de Licenciatura en Ingeniería Ambiental, Universidad Tecnológica de México, p.1-147.
- Rondeau, V., Jacqmin-Gadda, H., Commenges, D., Dartigues, J.F., 2001. Re: aluminium in drinking water and cognitive decline in elderly subjects: the Paquid cohort. *Am. J. Epidemiol.* 154 (3), 288–290.
- Sahinkaya, E., Yurtsever, A. & Çınar, Ö., 2017. Treatment of textile industry wastewater using dynamic membrane bioreactor: Impact of intermittent aeration on process performance. Available at: https://ac.els-cdn.com/S1383586616304506/1-s2.0-S1383586616304506-main.pdf?_tid=8cef1464-b139-11e7-a728-0000aab0f6b&acdnat=1508024821_e49fff31f28fdbe41bb999dce16fe11c [Accessed October 14, 2017].
- Saleem, M. et al., 2016. Analysis of fouling development under dynamic membrane filtration operation. *Chemical Engineering Journal*, 312, pp.136–143. Available at: <http://www.sciencedirect.com.libproxy1.nus.edu.sg/science/article/pii/S138589471631693X?np=y>.
- Simate, G. et al., 2012, Human health effects of residual carbon nanotubes and traditional water treatment chemicals in drinking water. *Environment International*, 39, pp. 38-49.
- SMN, 2017. Precipitación. Available at: <http://smn.cna.gob.mx/es/climatologia/pronostico-climatico/precipitacion-form?view=visproncliprec> [Accessed December 7, 2017].
- Suleyman Muyibi & Akif Alfugara (2003) Treatment of surface water with Moringa Oleifera seed extract and alum – a comparative study using a pilot scale water treatment plant, *International Journal of Environmental Studies*, 60:6, 617-626

- Susan, S., Scanning Electron Microscopy (SEM). Available at: https://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/techniques/SEM.html [Accessed October 31, 2017].
- Tomljenovic, L., 2011. Aluminum and Alzheimer's disease: After a century of controversy, is there a plausible link? *Journal of Alzheimer's Disease*, 23(4), pp.567–598.
- Villalba-Pastrana, M.E., 2015. Evaluación del desempeño de una membrana dinámica acoplada a un reactor anaerobio para el tratamiento de agua residual municipal. México, Tesis de maestría en Ingeniería Ambiental, Universidad Nacional Autónoma de México, p. 1-122.
- Walton, J.R., 2013. Aluminum's involvement in the progression of Alzheimer's disease. *J. Alzheimer's Dis.* 35 (1), 7–43.
- Wettstein, A. et al., 1991. Failure to find a relationship between mnesitic skills of octogenarians and aluminum in drinking water. *International archives of occupational and environmental health*, 63(2), pp.97–103. Available at: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/1889888> [Accessed October 24, 2017].
- WWAP, 2017a. *The United Nations Wolrd Water Development Report 2017. Wastewater: The Untapped Resource* UNESCO, ed., Paris: UNESCO. Available at: <http://unesdoc.unesco.org/images/0024/002471/247153e.pdf>.
- WWAP, 2017b. *Wastewater, The Untapped Resource.* , p.180. Available at: <http://unesdoc.unesco.org/images/0024/002471/247153e.pdf> [Accessed October 20, 2017].
- Yang, S. & Akkus, O., Fluorescence Background Problem in Raman Spectroscopy: Is 1064 nm Excitation an Improvement of 785 nm? Available at: http://www.ccmr.cornell.edu/wp-content/uploads/sites/2/2015/11/FL-Time-1064-nm-vs-785-nm-Shan-9_30.pdf [Accessed October 31, 2017].
- Ye, M. et al., 2006. Study on the suitable thickness of a PAC-precoated dynamic membrane coupled with a bioreactor for municipal wastewater treatment. *Desalination*, 194(194), pp.108–120. Available at: <http://ac.els-cdn.com/S001191640600364X/1-s2.0->

S001191640600364X-main.pdf?_tid=79342298-7705-11e7-b6c9-00000aab0f26&acdnat=1501625287_cf487883accba19173eb06b1670e433d [Accessed July 27, 2017].

Zhao, F. et al., 2016. Filtration performance of three dimensional fabric filter in a membrane bioreactor for wastewater treatment. *Separation and Purification Technology*, 157, pp.17–26.

Zhou, P., 2015. Choosing the Most Suitable Laser Wavelength For Your Raman Application. , p.6. Available at: <http://bwtek.com/wp-content/uploads/2015/07/raman-laser-selection-application-note.pdf> [Accessed October 31, 2017].