



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
PROGRAMA DE MAESTRÍA Y DOCTORADO EN INGENIERÍA
MECÁNICA – TERMOFLUIDOS

LIMPIEZA ULTRASÓNICAS DE MEMBRANAS CERÁMICAS DE
MICROFILTRACIÓN

TESIS
QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE:
DOCTOR EN INGENIERÍA

PRESENTA:
MIGUEL ANGEL BAZÁN RAMÍREZ

TUTOR (ES) PRINCIPAL(ES)
GABRIEL ASCANIO GASCA, CCADET-UNAM
EDMUNDO BRITO DE LA FUENTE, FRESENIUS-KABI

COMITÉ TUTOR
Ma. SOLEDAD CORDOVA AGUILAR, CCADET-UNAM
FRANCISCO JAVIER SOLORIO ORDAZ, FI-UNAM
LEOPOLDO ADRIAN GONZALEZ GONZALEZ, FI-UNAM

MÉXICO, CD. MX., ENERO, 2018

JURADO ASIGNADO:

Presidente:	Dr. Francisco Javier Solorio Ordaz
Secretario:	Dra. Ma. Soledad Córdova Aguilar
Vocal:	Dr. Gabriel Ascanio Gasca
1 ^{er} Suplente:	Dr. José Enrique Guzmán Vázquez
2 ^{do} Suplente:	Dr. Leopoldo Adrián González González

Lugar o lugares donde se realizó la tesis: Centro de Ciencias Aplicadas y Desarrollo Tecnológico, UNAM.

TUTORES DE TESIS:

Dr. Gabriel Ascanio Gasca
Dr. Edmundo Brito de la Fuente

FIRMA

Agradecimientos

A la *Universidad Nacional Autónoma de México* por permitirme ser parte de su historia y permitirme escribir mi historia.

Al *Programa de Maestría y Doctorado en Ingeniería* por permitirme dar un paso más en mi vida académica.

Al *Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología* por el apoyo económico brindado por medio de una beca para realizar los estudios del programa de doctorado.

Al *Dr. Gabriel Ascanio Gasca* por compartir experiencia, tiempo y visión. Gracias por el apoyo y paciencia brindados para el proyecto y para mi desarrollo personal y académico.

Al *Dr. Edmundo Brito de la Fuente* por las observaciones y apoyo brindado para el desarrollo del proyecto.

Al *Centro de Ciencias Aplicadas y Desarrollo Tecnológico* por el apoyo técnico brindado para la manufactura del equipo. Al *M. en C. José Guadalupe Bañuelos Muñetón* por el apoyo técnico para el análisis de las superficies por medio del microscopio de fuerza atómica.

A *Fresenius-kabi* por el apoyo económico para el desarrollo del equipo y la adquisición de materiales.

A los integrantes de mi comité tutorial; la *Dra. Ma. Soledad Córdova Aguilar*, el *Dr. Francisco Javier Solorio Ordaz* y el *Dr. Leopoldo Adrián González González*. Gracias por su tiempo dedicado y las observaciones realizadas para la mejora del proyecto y mi desarrollo durante los estudios de doctorado.

Índice

1. Marco Teórico	1
1.1. Procesos de separación por membranas.....	1
1.2. Fenómeno del taponamiento (“<i>fouling</i>”).	5
1.3. Técnicas de control y reducción del taponamiento.....	7
1.4. Limpieza ultrasónica.	8
1.5. Limpiadores ultrasónicos dentales.....	10
1.6. Motivación.	12
1.7. Objetivos.	12
1.8. Hipótesis.....	13
1.9 Estrategia.	13
2. Visualización del alcance de las perturbaciones generadas por la punta ultrasónica.	15
2.1. Descripción del sistema experimental.....	15
2.2. Operación de las puntas en glicerina y violeta de genciana como trazador.	18
2.3. Operación de las puntas en glicerina y pintura fluorescente.	20
3. Implementación del limpiador ultrasónico dental para la limpieza de las membranas cerámicas de disco.	26
3.1. Metodología.....	26
3.2. Descripción del sistema.....	27
3.3. Taponamiento de las membranas.	32
3.4. Área de limpieza alcanzada por cada punta en uso estático.....	33
3.5. Limpieza de la membrana por la punta 10P.	34
3.6. Permeabilidad de la membrana, limpieza ultrasónica <i>versus</i> limpieza química.....	35
3.7. Análisis de resistencias hidráulicas.	37
3.8. Imágenes de microscopio de fuerza atómica.....	40
Conclusiones.....	44
Bibliografía.....	46

Anexos	49
---------------------	-----------

Índice de figuras

Figura 1. Dibujo esquemático del proceso de separación por membranas.....	2
Figura 2. Configuraciones de la operación básica del filtrado:	2
Figura 3. Clasificación de la filtración con base en el tamaño del poro de la membrana. Imagen modificada de http://www.quimicadelagua.com/Conceptos.Tratamientos.Nanofiltracion.html	3
Figura 4. Comportamiento del flujo de permeado en comparativa con la filtración de agua purificada (flujo constante) y los fenómenos de polarización y de taponamiento.....	6
Figura 5. Tres puntas (Tips) de estudio del equipo Booster P5 Satelec ®. Imagen recuperada de Pecheva et al, 2016.....	11
Figura 6. Diagrama descriptivo de la estrategia experimental.	13
Figura 7. Sistema para visualización del efecto de las puntas: a) Esquema del sistema; b) Montaje experimental.	15
Figura 8. Bomba peristáltica <i>easy-load II</i> , <i>Masterflex</i> ®.....	16
Figura 9. Celda de acrílico.	16
Figura 10. Sistema de limpieza ultrasónica, <i>scaler Booster P5</i> , <i>Satelec</i> ®. a) Sistema de limpieza ultrasónica; b) puntas de limpieza; 10P, 2 y 1.	17
Figura 11. Cámara web LogitechC920	17
Figura 12. Tira de leds color blanco	17
Figura 13. Operación de la punta 1 con una frecuencia de 30 kHz y con flujo en la cámara de la celda de acrílico de 3 [mls ⁻¹].	18
Figura 14. Operación de la punta 1 en distintas frecuencias, 28, 29.5 y 31 [kHz], el fluido de prueba es la glicerina al 90% con una viscosidad de 0.16 [Pa s].19	
Figura 15 Evaluación del área del vórtice generado por la punta 1 en 3 frecuencias de operación; 27, 29 y 31 [kHz] a los 20 [s].	20
Figura 16. Arreglo experimental para la visualización con pintura fluorescente. a) Esquema del sistema; b) montaje experimental.	21
Figura 17. Celda de acrílico acondicionada para iluminación por leds ultrabrillantes UV.....	21

Figura 18. Operación de la punta 1 a tres frecuencias distintas en un tiempo de operación de 5 [s] inmersas en glicerina al 80% y con un flujo de alimentación de 1 [mLs ⁻¹]	22
Figura 19. Operación de la punta 2 a tres frecuencias distintas en un tiempo de operación de 5 [s] inmersas en glicerina al 80% y con un flujo de alimentación de 1 [mLs ⁻¹]	22
Figura 20. Operación de la punta 10P a tres frecuencias distintas en un tiempo de operación de 5 [s] inmersas en glicerina al 80% y con un flujo de alimentación de 1 [mLs ⁻¹]	23
Figura 21. Evaluación del área de alcance por las puntas ultrasónicas: a) Punta 1; b) Punta 2 y c) Punta 10P. La evaluación de área se hace por medio del <i>software AutoCAD</i> ®.	24
Figura 22. Operación de las puntas bajo condiciones de flujo de alimentación de 1 [mLs ⁻¹] y a una frecuencia de operación de 31 [kHz].	25
Figura 23. Esquema del sistema. a) Esquema; b) Montaje experimental.	28
Figura 24. Celda de microfiltración: a) Esquema; b) Montaje experimental. .	28
Figura 25. Celda de limpieza con soporte rotatorio y punta ultrasónica: a) Vista de superior del arreglo de la punta en relación a la entrada y salida del fluido en la cámara; b) Vista de sección de la celda con el montaje de la punta ultrasónica; c) Montaje experimental de la celda; d) Soporte de <i>PVC</i> de la membrana al interior de la celda.....	29
Figura 26. Membrana de disco de 47 [mm] <i>Inside DisRAM</i> ™, <i>Tami Industries</i>	30
Figura 27. Bomba de engranes de velocidad variable <i>Micropump</i> modelo 07003-04.	30
Figura 28. Transductores de presión <i>Cole-Parmer</i> ®.....	31
Figura 29. Balanza <i>Scout Ohaus</i> ® modelo SPX6201.	31
Figura 30. Interfaz de usuario del sistema de microfiltración.	32
Figura 31. Proceso de obtención de jugo: a) Molienda en licuadora convencional; b) Almacenamiento de la molienda del nopal; c) Separación de sólidos mayores a 1 [µm]; d) Jugo de nopal para pruebas de microfiltración.	32
Figura 32. Membrana de prueba con taponamiento por jugo de nopal: a) Membrana con residuos del jugo de nopal al momento de ser desmontada; b) Membrana con residuos del jugo del nopal oxidado y deshidratado.....	33

Figura 33. Áreas limpiadas por las puntas ultrasónicas 1 y 10P: a) El área azul corresponde a la punta 1 y el área roja a la punta 10P; b) Suposición del alcance de área limpia por rotación de la membrana en ángulos de 45°, área calculada con <i>AutoCAD</i> ®.	34
Figura 34. Estimación de área limpia por uso de punta 10P con cambio de posición angular cada 45°: a) Membrana M2 posterior a la limpieza ultrasónica; b) Estimación de área limpia haciendo uso de <i>AutoCAD</i> ®.	35
Figura 35. Flujos de permeado durante el proceso de evaluación entre las membranas M1 y M2 con una TMP de 0.3 [bar].	36
Figura 36 Flujos de permeado durante el proceso de evaluación entre las membranas M1 y M2 con una TMP de 0.5 [bar].	36
Figura 37. Membranas M1 y M2 posteriores a la limpieza: a) Limpieza química; b) limpieza por punta ultrasónica.	37
Figura 38. Resistencias hidráulicas a diferentes TMP por distintas técnicas de limpieza.	39
Figura 39. Imágenes de los microgramas AFM (izquierda) y micrografías ópticas (derecha): a) Superficie virgen de la membrana; b) Superficie con taponamiento por mucílago; c) Superficie limpiada por agentes químicos M1; d) Superficie limpiada por la punta ultrasónica M2, parte de la periferia de la membrana; e) Superficie de la M2 que no sufre los efectos de la punta ultrasónica, parte central de la membrana; f) Superficie dañada por sobre exposición a la operación de la punta ultrasónica.....	43

Nomenclatura

AFM : microscopio de fuerza atómica

FFN : filtración por flujo normal

FFT : filtración por flujo tangencial

J_{cactus} : flujo de permeado de jugo de nopal [$\text{L}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{h}^{-1}$]

J_v : flujo de permeado [$\text{L}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{h}^{-1}$]

P : presión [bar]

R_{irr} : resistencia irreversible [m^{-1}]

R_m : resistencia de la membrana limpia [m^{-1}]

R_{rev} : resistencia reversible [m^{-1}]

R_{tot} : resistencia total [m^{-1}]

TMP : presión transmembrana [bar]

V_x : velocidad de flujo cruzado [$\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$]

Letras griegas

μ : viscosidad dinámica [$\text{Pa}\cdot\text{s}$]

1. Marco Teórico

1.1. Procesos de separación por membranas.

En la industria se hace uso de procesos de separación para productos alimenticios, o farmacéuticos, con el fin de suministrar productos de calidad como el agua potable para consumo humano o la remoción y recuperación de componentes tóxicos. Los procesos convencionales de separación a gran escala incorporan el uso de membranas semipermeables para la potabilización de agua de mar, purificación de aguas residuales de la industria, concentrados de mezclas macromoleculares alimenticias y farmacéuticas. Cada proceso tiene distintas características en su estructura, función y condiciones de operación. Sin embargo, todos los casos de separación por membranas se llevan a cabo por medios físicos a temperatura ambiente sin alteraciones químicas de los componentes de la disolución, lo cual es benéfico para la producción y manejo de los productos deseados, donde algunos de los componentes son sensibles a los cambios de temperatura (Strathmann *et al*, 2006).

Es común asociar los procesos con membranas con los sistemas de filtración de disoluciones, sin considerar la estructura y función de la membrana. El proceso de filtración se lleva a cabo al forzar a un fluido a través de una superficie porosa, las partículas de menor tamaño que el poro atraviesan la membrana, mientras que las partículas de mayor tamaño son retenidas y se acumulan en la superficie porosa, Figura 1. Las fuerzas de acción sobre el fluido pueden ser ejercidas por la fuerza de gravedad o una bomba hidráulica. Los equipos industriales buscan reducir la resistencia al flujo a través de la membrana, que se presenta por la acumulación de partículas en la superficie, aumentando en lo posible el área de filtrado sin aumentar las dimensiones del equipo de filtración. El proceso de filtración puede ser utilizado para fraccionar y separar componentes de una disolución, disminuir la carga bacteriana y de esporas presentes en la disolución, y/o concentrar componentes.

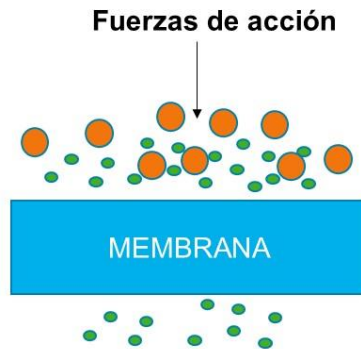


Figura 1. Dibujo esquemático del proceso de separación por membranas.

La operación básica del filtrado puede ser dividida en filtración por flujo normal (FFN) y filtración por flujo tangencial (FFT), Figura 2. En el sistema de FFN el fluido se dirige de manera perpendicular a la superficie de la membrana, permitiendo que la columna del fluido ejerza una presión sobre la membrana. Así, los componentes de mayor tamaño de partícula se acumulan sobre la superficie de la membrana y el resto pasa a través de la misma.

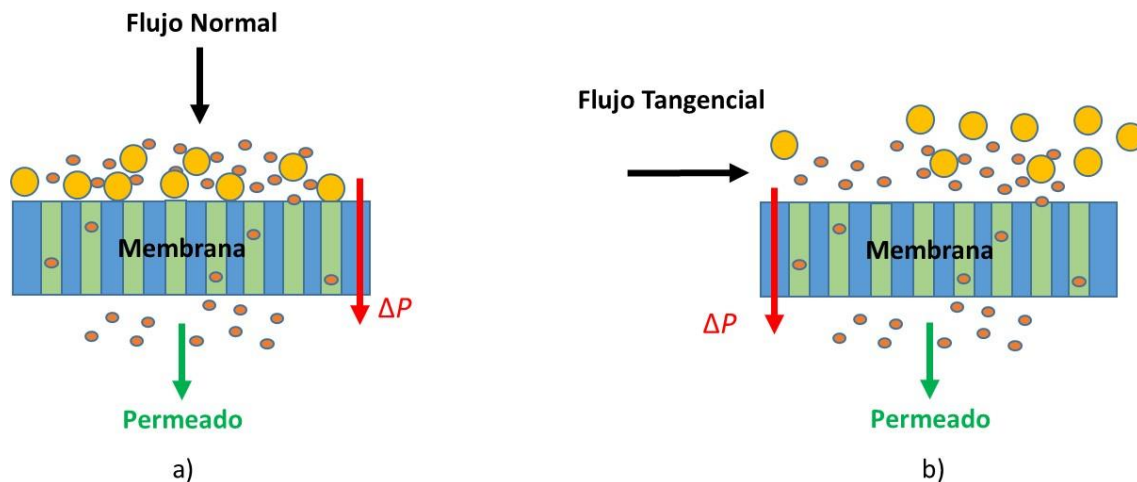


Figura 2. Configuraciones de la operación básica del filtrado:

a) Filtración por flujo normal (FFN); b) Filtración por flujo tangencial (FFT).

En el sistema de FFT, también llamado de flujo cruzado, el fluido se dirige de manera paralela a la superficie de la membrana, ejerciendo una diferencia de presión que obliga a una porción de fluido a dirigirse hacia la membrana y permite la retención de los componentes de mayor tamaño y el libre paso del resto de la solución a través de la membrana, al igual que en el sistema de FFN. En este sistema los componentes que son retenidos por la membrana pueden ser arrastrados por el flujo tangencial hacia el tanque de alimentación para la recirculación de la disolución y evitar la obstrucción de los poros de la membrana.

Una forma de clasificar la filtración es por el tamaño de poro de la membrana. Las membranas se describen en unidades de micrómetros e indican los tamaños de partícula que pueden ser retenidos. La microfiltración tiene un intervalo de filtración de 0.1 a 1.0 μm , la ultrafiltración de 0.01 a 0.1 μm y la nanofiltración de 0.001 a 0.01 μm , Figura 3.

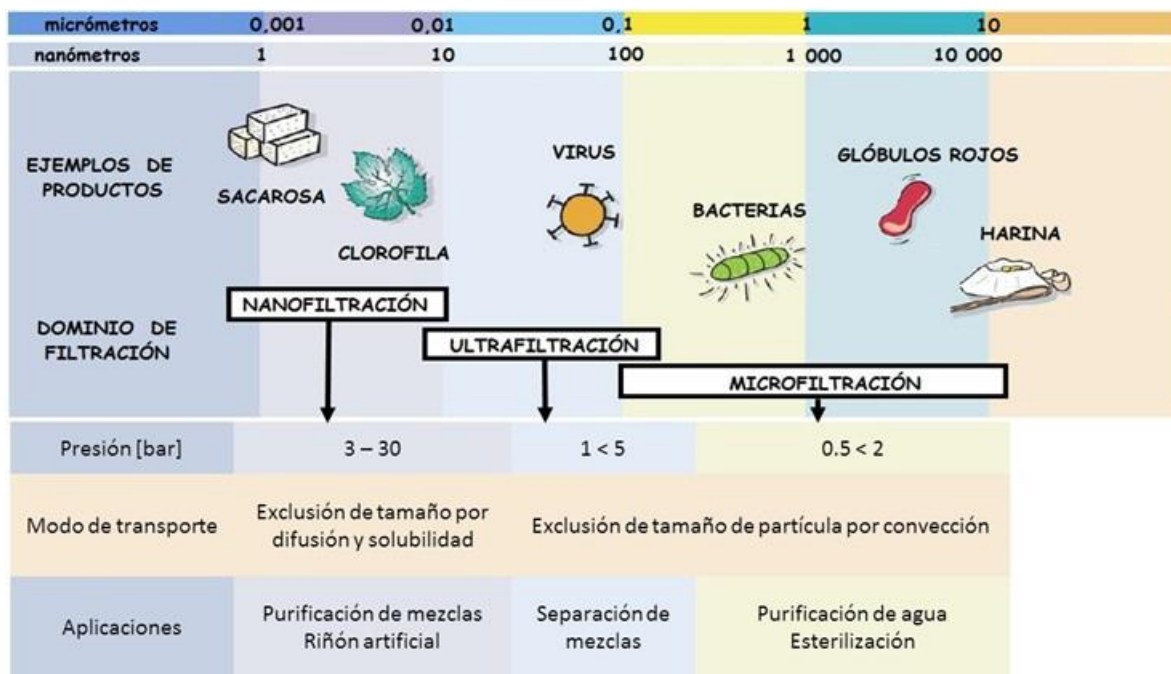


Figura 3. Clasificación de la filtración con base en el tamaño del poro de la membrana.
 Imagen modificada de <http://www.quimicadelagua.com/Conceptos.Tratamientos.Nanofiltracion.html>.

La microfiltración, ultrafiltración y nanofiltración presentan ventajas sobre procesos convencionales de separación, como lo son la sedimentación y la

coagulación. La filtración no requiere de la diferencia de densidades entre las partículas y el líquido, lo que permite recuperar parte de los materiales sólidos en vez de generar sedimentos en la solución. La separación por membranas no requiere de aditivos, pueden operar a bajas temperaturas y reducir el consumo de energía comparado con procesos de separación térmicos (Pérez *et al*, 2011).

Comercialmente las membranas son de materiales poliméricos, cerámicos o metálicos, siendo las de cerámica las más utilizadas en aplicaciones alimenticias, tales como la leche o extractos fermentados, así como para productos que requieren separaciones selectivas de fluidos con valores altos de pH, temperaturas extremas o presencia de solventes. Existen membranas cerámicas diseñadas para el trabajo en equipos de filtración por flujo cruzado que son fabricadas en materiales de alta pureza como el óxido de alumina o el óxido de circonia. Algunas de las ventajas que presentan estas membranas son la resistencia a altas temperaturas, la resistencia a ácidos y bases, la resistencia mecánica, la larga vida útil y que son reciclables. Así, son una herramienta para producir leche fresca de alta calidad microbiológica, aumentando de 15 a 25 días su vida en estante. En procesos de reciclaje de salmuera de queso por medio de una membrana cerámica *Isoflux®* se alcanza un nivel de seguridad microbiológica al presentar una retención de levaduras, moho y *Escherichia coli* en un 99.9%, mientras que la concentración de proteínas es del 45% en el flujo de retención (Skrzypek *et al*, 2009)

De acuerdo a la literatura científica, las principales variables a considerar en un proceso de filtración utilizando membranas y flujo cruzado son; la presión transmembrana (TMP por sus siglas en inglés, *transmembrane pressure*) y velocidad lineal del flujo cruzado (CFV por sus siglas en inglés, *cross-flow velocity*). La TMP influye en el comportamiento de flujo de permeado y en la retención del fósforo en un proceso para retirar cera del aceite de soya. Asimismo, se recomienda un proceso de acondicionamiento de la membrana para reducir los efectos de polarización e hidrofobicidad, así como una adecuada limpieza de la membrana cuando se presenta una caída del 70% en el flujo de permeado. Por otra parte, el fenómeno de adsorción en la superficie de la membrana ocasiona bajos niveles de

concentración de los componentes en el flujo de permeado (Badan *et al*, 2008). Mientras que la TMP es inversamente proporcional al flujo de permeado y la resistencia de polarización de la superficie de la membrana y la nata de taponamiento son directamente proporcionales a la TMP usando una membrana cerámica de 50 [nm] de ZrO₂ en el tratamiento de aguas residuales de la electrodeposición de pintura automotriz (Agana *et al*, 2011)

El uso de microtamices de silicio con una configuración de microfiltración por flujo cruzado combinada con un flujo pulsátil de alimentación mejora el desempeño de una membrana, donde un pulso de flujo a alta frecuencia permite reducir la caída del flujo de permeado y lo mantiene constante al disminuir la nata de taponamiento (15 [Hz] con una TMP de 150 [mbar]. Así, las condiciones hidrodinámicas de operación; la presión de entrada, la presión transmembrana, la frecuencia del pulso de flujo y la velocidad lineal del flujo de alimentación son clave en el desarrollo de procesos exitosos de microfiltración (Brito *et al*, 2010).

1.2. Fenómeno del taponamiento (“*fouling*”).

Una desventaja de utilizar procesos de separación por membranas es el taponamiento de las membranas y la frecuencia de limpieza. El proceso de limpieza tiene la finalidad de restablecer el flujo de permeado al remover las partículas acumuladas sobre la superficie de la membrana. Además, de satisfacer con estándares de higiene fundamentalmente en procesos que involucran proteínas de suero de leche o leche entera (Muthukumaran *et al*, 2007).

El término de taponamiento en membranas se utiliza para describir la disminución drástica del flujo de permeado, Figura 4. La formación de un gel, o nata, sobre la superficie de la membrana es una de las causas del taponamiento y esto puede ser formado por distintos materiales como hidróxidos metálicos, materia orgánica, materiales macromoleculares, componentes biológicos, etc. Los mecanismos de taponamiento también dependen del proceso, por ejemplo, en electrodiálisis el taponamiento se debe a la precipitación de los poli electrolitos o las

sales poco solubles, en procesos con proteínas puede generarse adsorción o desnaturalización en la superficie de la membrana (Strathmann *et al*, 2006). Una membrana que presenta taponamiento, no solo presenta una reducción del flujo volumétrico de permeado, ofrece un producto deficiente de permeado, incrementa el consumo de energía y los costos de post-tratamiento, así como la reducción del tiempo de vida útil de la membrana (Goosen *et al*, 2005). Es posible utilizar agentes químicos para fines de limpieza y desinfección, su contenido de surfactantes puede favorecer la humectabilidad de la membrana y la solubilidad del material que se deposita en la superficie de la membrana y genera el taponamiento (D'Souza *et al*, 2005).

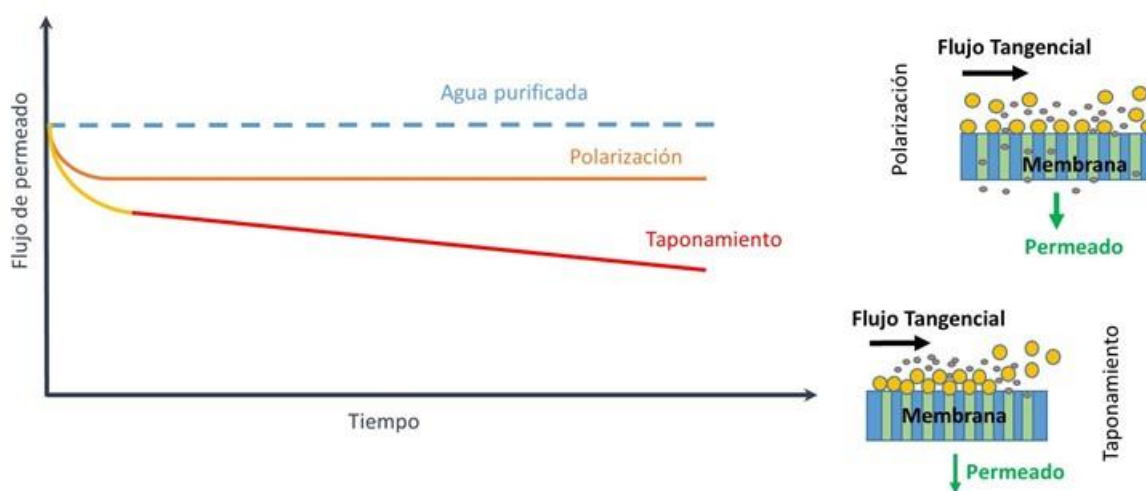


Figura 4. Comportamiento del flujo de permeado en comparativa con la filtración de agua purificada (flujo constante) y los fenómenos de polarización y de taponamiento.

En cuanto al fenómeno de polarización que puede confundirse con el taponamiento debido a la aparente reducción del flujo de permeado. Este fenómeno está basado en la difusión y se lleva a cabo en pocos segundos, es reversible y controlado por un diseño adecuado del proceso, Figura 4. Por otro lado, el taponamiento es un fenómeno que en la mayoría de los casos es irreversible, donde el flujo puede decaer en minutos, horas o días, es un fenómeno difícil de predecir y de describir, su control se lleva a cabo por medio de la experimentación. Las

variables involucradas incluyen los componentes del fluido y su concentración, el material de la membrana y la dinámica del sistema.

1.3. Técnicas de control y reducción del taponamiento.

Los medios de prevención, o control, de los efectos del taponamiento de la membrana son heterogéneos y diferentes como los materiales y mecanismos que los ocasionan. Los principales procedimientos para un control del taponamiento son: pretratamiento del fluido, modificaciones a la superficie de la membrana, optimización de la hidrodinámica del módulo de la membrana y limpieza de la membrana con agentes químicos.

Un método físico consiste en incrementar los esfuerzos de corte sobre la superficie de la membrana por el flujo de alimentación y reducir los efectos debidos a la nata, o gel, así como altas velocidades de flujo de alimentación y un diseño conveniente del módulo de la membrana. Por otro lado, un método hidrodinámico es el enjuague de la superficie por retrolavado, en el que se invierte el sentido del flujo de permeado en la membrana para retirar el material que se precipita en la superficie de la membrana, el proceso se realiza por intervalos de tiempo con una duración en segundos (Strathmann *et al*, 2006; Shi *et al*, 2014).

Otros métodos se han propuesto para el control y reducción del taponamiento en las membranas, así como para mejorar la eficiencia de la limpieza de la membrana, que incluyen la vibración, el burbujeo por gas, el lavado a contracorriente, el flujo pulsátil y el campo eléctrico. Sin embargo, cada método cuenta con limitaciones; por ejemplo, el burbujeo por gas consume demasiado tiempo al interrumpir el proceso y llevar a cabo la limpieza de la membrana, mientras que el método de campo eléctrico puede inducir el efecto de electrolisis en el fluido (Cai *et al*, 2014). Por otro lado, Bilad *et al* (2012) confirman las ventajas del uso de las vibraciones como mecanismo de control de taponamiento, ellos estudiaron un

proceso de filtrado con membranas sometidas a vibraciones magnéticas y muestran el aumento del flujo de permeado en proporción a las frecuencias de hasta 60 [Hz].

1.4. Limpieza ultrasónica.

Las ondas ultrasónicas generan fenómenos de cavitación y flujo acústico, acompañados de microcorrientes. Las burbujas que colapsan cerca de la superficie provocan una irrupción asimétrica y generan un vacío que es seguido por un flujo de corriente a alta velocidad del orden de $100 \text{ [m s}^{-1}\text{]}$, lo que favorece al arrastre de las partículas depositadas en la superficie de la membrana y cercanas a este fenómeno de cavitación. Además, la irradiación ultrasónica no daña las características de la membrana, sólo tiene influencia en mantener el flujo de permeado constante y disminuir el taponamiento de la membrana.

El uso de campos de ultrasonido en los procesos con membranas son una alternativa de control para reducir el taponamiento y mantener la calidad del flujo de permeado. Las propiedades del campo de ultrasonido tienen efectos significativos en el desempeño de la membrana en un sistema de flujo cruzado, donde los parámetros críticos son la frecuencia, la potencia y la dirección de la irradiación del campo de ultrasonido (Kobayashi *et al*, 2003).

Los factores que intervienen en el uso de ondas ultrasónicas y la limpieza de las superficies de las membranas son los siguientes (Kyllönen *et al*, 2005):

- La eficiencia de limpieza de la superficie es mejor con bajas frecuencias de operación del ultrasonido.
- El incremento de la potencia incrementa los efectos sonoquímicos.
- Un flujo constante de permeado puede ser constante con el uso de un campo intermitente de ultrasonido.
- Los efectos del ultrasonido disminuyen en efectividad con fluidos viscosos y concentrados.

- Velocidades altas de alimentación en flujo tangencial disminuyen los efectos del ultrasonido.
- El aumento de la temperatura reduce los efectos de la cavitación.
- El aumento de la presión favorece a la cavitación y la intensidad del colapso de la burbuja.

Se propone el uso de la limpieza química asistida por ultrasonido para retirar las impurezas en membranas de ultrafiltración poliméricas de fluoruro de polivinilideno. Las membranas se sometieron a la filtración de una fermentación de ácido láctico y se hace uso de los químicos (NaOH y NaCl) diluidos en agua desionizada como agentes de limpieza. Los resultados ofrecen una recuperación del flujo del 97.5% con el uso del ultrasonido en una frecuencia de 100 [kHz] combinado con el uso de una mezcla del 1% de NaOH y NaCl (Wang *et al*, 2013).

El uso de la limpieza por ultrasonido beneficia en la reducción de la materia orgánica depositada en la superficie de la membrana de polisulfona y el decremento de la TMP respecto al tiempo, sin que el ultrasonido provoque degradación de la materia orgánica por la cavitación generada por las burbujas a bajas frecuencias (Naddeo *et al*, 2014). Esto mismo se presenta en la reducción de la capa de nata de materia orgánica (disolución en agua destilada de ácido húmico ($C_9H_8Na_2O_4$, 50-60%) y bentonita ($H_2Al_2O_6Si$) que se genera en membranas poliméricas de politetrafluoretileno en procesos de microfiltración para purificar aguas subterráneas. Sin embargo, no es posible disminuir el taponamiento una vez que los poros son bloqueados. La técnica del ultrasonido en combinación con químicos y la técnica de retrolavado permiten recuperar el 96% del flujo de permeado (Kan *et al*, 2016).

En la limpieza de membranas de polietersulfona (PES) se muestra una ganancia en la remoción de concentraciones de proteínas del suero de queso, donde la eficiencia de limpieza se presenta con el uso combinado de ultrasonido y químicos es del 5 al 17 % (Luján *et al*, 2017). En ultrafiltración de agua para consumo humano, frecuencias de operación del ultrasonido de 20 [kHz] y una potencia de 16 [W] favorecen a mantener constante el flujo de permeado por un

mayor tiempo que los procesos sin asistencia de ultrasonido. Sin embargo, las concentraciones de calcio y el pH disminuyen los efectos del ultrasonido, ya que a bajas concentraciones de calcio y valores de pH, entre 4-8, favorecen a disminuir el taponamiento (Gao *et al*, 2012).

En el caso de las membranas de fibras huecas, su desempeño es susceptible a la irradiación ultrasónica y no presentan mejoría alguna en el flujo de permeado en comparación con las membranas planas (Cai *et al*, 2014).

El uso continuo del ultrasonido a una frecuencia de 50 [kHz] tiene mayor efectividad en la reducción del taponamiento y limpieza de la membrana que en el uso intermitente del ultrasonido a una frecuencia de 1 [MHz]. El uso de pulsos de ultrasonido favorece poco a las variaciones de flujo en cualquier frecuencia, pulsos a altas frecuencias puede causar disminución en el flujo de permeado cuando existe una presión transmembrana alta y velocidades bajas de flujo cruzado. Además, el uso de altas frecuencias puede favorecer que el taponamiento de la superficie sea irreversible (Muthukumaran *et al*, 2007).

1.5. Limpiadores ultrasónicos dentales.

Los limpiadores ultrasónicos dentales tienen su uso clínico para remover biopelículas y cálculos dentales por medio de distintas puntas (*tips*) montadas en piezas de mano. La cavitación que se lleva a cabo en las zonas libres de contacto en estas puntas contribuye al proceso de limpieza dental, en algunos casos se puede realizar una limpieza sin contacto con el diente o encía. El desarrollo de la nube de microburbujas depende de la geometría de cada punta del limpiador ultrasónico (figura ilustrativa de las puntas del scaler), así como de la frecuencia de operación. Puntas como la 10P de *Booster P5 Satelec*, Figura 5, presentan el mejor desempeño para producir un área de cavitación, con dimensiones de altura y ancho superiores a las áreas producidas por otras puntas, 1 y 2, en una frecuencia de operación de 29 [kHz]. (Vyas *et al*, 2016).

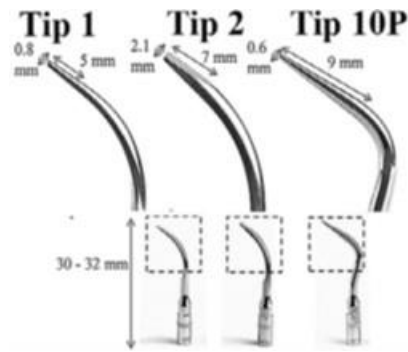


Figura 5. Tres puntas (Tips) de estudio del equipo Booster P5 Satelec®. Imagen recuperada de Pecheva et al, 2016.

Las puntas con geometrías delgadas favorecen a la remoción de la biopelícula *Serratia*, donde la cavitación generada ayuda a remover la placa dento bacteriana y los cálculos sin tener un contacto mecánico entre la punta del limpiador y el diente. Mientras que la irrigación de agua en la punta suprime las vibraciones, el sumergir la punta en un estanque de agua incrementa la amplitud de las ondas. Lo anterior favorece a la limpieza de la biopelícula depositada en vidrio y titanio (Pecheva et al, 2016).

Gartenmann et al (2016) estudiaron los efectos de remoción de seis especies distintas de biopelículas por medio de un limpiador ultrasónico magnetoestrictivo (*Cavitron*®) sumergido en una solución de NaCl con tiempos de operación de 15 [s], sin contacto con la superficie y a distancias de 0.25 y 0.5 [mm]. Además, la operación sin contacto se realiza con posiciones de la punta de manera perpendicular y paralela a la superficie a limpiar. En la distancia de 0.25 [mm] y de manera paralela se presentan los mejores resultados que las otras configuraciones, la remoción de la biopelícula es cercana a la prueba de control en contacto directo con la superficie. La limpieza de la superficie dental se beneficia con los efectos de la cavitación y energía acústica y no con el incremento en la fuerza mecánica aplicada por el dentista durante la limpieza.

1.6. Motivación.

La necesidad del aumento del tiempo de vida útil de una membrana motiva a realizar un estudio de los efectos de un limpiador ultrasónico dental como método de limpieza de la superficie de membranas cerámicas de disco, posterior a un proceso de microfiltración por flujo cruzado para mantener el proceso de filtración y obtener productos que cubran los estándares particulares, así como la posibilidad de su implementación como técnica de reducción de taponamiento *in situ*, sin interrupción del proceso de filtración.

1.7. Objetivos.

- Objetivo general.

Estudiar los efectos de un limpiador ultrasónico como técnica de reducción de taponamiento en la superficie de membranas de disco cerámicas.

- Objetivos particulares.

- Implementar un sistema de microfiltración para membranas cerámicas de disco.
- Realizar un estudio de visualización de las perturbaciones que origina un limpiador ultrasónico dental.
- Seleccionar una punta (*tip por su nombre en inglés*) del limpiador ultrasónico dental para su uso como reductor de taponamiento de membranas de disco.
- Realizar un estudio comparativo entre la limpieza química y la limpieza con el ultrasónico dental.

1.8. Hipótesis.

La cavitación ultrasónica *in situ* por medio de un limpiador ultrasónico dental contribuye a la remoción de las partículas de la superficie de la membrana y en la reducción del taponamiento de sus poros.

1.9 Estrategia.

En la Figura 6 se puede observar de forma general la estrategia experimental, que consiste en verificar el desempeño de las puntas ultrasónicas y seleccionar la punta que sea factible para la limpieza de la superficie de una membrana. Los experimentos se llevan a cabo con fluidos modelo traslucidos con propiedades físicas semejantes a los fluidos de uso industrial.

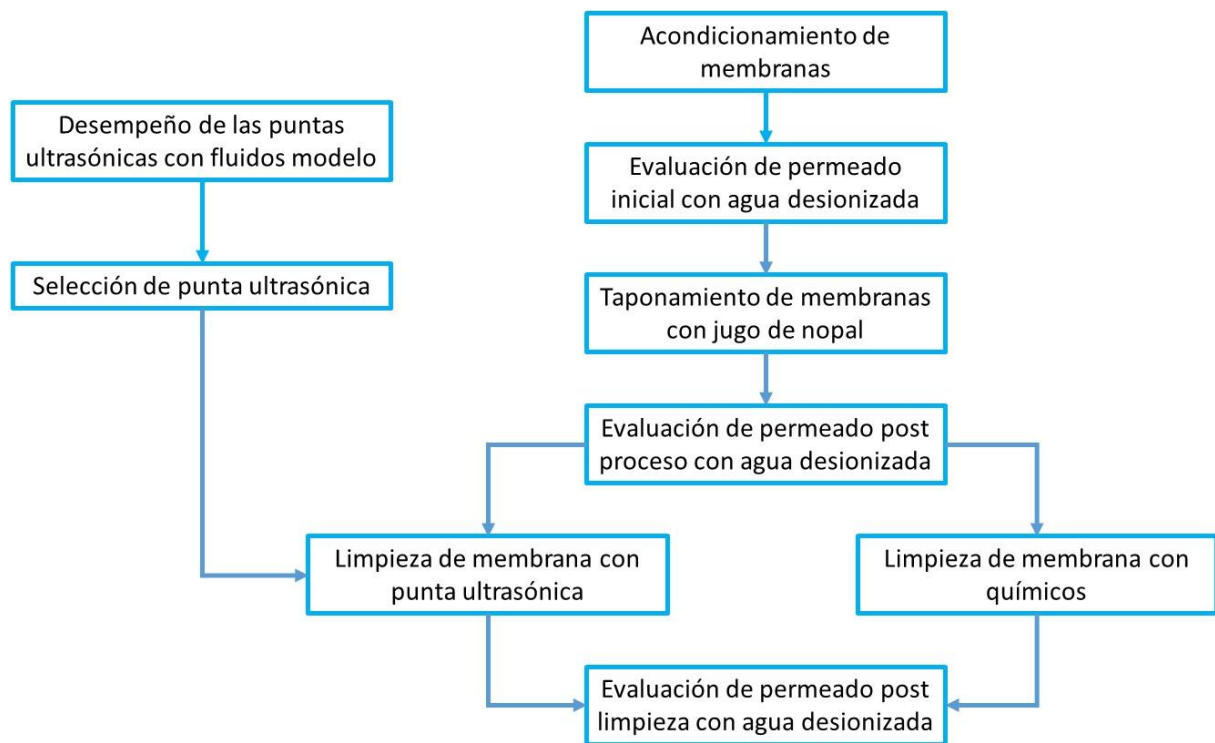


Figura 6. Diagrama descriptivo de la estrategia experimental.

Por otro lado, dos membranas cerámicas de disco se acondicionan con agentes químicos para eliminar los residuos de materiales por el proceso de

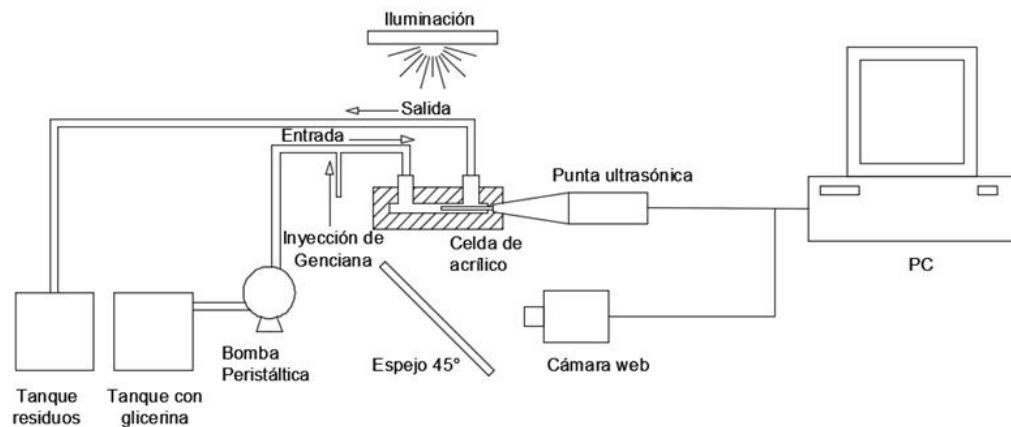
fabricación y se estima el flujo inicial de permeado de agua por cada membrana. Posteriormente se realiza un proceso de microfiltración de jugo de nopal para alcanzar el taponamiento de las membranas y estimar el flujo de permeado de agua posterior a la filtración por cada membrana.

Por último, se realiza la limpieza de la superficie de una membrana con la punta ultrasónica y agua. Mientras que la otra membrana se limpia con agentes químicos. Se estiman los flujos de permeado de agua posteriores a la limpieza por cada membrana y se realiza una comparativa de la recuperación de flujo de permeado entre ambas membranas.

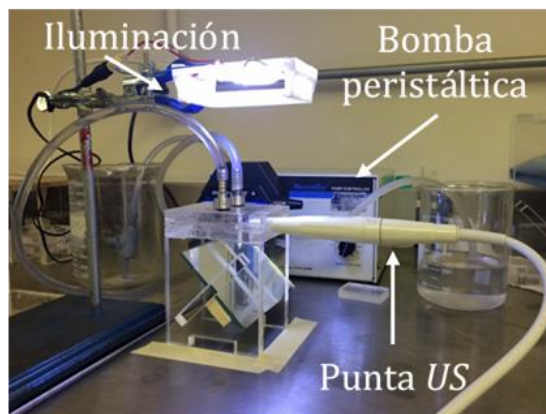
2. Visualización del alcance de las perturbaciones generadas por la punta ultrasónica.

2.1. Descripción del sistema experimental.

El equipo para realizar las pruebas de visualización del efecto de la punta ultrasónica está compuesto básicamente por; una bomba peristáltica, una celda de acrílico, la punta del limpiador ultrasónico dental, una cámara web y un sistema de iluminación por leds, Figura 7.



a)



b)

Figura 7. Sistema para visualización del efecto de las puntas: a) Esquema del sistema; b) Montaje experimental.

La bomba peristáltica es una *easy-load II*, *Masterflex®*, con un flujo de 0.0012 a 2300 [mL min⁻¹], con una velocidad de rotación de 0.02 a 600 [rpm], una capacidad de flujo volumétrico de 1.7 [mL rev⁻¹] y presión máxima de 2.4 [bar] con el montaje de manguera (*tubing por su nombre en inglés*) L/S 25, Figura 8.



Figura 8. Bomba peristáltica *easy-load II*, *Masterflex®*

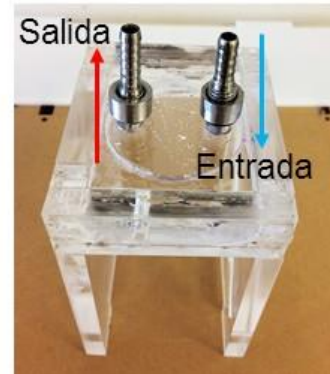


Figura 9. Celda de acrílico.

La celda de acrílico está fabricada con placa de acrílico de 6 [mm] (Figura 9) tiene una cámara de flujo de 47 [mm] de diámetro y una altura de 4 [mm]. En la parte superior de la cámara se cuenta con dos conexiones tipo espiga para el uso de mangueras L/S 25 *Masterflex®*, con diámetro interior de 4 [mm], a una distancia de 9.5 [mm] del centro de la cámara y equidistantes a 180°, las conexiones permiten la entrada y salida del fluido. En una de las paredes laterales, a 90° respecto a la línea de referencia entre los agujeros de entrada y salida del fluido se localiza un agujero que permite el ensamble de la punta ultrasónica.

El limpiador ultrasónico dental *Booster P5*, *Satelec®* [Figura 10 (a)] es una pieza de mano de ultrasonido esterilizable y cuenta tres puntas de geometría básica; 1, 2 y 10P, Figura 10 (b). En cuanto a las características técnicas, tiene una potencia máxima de consumo de 40 [VA], frecuencia de operación de los 27 a 33 [kHz], con alimentación de 110 [V] a 60 [Hz]. Las dimensiones exteriores son de 155 x 150 x 60 [mm] (ancho x largo x altura) y tiene un peso promedio de 1.2 [kg]. Su servicio es intermitente de 5 [min] de operación y 10 [min] de reposo.



Figura 10. Sistema de limpieza ultrasónica, scaler *Booster P5*, Satelec®. a) Sistema de limpieza ultrasónica; b) puntas de limpieza; 10P, 2 y 1.

La cámara web es una cámara *Logitech HD Pro WEBCAM C920 Full HD* (1920 x 1080 píxeles) con conexión USB y capacidad de 60 FPS, Figura 11.

La iluminación se realiza por medio de *leds* color blanco de 6000 – 7000 [K], alimentación de 12 [V] y 3 [A], Figura 12.



Figura 11. Cámara web LogitechC920



Figura 12. Tira de leds color blanco

2.2. Operación de las puntas en glicerina y violeta de genciana como trazador.

La experimentación se realiza con glicerina pura y glicerina al 90% w/w diluida con agua destilada, la viscosidad dinámica es de 0.77 y 0.16 [Pa s] respectivamente. La violeta de genciana también es diluida en la glicerina 90% w/w para ser utilizada como fluido trazador. La punta 1 se utiliza como punta de prueba para la previsualización y montaje del experimento, Figura 13. Se opera con una frecuencia de 30 [kHz] y la bomba peristáltica ofrece un flujo de alimentación de 3 [mL s⁻¹]. En la Figura 13 se observa que hay exceso de iluminación y las perturbaciones que se llegan a observar corresponden al flujo pulsátil que genera la bomba peristáltica. Por otro lado, en la parte interior de la punta se observa una geometría semielíptica que refiere al canal de irrigación de la punta ultrasónica y su efecto de bombeo. Además, se presupone que la velocidad del flujo de alimentación a la cámara disminuye los efectos de la operación ultrasónica de la punta.

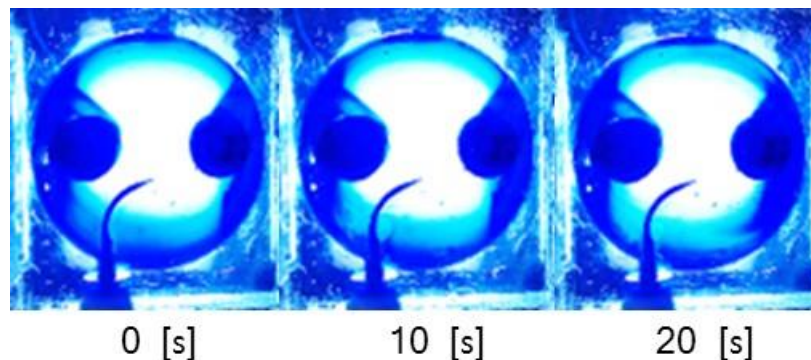


Figura 13. Operación de la punta 1 con una frecuencia de 30 kHz y con flujo en la cámara de la celda de acrílico de 3 [mL s⁻¹].

En la Figura 14 se puede observar la repetición del experimento con la punta 1 en 3 frecuencias de operación; 27, 29 y 31 [kHz], con un flujo de 1 [mL s⁻¹] con un tiempo de operación de 20 [s] y prescindiendo de la iluminación por leds. En estas imágenes se observan los trazos del flujo pulsátil de alimentación por parte de la bomba peristáltica y el desarrollo de vórtices cercanos al extremo de la punta, así como en la parte interior del perfil donde se efectúa la irrigación del limpiador.

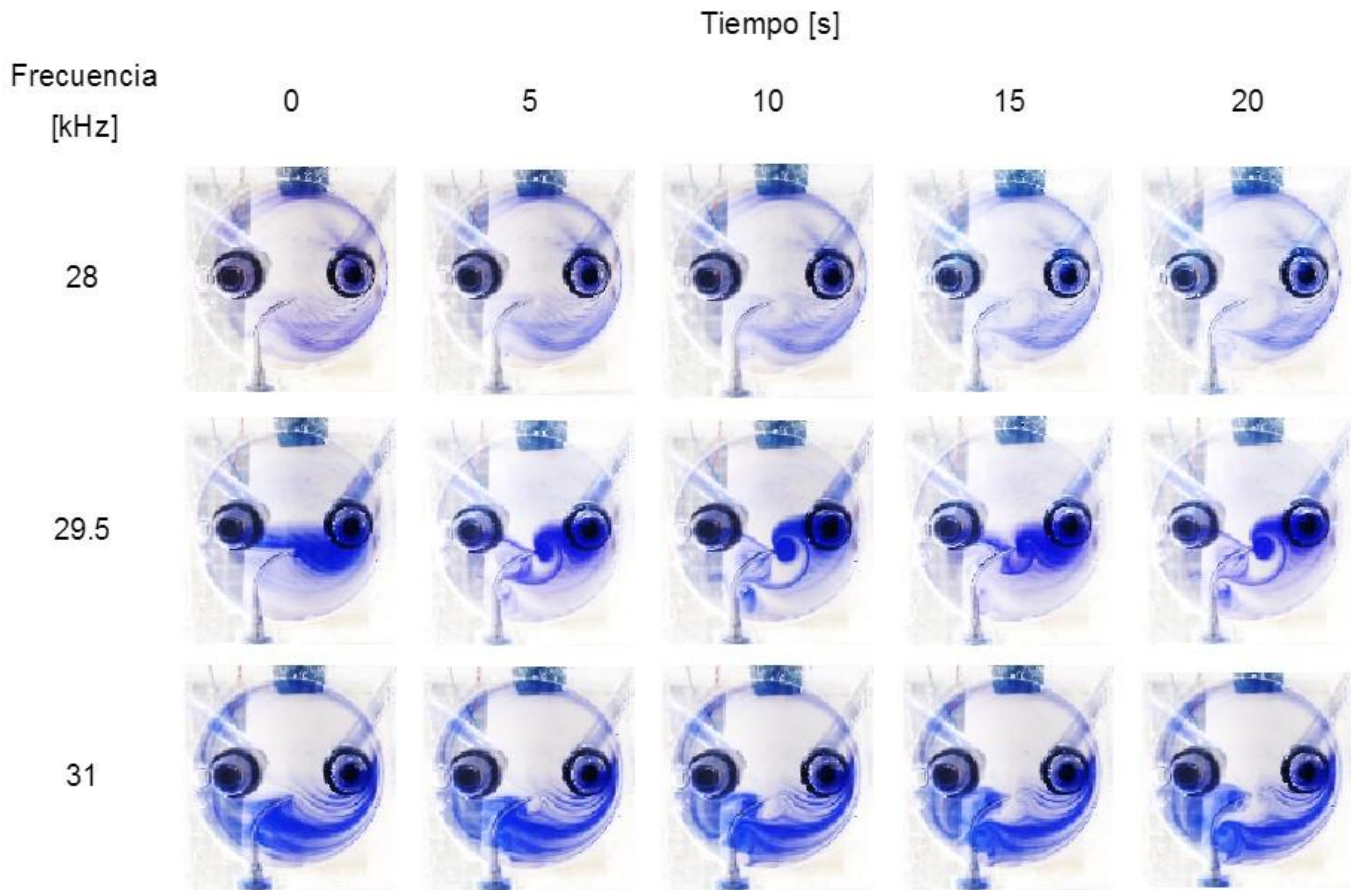


Figura 14. Operación de la punta 1 en distintas frecuencias, 28, 29.5 y 31 [kHz], el fluido de prueba es la glicerina al 90% con una viscosidad de 0.16 [Pa s].

Con la ayuda de *AutoCAD*® se realiza una evaluación del área del vórtice que se genera, Figura 15, siendo a la frecuencia de 29 [kHz] la de mayor área generada, 30.67 [mm²], mientras que a los 28 [kHz] el área es de 22.75 [mm²] y a los 31 [kHz] de 13.71 [mm²]. Lo anterior, permite definir que el límite de operación con mayor amplitud de perturbaciones de operación en glicerina 90% es de los 29 [kHz].

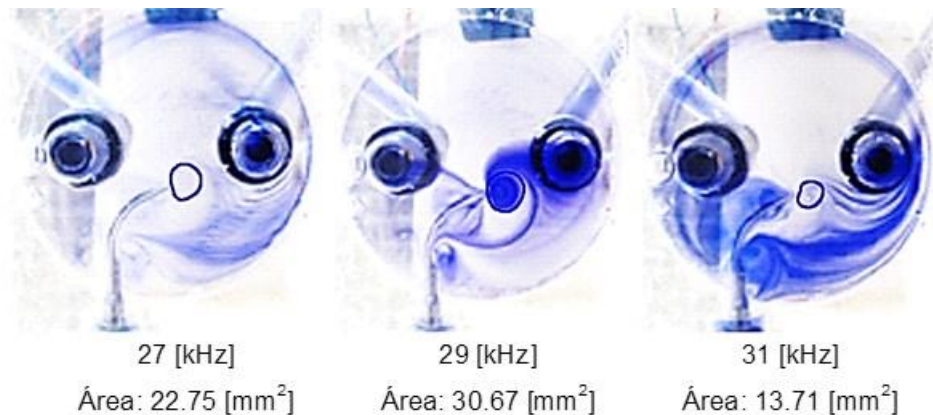
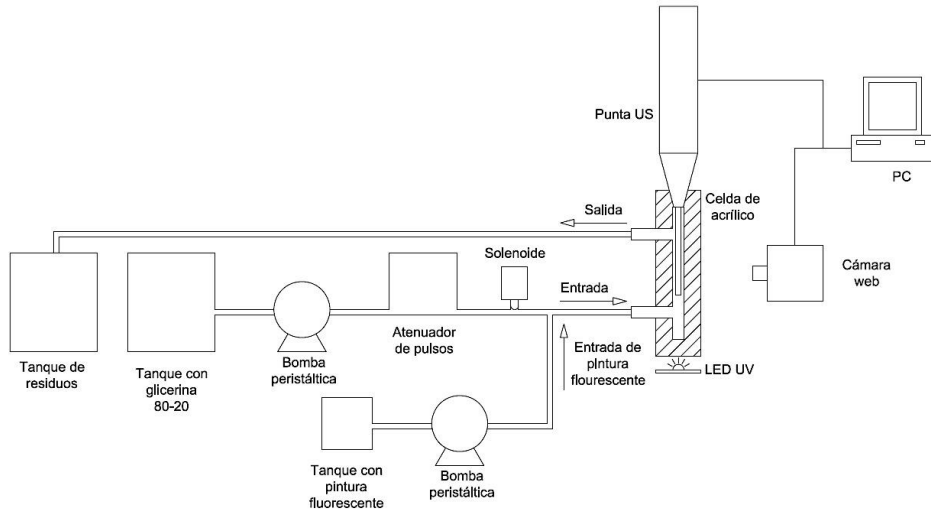


Figura 15 Evaluación del área del vórtice generado por la punta 1 en 3 frecuencias de operación; 27, 29 y 31 [kHz] a los 20 [s].

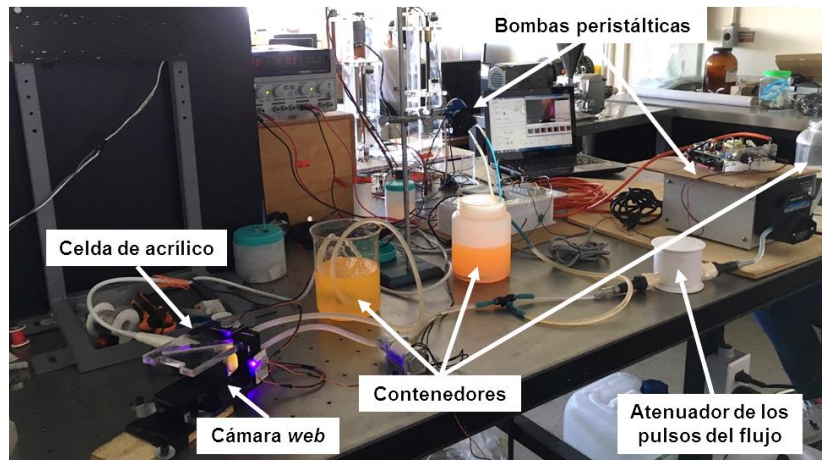
2.3. Operación de las puntas en glicerina y pintura fluorescente.

En la visualización de la operación de las tres puntas del limpiador ultrasónico se realizan cambios al sistema experimental. Se hace uso de glicerina 80% w/w con una viscosidad de 0.05 [Pa s]. Se cambia el fluido trazador de violeta de genciana por pintura fluorescente. La inyección por jeringa del flujo trazador se sustituye por una bomba peristáltica. Se elimina el espejo y se cambia la iluminación de leds por leds ultrabrillantes UV, Figura 16. La celda de acrílico se oscurece al forrarla con cinta de color negro, dejando libre la ventana de sección circular para observar el flujo por medio de la fluorescencia al interior de la cámara, Figura 17.

Los experimentos se realizan en condiciones de flujo y sin flujo de alimentación a la celda de acrílico. Las tres puntas del limpiador ultrasónico se operan en frecuencias de; 27, 29 y 31 [kHz] y con un tiempo de 20 [s].



a)



b)

Figura 16. Arreglo experimental para la visualización con pintura fluorescente. a) Esquema del sistema; b) montaje experimental.

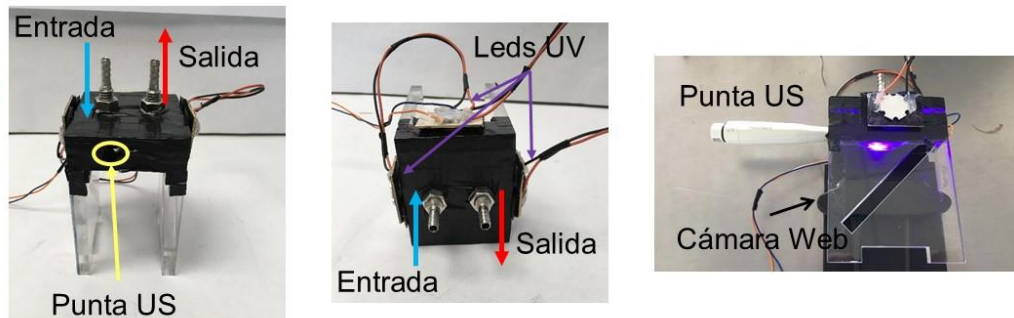


Figura 17. Celda de acrílico acondicionada para iluminación por leds ultrabrillantes UV.

En las Figuras 18, 19 y 20, se observan las respuestas del fluido con las diferentes geometrías de las puntas y frecuencias de operación.

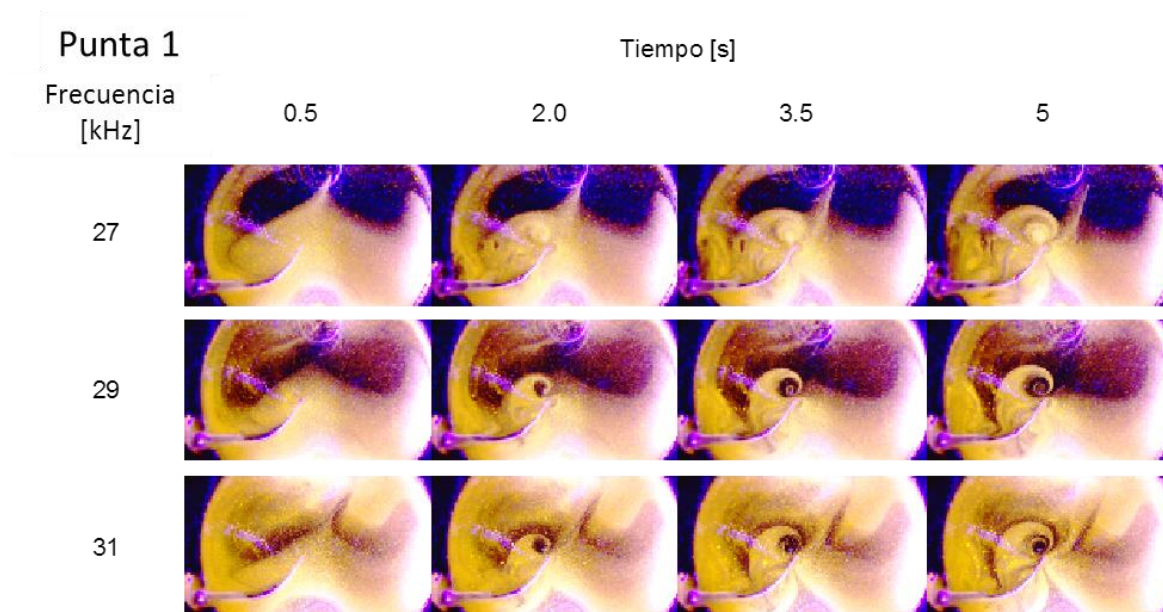


Figura 18. Operación de la punta 1 a tres frecuencias distintas en un tiempo de operación de 5 [s] inmersas en glicerina al 80% y con un flujo de alimentación de 1 [mLs⁻¹]

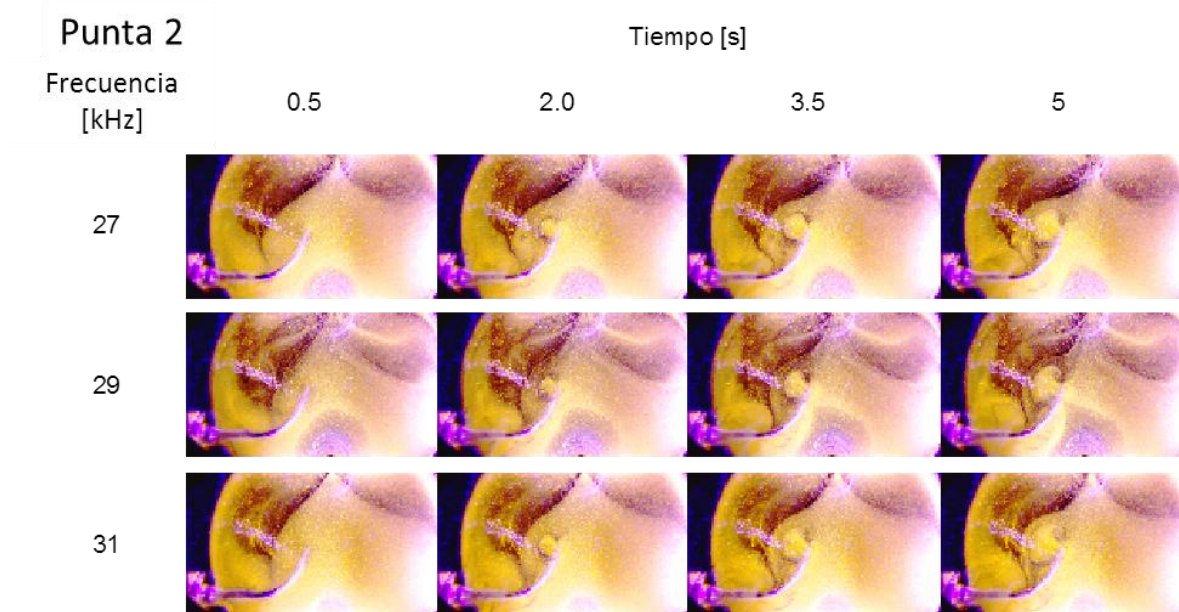


Figura 19. Operación de la punta 2 a tres frecuencias distintas en un tiempo de operación de 5 [s] inmersas en glicerina al 80% y con un flujo de alimentación de 1 [mLs⁻¹]

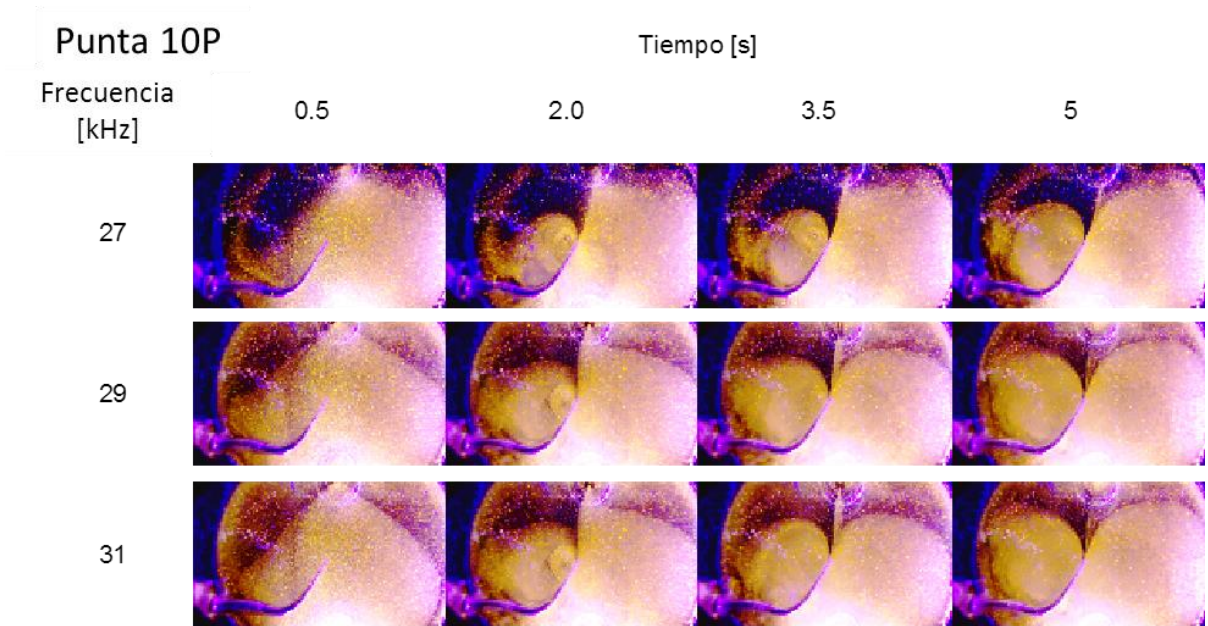


Figura 20. Operación de la punta 10P a tres frecuencias distintas en un tiempo de operación de 5 [s] inmersas en glicerina al 80% y con un flujo de alimentación de 1 [mLs⁻¹]

En los casos de las puntas 1 y 2, Figuras 18 y 19, se observan las zonas de vórtices en el extremo de las puntas y en la parte media de la geometría curva. En el caso de la punta 10P, Figura 20, se aprecia que el desarrollo de dos zonas de vórtice a los costados de la punta, que son de mayor área que los mostrados por las puntas 1 y 2. Además, se observa que la punta 10P genera solo dos áreas de afectación, mientras las otras puntas generan 4 áreas pequeñas distribuidas en los extremos y costados de la geometría de la punta.

En las tres puntas se observan desarrollos similares a diferentes frecuencias de operación. Sin embargo, la evaluación del área aproximada por medio del AutoCAD®, Figura 21, revela que las áreas que se generan por la operación de la punta ultrasónica son distintas para cada una de las puntas. En el caso de la punta 1, las áreas que se presentan al interior de la geometría de la punta son de mayor dimensión a la frecuencia de operación de 27 [kHz], área azul de 22.87 [mm²] y área roja de 131.1 [mm²], Figura 21 (a). El área presente en el interior de la geometría curva de la punta 2 presenta comportamiento irregular, Figura 21 (b), dado que el

área (azul) cercana al extremo de la punta es de mayor dimensión, 40.85 [mm²], a los 31 [kHz] y el área (roja) al interior de la geometría curva es de mayor dimensión a los 27 [kHz]. La punta 10P presenta solo un área (roja) al interior de la geometría que es de mayor dimensión, 287.37 [mm²], a la frecuencia de 31 [kHz] (Figura 21c).

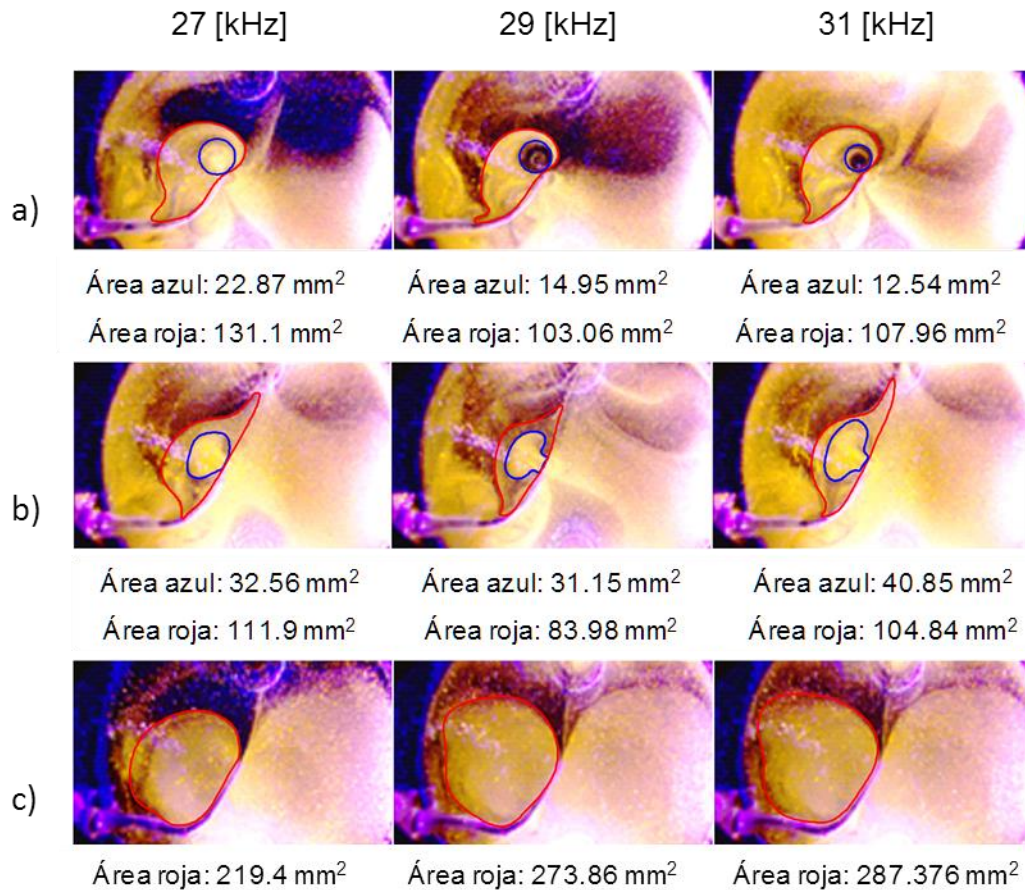


Figura 21. Evaluación del área de alcance por las puntas ultrasónicas: a) Punta 1; b) Punta 2 y c) Punta 10P. La evaluación de área se hace por medio del *software* AutoCAD ®.

Con base en los resultados de la evaluación de dimensiones de área donde la punta 10P presenta una mayor área de perturbación sin presencia de flujo en la cámara, se realizan experimentos a la frecuencia de 31 [kHz] con un flujo de alimentación a la cámara de 1 [mL s⁻¹].

En la Figura 22 el desarrollo del flujo de 1 mL s^{-1} se realiza de abajo hacia arriba y se describe cada 1.5 [s] a partir de los 0.5 [s] y hasta los 5 [s] . En las imágenes correspondientes a la punta 2 se observa que los efectos de la operación de la punta ultrasónica se minimizan por el flujo de alimentación presente. La punta 1 presenta un breve desarrollo cercano al extremo de la punta y en la parte interior de la geometría curva de la punta. En el caso de la punta 10P se mantiene su capacidad de operación a pesar de los efectos del flujo de alimentación y se observan las áreas semielípticas al interior y exterior de la geometría curva de la punta, mismas áreas presentes con flujo o sin flujo. Así, se define a la punta 10P del limpiador ultrasónico como la punta de prueba para realizar la limpieza de la superficie de la membrana de disco debido a su capacidad de operar y generar zonas de vórtices similares bajo condiciones de flujo y sin flujo de alimentación en tres frecuencias de operación distintas.

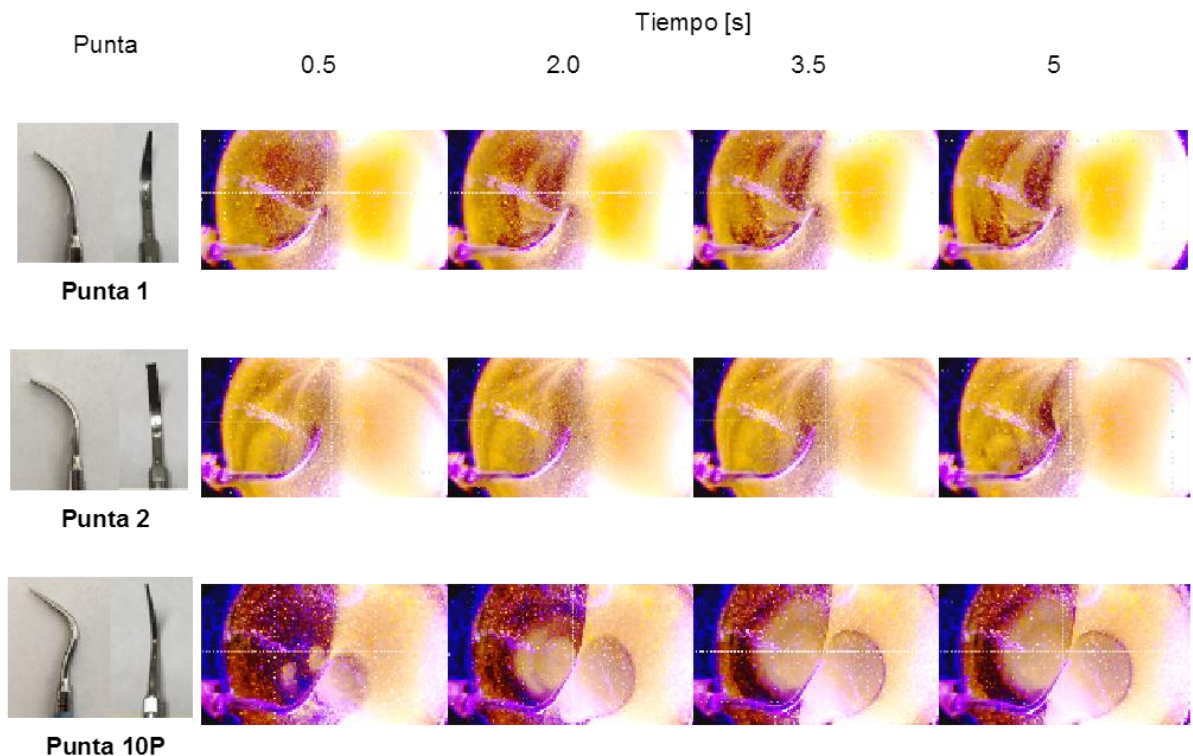


Figura 22. Operación de las puntas bajo condiciones de flujo de alimentación de 1 mLs^{-1} y a una frecuencia de operación de 31 [kHz] .

3. Implementación del limpiador ultrasónico dental para la limpieza de las membranas cerámicas de disco.

3.1. Metodología.

Se eligieron dos membranas M1 y M2, para realizar el estudio de la limpieza por la punta ultrasónica (M1) y compararlo con la limpieza química (M2). Previo al proceso de la caracterización del desempeño de las dos membranas, se realiza una prueba de limpieza entre las puntas 1 y 10P. La prueba consiste en observar el área limpia que alcanza cada punta y definir cuál de ellas es la óptima para la limpieza posterior al taponamiento.

A continuación, se enlista el proceso para realizar la evaluación de la limpieza ultrasónica y química de las membranas.

1. Acondicionar las membranas por medios químicos, NaOH y NH_4OH , haciendo uso de la celda de microfiltración con un flujo de alimentación de $25 \text{ [mL s}^{-1}\text{]}$ y una TMP de 0.3 [bar] .
 - a. NaOH, $15 \text{ [g L}^{-1}\text{]}$ por 30 [min] a una temperatura de $80 \text{ [}^\circ\text{C]}$.
 - b. NH_4OH , $1.5 \text{ [mL L}^{-1}\text{]}$ por 30 [min] a una temperatura de $30 \text{ [}^\circ\text{C]}$.
2. Evaluar la permeabilidad inicial de cada membrana con agua destilada con presiones TMP de 0.3 y 0.5 [bar] , a temperatura ambiente $20 \text{ [}^\circ\text{C]}$.
3. Someter las membranas a un proceso de microfiltración de jugo de nopal con viscosidad de 0.045 [Pa s] y presiones TMP de 0.3 y 0.5 [bar] .
4. Evaluar la permeabilidad con agua destilada, posterior al taponamiento del jugo de nopal.
5. Limpiar la membrana M1 a los agentes químicos para restablecer la superficie de permeado.
6. Limpiar la membrana M2 con la punta ultrasónica y con un flujo de agua destilada de 5.4 [mL s] .

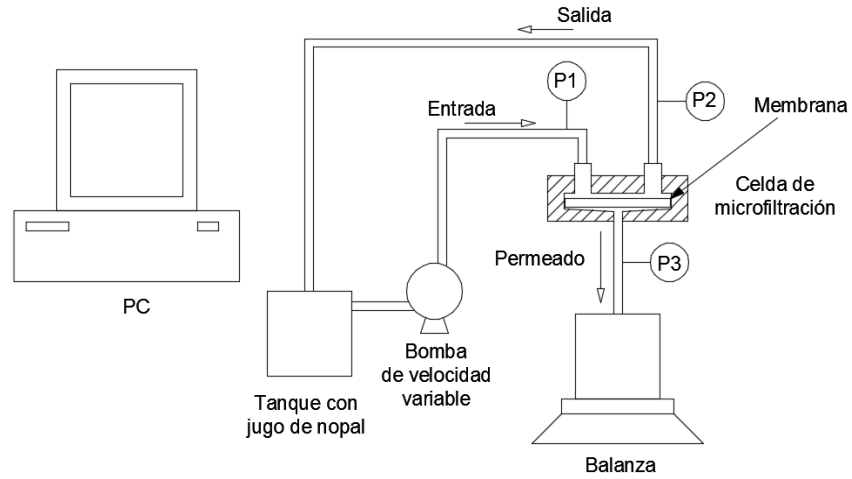
7. Evaluar la permeabilidad posterior a la limpieza de cada membrana con agua destilada con presiones TMP de 0.3 y 0.5 [bar], a temperatura ambiente 20 [°C].
8. Evaluar las resistencias propias de las membranas M1 y M2.

El trabajo realizado en este capítulo fue la base para un artículo que se envió a evaluación al *Journal of Ultrasonics*, consultar Anexo 1.

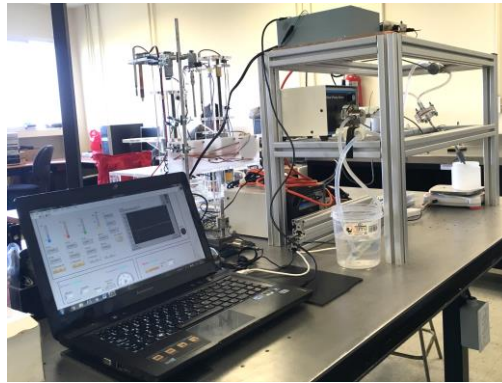
3.2. Descripción del sistema.

El sistema de microfiltración consta básicamente de una bomba de velocidad variable, una celda de la membrana con soporte giratorio, membranas cerámicas de disco y limpiador ultrasónico dental, Figura 23.

La celda de microfiltración está fabricada en acrílico (Figura 24) cuyo diámetro exterior es de 76 [mm], en su interior tiene una cámara de 47.2 [mm] de diámetro y una profundidad de 10.79 [mm], en la parte inferior y de manera concéntrica a la cámara se encuentra un agujero roscado 1/8 pulgadas NPT para la conexión de la línea de permeado. La celda con 3 agujeros roscados M6 x 1 en un diámetro de 60 [mm] equidistantes a 120°. La tapa tiene el mismo diámetro exterior que la base y una caja circular concéntrica de 40.5 [mm] de diámetro y una profundidad de 3.4 [mm], cuenta con dos agujeros roscados 1/8 pulgadas NPT a una distancia del centro de 13 [mm] y equidistantes a 180°, para la instalación de las líneas de entrada y salida del fluido. Anexos 2 y 3.

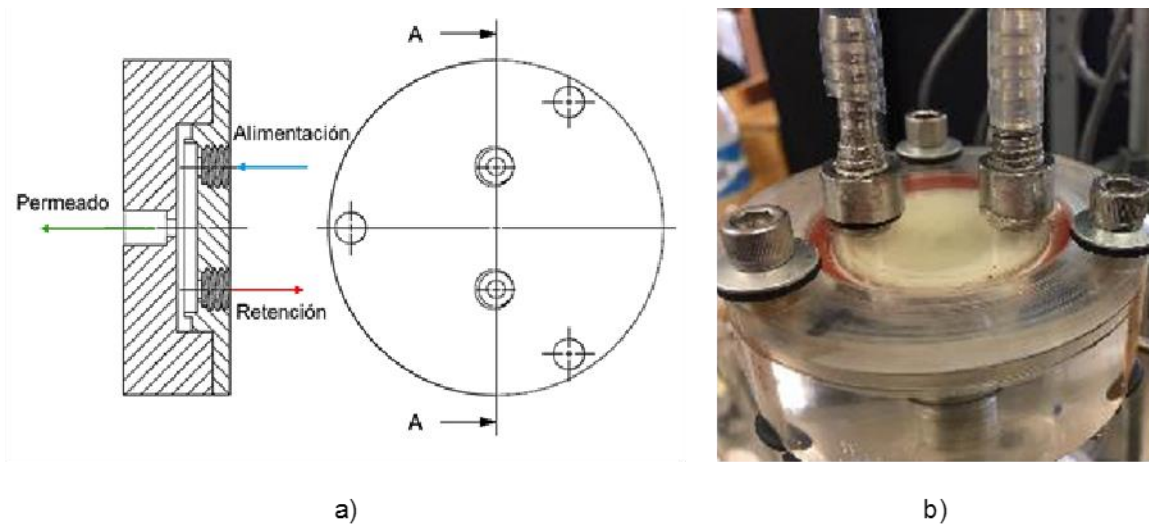


a)



b)

Figura 23. Esquema del sistema. a) Esquema; b) Montaje experimental.



a)

b)

Figura 24. Celda de microfiltración: a) Esquema; b) Montaje experimental.

La celda de limpieza es fabricada en acero inoxidable (Figura 25) cuenta con una cámara de 47.2 [mm] de diámetro y altura de 16.97 [mm]. En la parte inferior se localiza un agujero concéntrico de 10.28 [mm] de diámetro donde se inserta el soporte de la membrana de PVC.

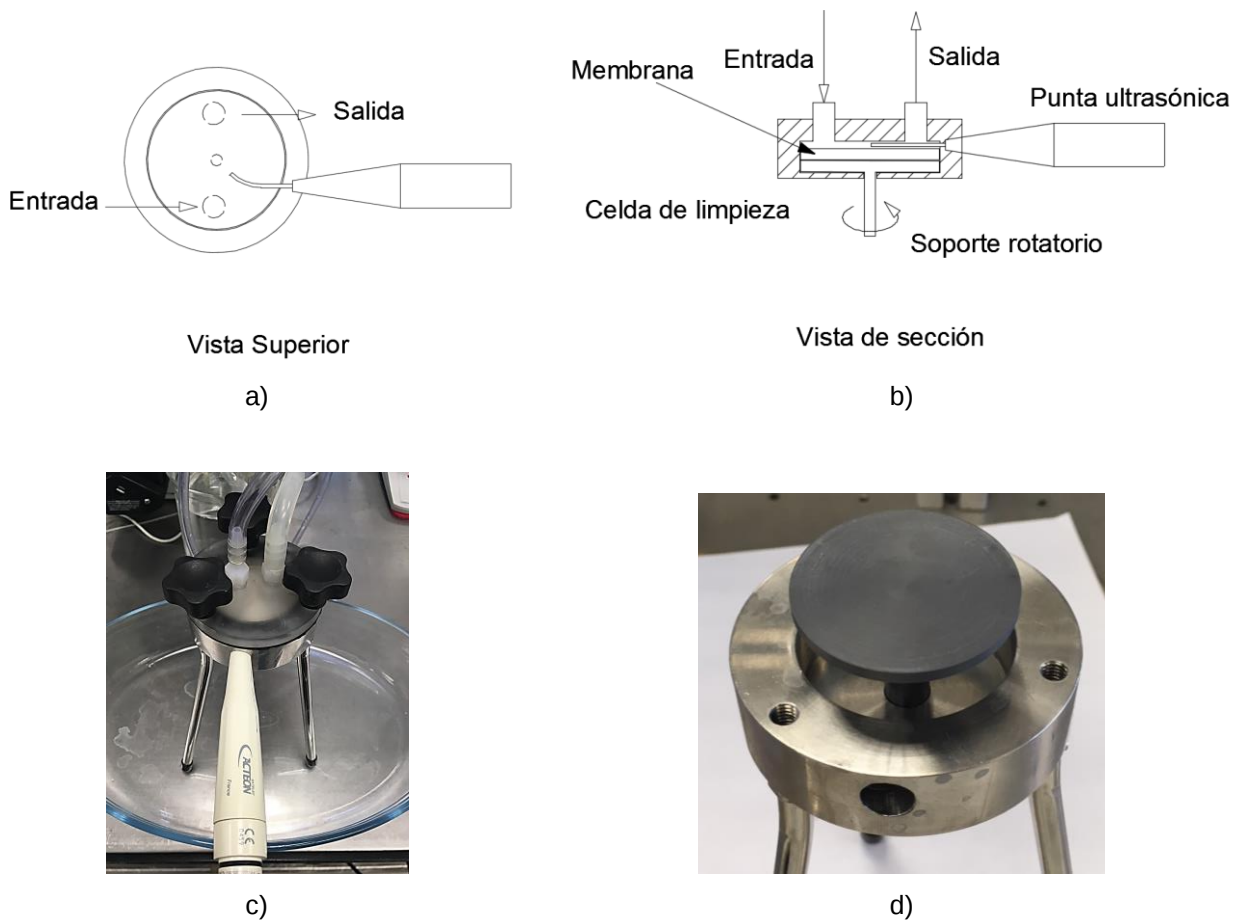


Figura 25. Celda de limpieza con soporte rotatorio y punta ultrasónica: a) Vista de superior del arreglo de la punta en relación a la entrada y salida del fluido en la cámara; b) Vista de sección de la celda con el montaje de la punta ultrasónica; c) Montaje experimental de la celda; d) Soporte de PVC de la membrana al interior de la celda.

El soporte de la membrana tiene un diámetro de 47 [mm] y altura de 2.96 [mm] y en la parte inferior un eje de 10.28 [mm] de diámetro, lo que permite la rotación libre del soporte. La cámara cuenta con agujero sobre la pared cilíndrica para el soporte de la punta ultrasónica y se encuentra a una distancia de 4.7 [mm]

respecto al centro de la cámara. La tapa de la cámara es de acrílico, lo que permite visualizar el comportamiento de la punta ultrasónica en el proceso de limpieza sobre la membrana, cuenta con dos agujeros roscados para la instalación de dos espigas para conexión de manguera, mismas características y dimensiones de las descritas para la celda de acrílico del capítulo 2, Figura 24 b. En la unión entre piezas se coloca un empaque de neopreno para evitar la fuga del fluido de limpieza. Anexo 4 y 5.

Las membranas cerámicas son de óxido de circonia y titanio ($\text{ZrO}_2\text{-TiO}_2$), *Inside DISRAM™*, *Tami-Industries®*, con un tamaño de poro de $0.8\text{ }\mu\text{m}$; son de diámetro de 47 [mm] , espesor de 2.5 [mm] y área de filtración de $1310\text{ [mm}^2\text{]}$, Figura 26. Dos de las membranas son caracterizadas con agua desionizada ($18.2\text{ [M}\Omega\text{ cm]}$, $0.056\text{ }\mu\text{S cm}^{-1}$) para determinar su permeabilidad antes y después del proceso de la microfiltración del jugo de nopal bajo condiciones de TMP de 0.3 y 0.5 [bar] a temperatura ambiente del laboratorio.



Figura 26. Membrana de disco de 47 [mm] *Inside DisRAM™*, *Tami Industries*.



Figura 27. Bomba de engranes de velocidad variable *Micropump* modelo *07003-04*.

La bomba de velocidad variable cuenta con cabezal *Micropump* modelo *07003-04 Cole-Parmer®* (Figura 27), con flujo máximo de $460\text{ [mL min}^{-1}\text{]}$ y un desplazamiento volumétrico de $0.092\text{ [mL rev}^{-1}\text{]}$. La presión máxima es de 5.2 [bar] y la velocidad máxima de rotación es de $8,000\text{ [rpm]}$. El motor de la bomba y su control de velocidad es *Cole-Parmer®* modelo *75211-10* que se alimenta con 127 [V] a $50/60\text{ [Hz]}$; tiene un intervalo de operación de 50 a $5,000\text{ [rpm]}$ y con una

potencia de 52 [W]. Las mangueras de servicio son de silicona L/S 15 *Masterflex* con diámetro interno de 4.8 [mm].

Los transductores son de alta precisión, *Cole-Parmer*® modelo 68075-44, Figura 28, manufacturados en acero inoxidable 17-4 PH, con un intervalo de operación de 0 a 1.7 [bar], con una precisión del 0.25% de la escala completa. Cuentan con conexión roscada 1/4 NPT (macho), alimentación de 9 a 30 [V] y una salida de 0.5 a 5.5 [V].

La balanza es *Scout Ohaus*® modelo SPX6201 (Figura 29) cuenta con una capacidad máxima de 6,200 [g], resolución de 0.1 [g] y cuenta con conexión *USB* para almacenamiento de datos.



Figura 28. Transductores de presión *Cole-Parmer*®.



Figura 29. Balanza *Scout Ohaus*® modelo SPX6201.

El sistema de control y monitoreo cuenta con una interfaz de usuario desarrollada en *LabView*®, Figura 30. Por medio de esta interfaz se establecen los valores de operación del flujo de alimentación de la bomba, el tiempo y la frecuencia de operación de la punta ultrasónica y el solenoide de estrangulamiento de la manguera de alimentación a la celda, apertura y cierre de la válvula de estrangulamiento a la salida de la celda, así como el monitoreo de las presiones en las líneas de alimentación, retención y permeado en la celda de filtración y la estimación de la presión transmembrana. *La interfaz fue desarrollada por la Ing. Dulce Fabiola Rodríguez como tesis de licenciatura. Anexo 6.*



Figura 30. Interfaz de usuario del sistema de microfiltración.

3.3. Taponamiento de las membranas.

El jugo de nopal se utiliza como fluido de prueba para el taponamiento de la membrana y las pruebas de limpieza con las puntas ultrasónicas. El jugo se obtiene de una molienda en licuadora convencional y la separación de la fibra y sólidos macroscópicos se realiza por medio de bolsas de fieltro de polipropileno, con una eficiencia del 98% de eliminación con tamaño de poro promedio de 1 μm , Figura 31.

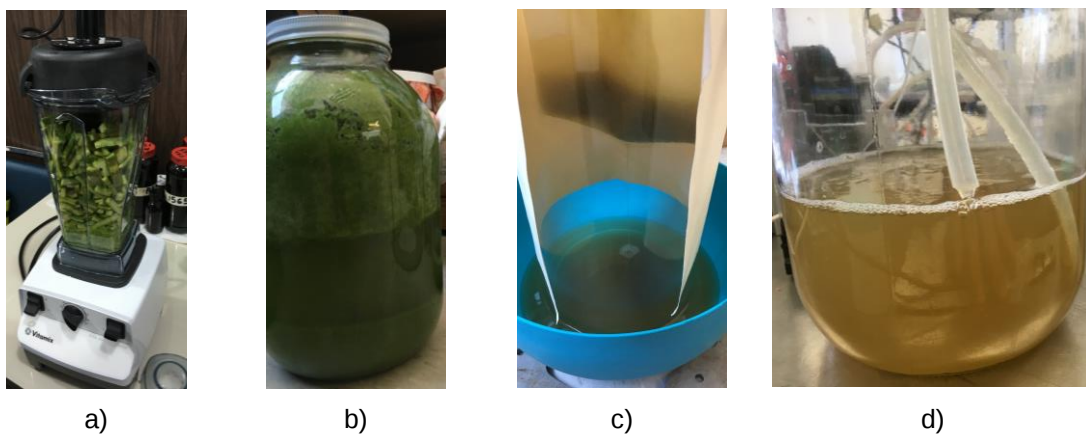
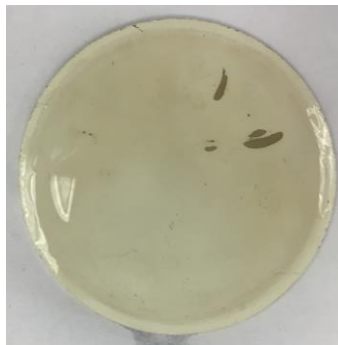


Figura 31. Proceso de obtención de jugo: a) Molienda en licuadora convencional; b) Almacenamiento de la molienda del nopal; c) Separación de sólidos mayores a 1 μm ; d) Jugo de nopal para pruebas de microfiltración.

El jugo de nopal que se obtiene se somete a un proceso de microfiltración de flujo tangencial con las membranas cerámicas de disco durante un tiempo de 30 [min] a una velocidad de alimentación constante de $0.02 \text{ [m s}^{-1}\text{]}$ y presiones transmembrana de 0.3 y 0.5 [bar]. En la Figura 32 se muestra una membrana de prueba con taponamiento por el jugo de nopal. La Figura 32 (a) representa cuando se desmonta de la celda y se aprecia el mucílago traslucido, la Figura 32 (b) muestra la oxidación y deshidratación del jugo de nopal sobre la superficie de la membrana y da una evidencia gráfica de las zonas con residuos del jugo de nopal.



a)



b)

Figura 32. Membrana de prueba con taponamiento por jugo de nopal: a) Membrana con residuos del jugo de nopal al momento de ser desmontada; b) Membrana con residuos del jugo del nopal oxidado y deshidratado.

3.4. Área de limpieza alcanzada por cada punta en uso estático.

Se empleó una membrana cerámica adicional para realizar las pruebas de limpieza empleando las puntas 1 y 10P; en ambos casos la membrana y la punta están sumergidas en agua destilada sin la presencia de un flujo de limpieza. La punta se colocó a una distancia de 1 mm de la superficie de la membrana.

La Figura 33 muestra la diferencia entre las áreas afectadas por el uso de las puntas ultrasónicas a una frecuencia de operación de 29 [kHz] y por un tiempo de 15 [s]. En la Figura 33 (a) se observa que la punta 1 alcanza un área de limpieza (área azul) de $7 \text{ [mm}^2\text{]}$, lo que representa un 0.48% del área total de la superficie de la membrana, mientras que la punta 10P alcanza un área de limpieza de $83 \text{ [mm}^2\text{]}$,

11.85 veces mayor en orden de magnitud que la punta 1 y un porcentaje de área del 5.8% respecto a la superficie total de la membrana.

La evaluación de áreas limpias por cada punta confirma la elección de la punta 10P como el instrumento para la limpieza de la superficie de la membrana con taponamiento por jugo de nopal. Por medio del *AutoCAD*® se realiza una estimación del área limpia con un proceso rotatorio de 45° entre operación de la punta, Figura 33 (b), la cual presupone que el área de limpieza alcanzada sería de 664 [mm²], que representa el 46.4% de la superficie de la membrana.

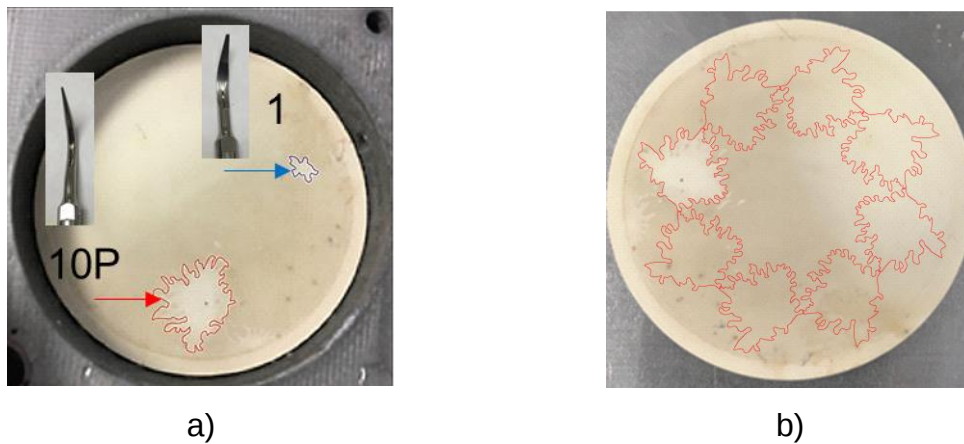


Figura 33. Áreas limpiadas por las puntas ultrasónicas 1 y 10P: a) El área azul corresponde a la punta 1 y el área roja a la punta 10P; b) Suposición del alcance de área limpia por rotación de la membrana en ángulos de 45°, área calculada con *AutoCAD*®.

3.5. Limpieza de la membrana por la punta 10P.

La limpieza con la punta ultrasónica 10P se lleva a cabo con una frecuencia de operación de 29 [kHz] y un flujo de alimentación de agua destilada de 5 [mL s⁻¹], se opera por 15 [s] la punta ultrasónica y se tiene un tiempo de reposo de 20 [s], mientras la membrana cambia de posición angular, 45° entre cada posición, consiguiendo que la punta 10P opere en 8 posiciones distintas.

El flujo tangencial de 5 [mL s⁻¹] permite arrastrar las partículas, fuera de la cámara de limpieza, que la punta ultrasónica retira de la superficie de la membrana. En la Figura 34 se observa la estimación del área limpia a causa de la punta

ultrasónica de 533 [mm²], que representa el 37.3% del área total de la superficie y es el 80% del área prevista bajo estas condiciones del soporte en rotación.

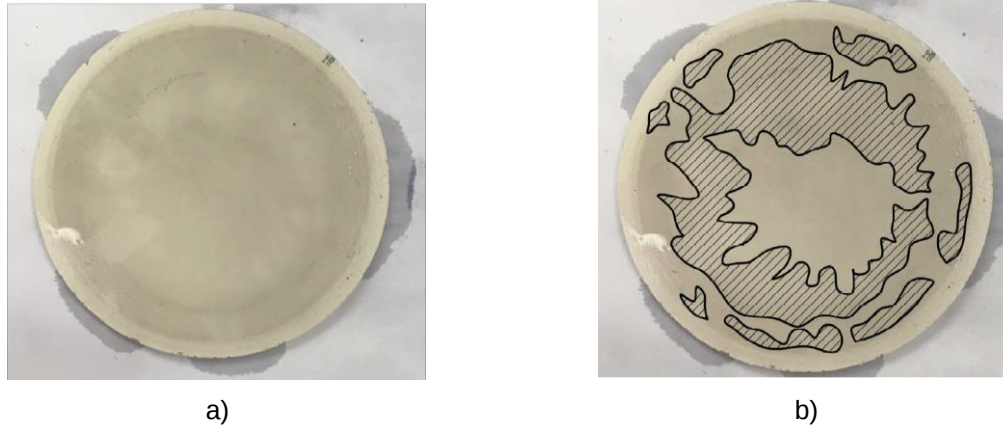


Figura 34. Estimación de área limpia por uso de punta 10P con cambio de posición angular cada 45°: a) Membrana M2 posterior a la limpieza ultrasónica; b) Estimación de área limpia haciendo uso de AutoCAD®.

3.6. Permeabilidad de la membrana, limpieza ultrasónica versus limpieza química.

La Figura 35 muestra el comportamiento de los flujos de permeado en las membranas M1 y M2 en condiciones de TMP de 0.3 [bar]. Se observa que los flujos posteriores a la limpieza son similares; presentan una diferencia promedio de 20 [L m⁻² h⁻¹], lo que supone que la recuperación es competitiva entre técnicas de limpieza. Con referencia al flujo inicial de permeado, presentan una diferencia promedio de 60 [L m⁻² h⁻¹] entre ellos. Así, la recuperación en porcentaje entre cada técnica es del 37.16% por la punta ultrasónica y el 42.66% por los agentes químicos.

Por otro lado, en la Figura 36 se observa el comportamiento de los flujos de permeado a una TMP de 0.5 [bar], donde hay una mayor diferencia de recuperación entre los flujos. El flujo de permeado posterior a la limpieza por la punta ultrasónica es del 47.32% respecto al de los agentes químicos. Cabe recalcar que en ambos casos de presiones TMP, el área de aplicación de la punta ultrasónica es del 37.3%

del área total de la membrana y los agentes químicos abarcan el 100% de la membrana.

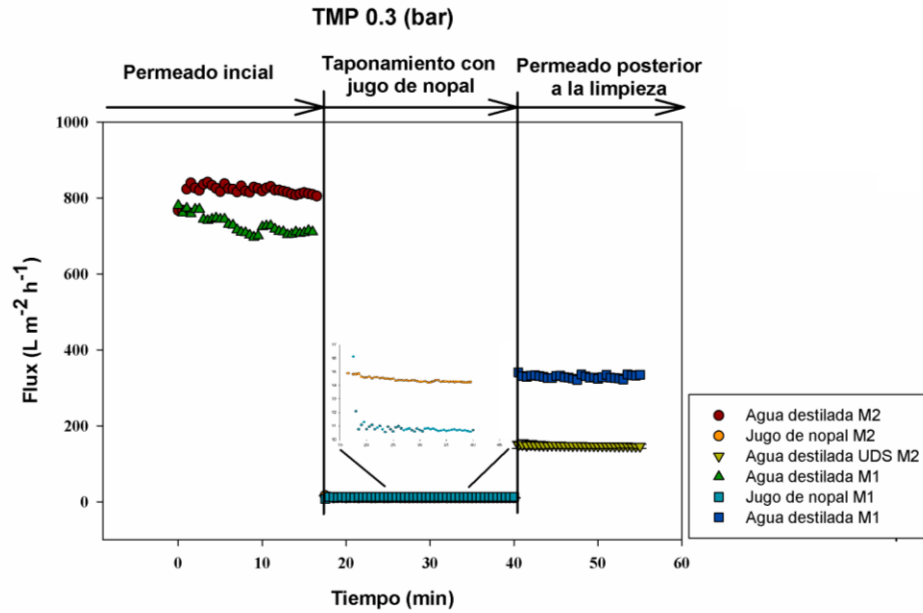


Figura 35. Flujos de permeado durante el proceso de evaluación entre las membranas M1 y M2 con una TMP de 0.3 [bar].

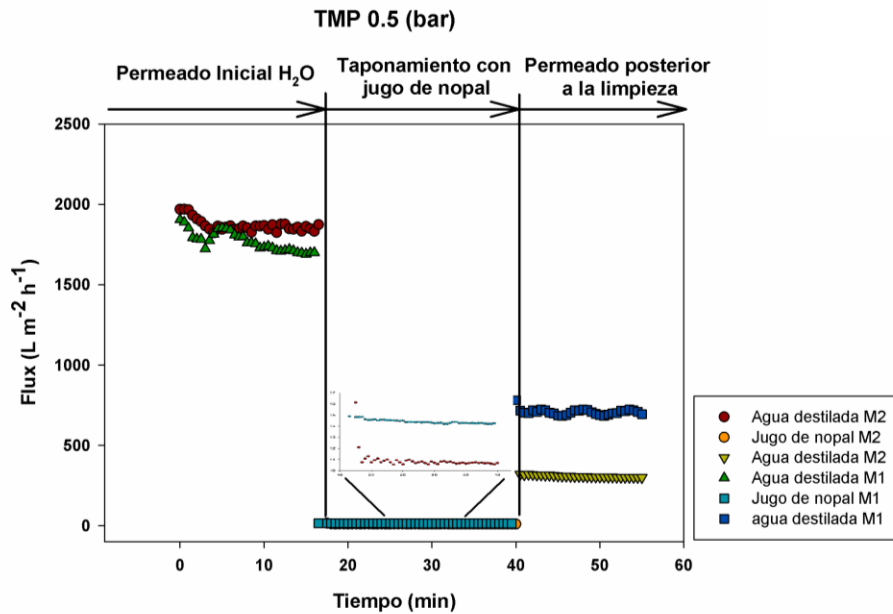


Figura 36 Flujos de permeado durante el proceso de evaluación entre las membranas M1 y M2 con una TMP de 0.5 [bar].

En la Figura 37 se observa la diferencia de áreas limpias entre las membranas, M1 por limpieza química [(Figura 37 (a))] y M2 por limpieza ultrasónica [Figura 37 (b)], donde las áreas de menor tonalidad (blancas) en la membrana M1 son mayores a simple vista y con irregularidades de geometría que se atribuyen a la aplicación de la limpieza con la punta ultrasónica y su capacidad de reducir la capa de taponamiento.

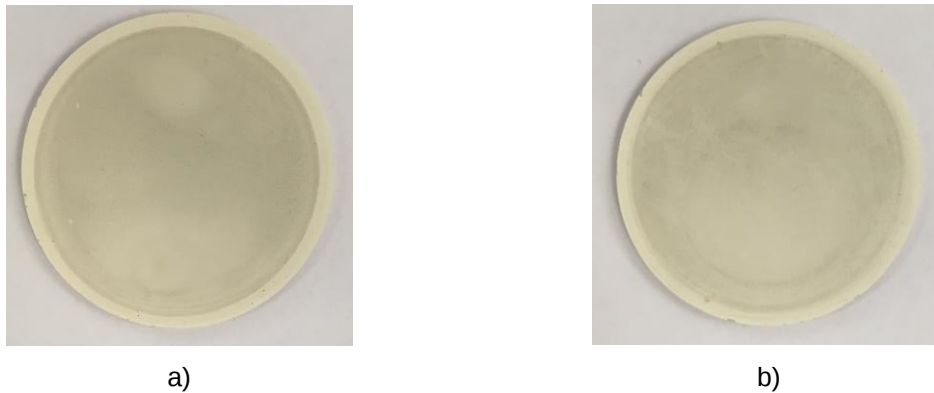


Figura 37. Membranas M1 y M2 posteriores a la limpieza: a) Limpieza química; b) limpieza por punta ultrasónica.

Los datos de flujo posterior a la limpieza ultrasónica y a la limpieza química se sometieron a una *prueba t* por medio de *XLSTAT 2017®*, donde la membrana M1 presenta una media de 329.74 ± 262.98 [L m⁻² h⁻¹] a TMP de 0.3 [bar] y 706.36 ± 575.06 [L m⁻² h⁻¹] a TMP de 0.5 [bar], y la membrana M2 una media de 148.34 ± 7.66 [L m⁻² h⁻¹] para TMP de 0.3 [bar] y 296.7 ± 25.28 [L m⁻² h⁻¹] para TMP de 0.5 [bar], no existe una diferencia significativa entre ambos experimentos para un nivel de significancia del 5%, dado que el *p-value* es de 0.28 para TMP 0.3 [bar] y de 0.27 para TMP 0.5 [bar]. Anexo 7 y 8.

3.7. Análisis de resistencias hidráulicas.

El análisis de las resistencias de la membrana se realiza con base en el modelo de resistencias en serie. Este análisis da mayor información sobre la caída de flujo y los efectos de limpieza por las técnicas de la punta ultrasónica y los

agentes químicos. Siguiendo el modelo en serie (Ousman *et al*, 1995, Jiraratananon *et al*, 1996), el flujo de permeado se expresa como:

$$J_v = \frac{TMP}{\mu R_{tot}} \quad \text{ecuación 1}$$

donde J_v es el flujo de permeado [m s^{-1}], TMP es la presión transmembrana [kPa], R_{tot} es la resistencia total [m^{-1}] y μ es la viscosidad dinámica del fluido [Pa s] a temperatura ambiente. La resistencia R_{tot} se puede definir como:

$$R_{tot} = R_m + R_{rev} + R_{irr} \quad \text{ecuación 2}$$

donde R_m es la resistencia de la membrana limpia, R_{rev} es la resistencia reversible que incluye la concentración de polarización y resistencias por capa de nata, y R_{irr} es la resistencia irreversible, que puede ser por la adsorción y bloqueo de poros por el jugo de nopal y no pueden ser removidos por las técnicas de limpieza (Cai *et al*, 2010).

Las resistencias se calculan de manera experimental con base en los datos de flujo de permeado descrito por Simon *et al* (2000) y Cai *et al* (2010), por medio de los siguientes pasos:

1. R_m se obtiene del flujo de permeado por cada membrana, M1 y M2.
2. R_{tot} se obtiene del flujo de permeado del jugo de nopal por cada membrana, M1 y M2, durante un tiempo de 30 [min].
3. $R_m + R_{irr}$ se obtiene del flujo de permeado posterior a la limpieza de la limpieza de las membranas por medio de la punta ultrasónica (M2) y los agentes químicos (M1).
4. R_{rev} se obtiene por medio de la ecuación 2.

En la Figura 38 se observan los valores de las resistencias obtenidas con TMP de 0.3 y 0.5 [bar], donde al incrementar las presiones se muestra un aumento en los valores de las resistencias R_{tot} y R_{rev} , las cuales incrementan debido a la deposición de las partículas en la superficie de la membrana. En las resistencias obtenidas a 0.3 [bar], la resistencia R_{rev} por limpieza ultrasónica es 58.4% más baja que la de la limpieza por agentes químicos, mientras la R_{irr} es 1.6% más alta que la de la limpieza química. En las resistencias obtenidas a 0.5 [bar], la R_{rev} es 17.2% más baja que la de la limpieza química y la R_{irr} son 12.3% más alta que la de la limpieza química. Estas diferencias entre las resistencias son atribuidas a la limitación del 37.3% de área limpiada por la punta ultrasónica 10P. Además, es importante señalar que la punta ultrasónica elimina principalmente las partículas depositadas sobre la superficie de la membrana y difícilmente las subsiguientes.

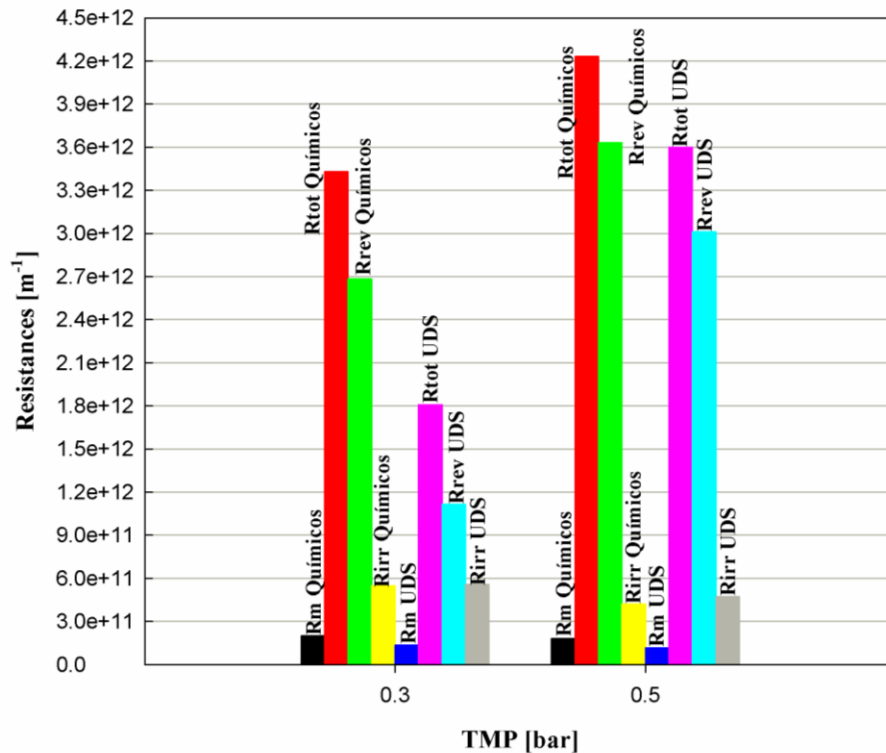


Figura 38. Resistencias hidráulicas a diferentes TMP por distintas técnicas de limpieza.

Limpieza química (Q's) y limpieza ultrasónica (UDS).

3.8. Imágenes de microscopio de fuerza atómica.

El uso de un microscopio de fuerza atómica (AFM por sus siglas en inglés, *atomic force microscopy*) permite recabar evidencias del comportamiento del flujo de permeado y la capacidad de limpieza de la punta ultrasónica 10P, por medio de micrografías ópticas y microgramas en 3D. El microscopio es un WITec Alpha300 RA® y las secciones observadas son de un área de 20 x 20 [μm]. Las micrografías se realizan con una lente de 100x y los microgramas con una fuerza constante de 0.2 [N m⁻¹] y una frecuencia de 13 [kHz].

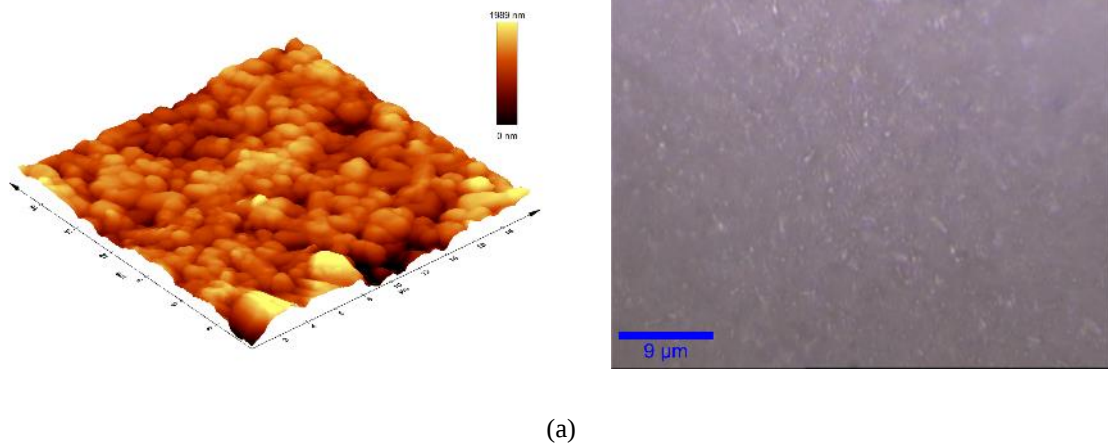
La Figura 39 muestra en la columna izquierda los microgramas y en la columna derecha las micrografías de cuatro membranas; M1 limpieza química, M2 limpieza por punta ultrasónica, M3 superficie virgen y M4 superficie con el taponamiento por jugo de nopal. En la Figura 39 (a) se observa la capa activa de la membrana M3 que no ha sido sometida a algún proceso de microfiltración o limpieza, las imágenes son la muestra de control. La superficie con el taponamiento del jugo de nopal se observa en la Figura 39 (b). El micrograma muestra una superficie similar en las distribuciones de alturas de las superficies, mientras que en la micrografía se observa la diferencia entre ambas superficies, como el color amarillento y las geometrías de los contrastes luz, así como algunas partículas de residuos del jugo de nopal.

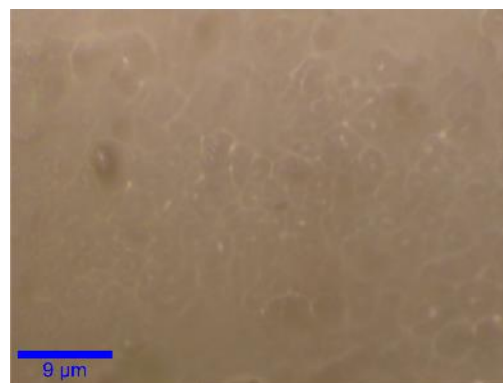
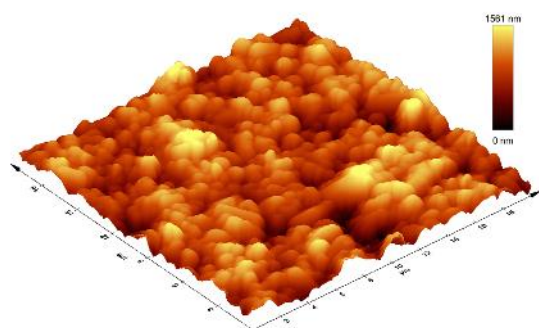
La limpieza química se muestra en la Figura 39 (c), se observan superficies con tonalidades similares al micrograma de la membrana virgen, y en la micrografía se observa el color grisáceo similar a la membrana de control y con la evidencia de partículas del jugo de nopal depositadas en la superficie y que la limpieza no consiguió retirar.

En cuanto a la limpieza por la punta ultrasónica, la Figura 39 (d) muestra la superficie en la periferia donde se llevó a cabo la reducción de la capa de taponamiento. La distribución de las superficies muestra una tonalidad mayor a la

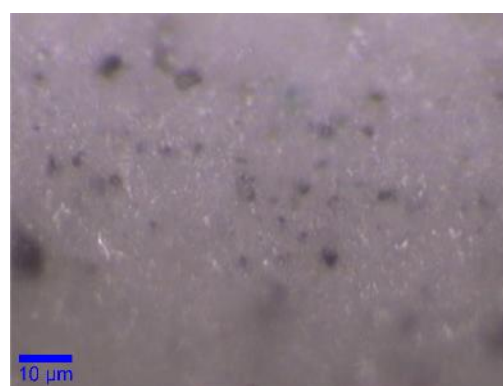
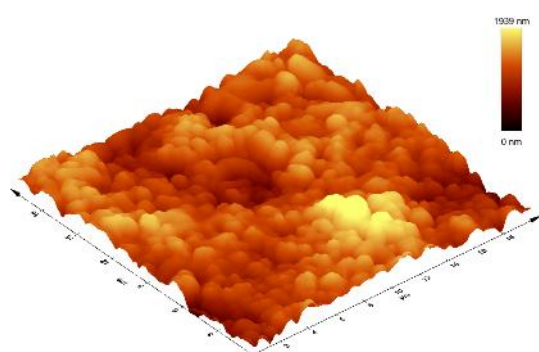
limpieza química y una reducción en las zonas altas. La micrografía muestra un color grisáceo similar a la superficie de control y con la presencia de los residuos del jugo de nopal en una distribución semejante a la de la limpieza por químicos. Por otro lado, la Figura 39 (e) muestra una parte de la membrana M2 en la que la limpieza por la punta ultrasónica no tiene alcance, la presencia de superficies es menor comparada con las anteriores y la altura de las superficies es casi un 30% menor que las otras superficies. Esto es una evidencia de los alcances de limpieza previstos con un sistema rotatorio, limitado en afectar la zona central de la membrana por la geometría y dimensiones de la punta ultrasónica 10P.

Por último, la Figura 39 (f) muestra la superficie dañada por la punta ultrasónica debido a la sobreexposición a la actividad ultrasónica de la punta 10P. Tanto en la micrografía como en el micrograma se observan las evidencias de la degradación de la superficie. En el micrograma no se observa una distribución de superficies, muestra una superficie casi plana, y la micrografía muestra regiones con divisiones claras entre las mismas a pesar de la tonalidad grisácea.

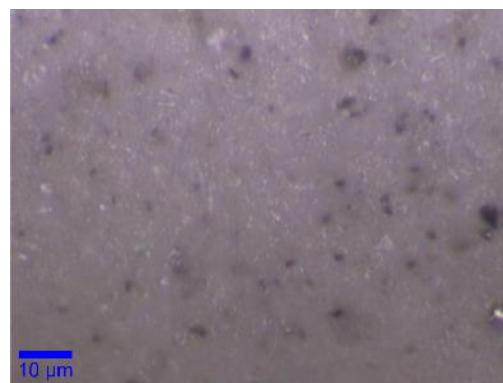
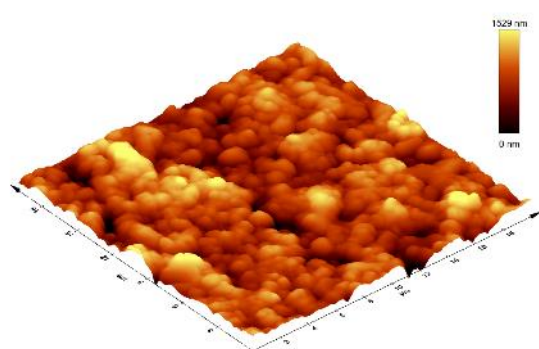




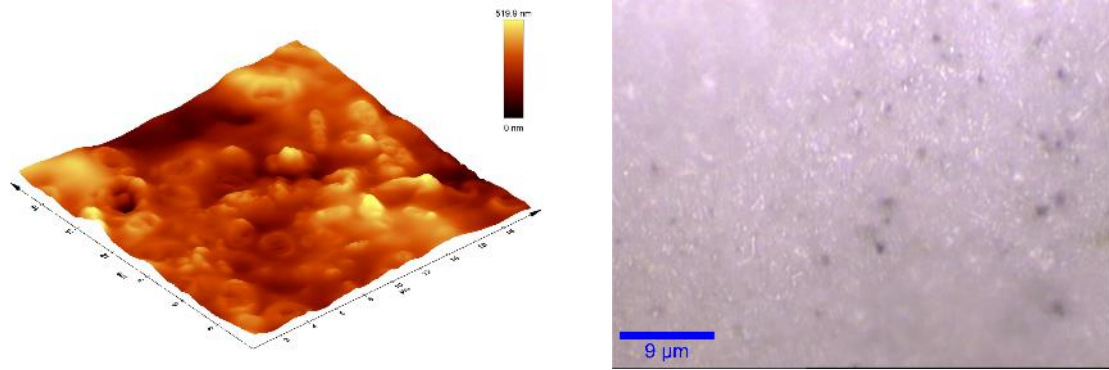
(b)



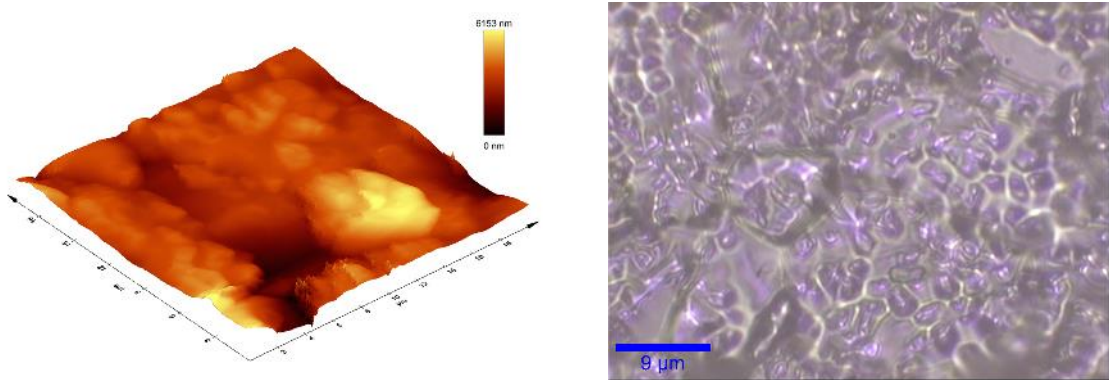
(c)



(d)



(e)



(f)

Figura 39. Imágenes de los microgramas AFM (izquierda) y micrografías ópticas (derecha): a) Superficie virgen de la membrana; b) Superficie con taponamiento por mucílago; c) Superficie limpiada por agentes químicos M1; d) Superficie limpiada por la punta ultrasónica M2, parte de la periferia de la membrana; e) Superficie de la M2 que no sufre los efectos de la punta ultrasónica, parte central de la membrana; f) Superficie dañada por sobre exposición a la operación de la punta ultrasónica.

Conclusiones

La limpieza de las membranas de disco con el limpiador ultrasónico dental es una técnica viable al permitir la recuperación del flujo de permeado en membranas con taponamiento. La punta 10P del limpiador ultrasónico tiene las ventajas sobre las puntas 1 y 2 para remover las partículas de la superficie, sus efectos de cavitación están presentes en su uso con y sin flujo de alimentación a la celda de limpieza. Las puntas 1 y 2 solo presentan actividad funcional sin flujo de alimentación a la celda. La ganancia de área limpia por la punta 10P, en una frecuencia de 29 kHz durante 15 segundos, es del 5.8% del área total de la superficie y la punta 1 presenta una ganancia de área del 0.48% del total de la superficie. Al replicar la operación de la punta 10P en 8 posiciones equidistantes a 45° alcanza una recuperación de área del 37.3% con un flujo de alimentación a la celda.

Los flujos de permeado de agua posterior a la limpieza química se recuperan en un 37.16%, para una TMP de 0.3 bar, y un 16.02%, para una TMP de 0.5 bar, del flujo de permeado original de la membrana, son un 55% a TMP de 0.3 bar y un 58% a TMP de 0.5 bar, menores que los flujos de permeado posteriores a la limpieza por agentes químicos. Los flujos correspondientes a la limpieza ultrasónica son menores debido a que el área recuperada es del 62.7% con respecto al de los agentes químicos que interactúan con un 100% de la superficie de la membrana.

Las resistencias hidráulicas muestran el efecto de una superficie con el 32.7% de recuperación, debido a que las resistencias reversibles por la limpieza ultrasónica son menores que las de la limpieza química, mientras que las resistencias irreversibles son de mayor magnitud que las de la limpieza ultrasónica, considerando que el 63.7% de la superficie que no está limpia representa parte de esa resistencia irreversible.

Los microgramas y las micrografías obtenidas de las membranas limpiadas por agentes químicos y la punta ultrasónica confirman que la punta 10P remueve las partículas depositadas en la superficie de la membrana por el taponamiento, así como la degradación de la capa activa por una sobreexposición a la actividad de la punta ultrasónica 10P a 29 kHz.

El montaje de este proceso de limpieza con la punta ultrasónica cuenta con limitaciones, las cuales representan una oportunidad de desarrollo. En la celda de limpieza, la rotación continua de membrana mientras opera la punta ultrasónica recuperaría un 85.2% del área total de la membrana con taponamiento. El diseño *ad hoc* de la geometría y dimensión de una punta ultrasónica permitiría cubrir el 100% del área de la membrana. La combinación de la técnica de la limpieza ultrasónica con técnicas de retrolavado, flujo pulsátil y agentes químicos podría permitir una recuperación de flujo de permeado de la membrana que alargue el tiempo de vida útil de la membrana, al mismo tiempo de contar con un proceso de microfiltración operando de manera continua.

Se propone realizar un diseño de la celda de microfiltración con un soporte rotatorio y que recupere el flujo de permeado mientras opera la punta ultrasónica promovería la reducción del taponamiento durante el proceso de filtrado, conservaría la calidad de los componentes deseados y evitaría desmontar la membrana para su limpieza y la interrupción del proceso.

Bibliografía

- Agana, B., Reeve, D., Orbell, J. *Otpimitazion of the parameters for a 50 nm ZrO₂ ceramic membrane as applied to the ultrafiltration of post-electrodeposition rinse wastewater*. Desalination 311, 2011. pp. 325-332.
- Badan-Ribiero, A., Bei, N., Goncalves, G., Cunha-Petrus, J., Viotto, L. *The optimization of soybean oil degumming on a pilot scale using a ceramic membrane*. Journal of Food Engineering, 2008. pp. 514-521.
- Bilad, M.R., Mezohegyi, G., Declerck, P., Vankelecom, I.F.J. *Novel magnetically induced membrane vibration (MMV) for fouling control in membrane bioreactors*. Water Research 46, 2012. pp. 63-72.
- Brito-de la Fuente, E., Torrestiana-Sánchez, B., Martínez-González, E., Mainou-Sierra, J.M. *Microfiltration of whole milk with silicon microsieves: Effect of process variables*. Chemical Engineering Research and Design 88 (5-6), 2010. pp. 653-660.
- Cai, M., Li, W., Liang, H. *Effects of ultrasound parameters on ultrasound-assisted ultrafiltration using cross-flow hollow fiber membrane for Radix astragalus*. Chemical Engineering and Processing: Process Intensification, Volume 86, December 2014. pp. 30-35
- Cheryan, M. *Ultrafiltration and microfiltration handbook*. Technomic Publishing Company, Inc., 1998.
- D'Souza, N.M., Mawson, A.J., 2005. *Membrane cleaning in the dairy industry: a review*. Critical Reviews in Food Science and Nutrition 45. pp. 125–134.
- Gao, Y., Chen, D., Weavers, L., Walker, H.. *Ultrasonic control of UF membrane fouling by natural waters: Effects of calcium, pH, and fractionated natural organic matter*. Journal of Membrane Science, Vol. 401-402, 2012. pp. 232-240.
- Gao, Y., Chen, D., Weavers, L.K., Walker, H.W. *Ultrasonic control of UF membrane fouling by natural waters: Effects of calcium, pH, and fractionated*

natural organic matter. Journal of Membrane Science, 401-402, 2012. pp. 232-240.

- Gartenmann, S.J., Thurnheer, T., Attin, T., Schmidlin, P. R.. *Influence of ultrasonic tip and orientation on biofilm removal*. Clin Oral Invest. Springer. 2016. Vol. 21, Issue 4. pp. 1029-1036.
- Goosen, M.F.A., Sablani, S.S., Al-Hinai, H., Al-Obeidani, S., Al-Belushi, R., Jackson, D. *Fouling of reverse osmosis and ultrafiltration membranes: a critical review*. Sep. Sci. Technol. 39, 2005. pp. 2261–2297.
- Jiraratananon, R., Chanachai, A. *A study of fouling in the ultrafiltration of passion fruit juice*. Journal of Membrane Science, 111 (1996) 39-48.
- Kan, [CC.](#), Genuino, DAD., Rivera, K.K.P., de Luna, M.D.G.. *Ultrasonic cleaning of polytetrafluoroethylene membrane fouled by natural organic matter*. Journal of Membrane Science, Vol. 497, 2016. pp. 450-457.
- Kobayashi, T., Kobayashi, T., Hosaka, Y. Fujii, N. *Ultrasound-enhanced membrane cleaning processes applied water treatments: influence of sonic frequency on filtration treatments*. Ultrasonics, 41, 2003. Pp. 185-190.
- Kyllönen, H.M., Pirkonen, P., Nyström, M. *Membrane filtration enhanced by ultrasound: a review*. Journal of Desalination. V181, 2005. pp 319-335.
- Luján-Facundo, M.J., Mendoza-Roca, J.A., Cuartas-Urbe, B., Álvarez-Blanco, S. *Membrane fouling in whey processing and subsequent cleaning with ultrasounds for a more sustainable process*. Journal of Cleaner Production, Vol. 143, 2017. pp. 804-813.
- M. Ousman, M. Bennisar, *Determination of various hydraulic resistances during cross-flow filtration of a starch grain suspension through inorganic membranes*. Journal of Membrane Science, 105 (1995) 1-21.
- Muthukumaran, S., Kentish, S.E., Ashokkumar, M., Stevens, G.W. *Mechanisms for the ultrasonic enhancement of dairy whey ultrafiltration*. Journal of Membrane Science, 2005. 258. pp. 106–114.
- Muthukumaran, S., Kentish, S.E., Stevens, G.W., Ashokkumar, M., Mawson, R. *The application of ultrasound to dairy ultrafiltration: The influence*

- of operating conditions*. Journal of Food Engineering, Volume 81, Issue 2, July 2007. pp. 364-373
- Naddeo, V., Borea, L. Belgiorno, V. *Sonochemical control of fouling formation in membrane ultrafiltration of wastewater: Effect of ultrasonic frequency*. Journal Water Process Eng, 2014. pp. 1-6.
 - Pecheva, E., Sammons, R.L., Walmsley, A.D.. *The performance characteristics of a piezoelectric ultrasonic dental scaler*. Medical engineering & physics, 2016-38. pp. 199-203.
 - Pérez-Gálvez, R., Guadix, E.M., Bergé, J-P., Guadix, A. *Operation and cleaning of ceramic membranes cfor the filtration of fish press liquor*. Journal of Membrane Science, Volume 384, Issues 1–2, 15 November 2011. pp. 142-148
 - Shi, X., Tal, G., Hankins, N.P., Gitis, V. *Fouling and cleaning of ultrafiltration membranes: a review*. Journal Water Process. Eng. 1, 2014. pp. 121-138
 - Skrzypek, M., Burger, M. *Isolfux ® ceramic membranes – Practical experiences in dairy industry*. Desalination. Vol. 250, Issue 3, 30 January 2010. pp. 1095–1100
 - Strathmann, H., Giorno, L., Drioli, E. *An introduction to membrane science and technology*. Ufficio Pubblicazioni e Informazioni Scientifiche, Roma (2006). pp. 220-226
 - Vyas, N., Pecheva, E., Dehghani, H., Sammons, R.L., Wang, Q.X., Leppinen, D.M.. *High Speed Imaging of Cavitation around Dental Ultrasonic Scaler Tips*. PLoS ONE, 2016-11(3). pp. 1-14.
 - Wang, L., Wang, Q. Li, Y. Lin, H. *Ultrasound-assisted chemical cleaning of polyvinylidene fluoride membrane fouled by lactic acid fermentation broth*. Journal of Desalination. Vol. 326. 2013. pp. 103-108.

Anexos

Anexo 5 Artículo enviado a la revista *Ultrasonic, Elsevier*. SSN: 0041-624X.

On the use of ultrasonic dental scaler tips as cleaning technique of microfiltration ceramic membranes

Bazan, M.A.¹; Carpintero-Tepole, V.¹ Brito-de la Fuente, E.²; Drioli, E.³; Ascanio, G.^{1*},

¹Centro de Ciencias Aplicadas y Desarrollo Tecnológico, Universidad Nacional Autónoma de México, P.O. Box 70-186, 04510 CdMx, Mexico.

²Innovation & Development Center, CF&PT, Pharmaceuticals Division, Fresenius Kabi Deutschland GmbH, Rathausplatz 12, D-61352 Bad Homburg, Germany.

³Institute on Membrane Technology, ITM-CNR, c/o University of Calabria, via P. Bucci, 17/C, I-87030 Rende (Cosenza), Italy.

*Corresponding Author: gabriel.ascanio@ccadet.unam.mx,

Tel.: +52 (55) 5622 -8602 Ext. 1314

On the use of ultrasonic dental scaler tips as cleaning technique of microfiltration ceramic membranes

Abstract

The use of ultrasonic dental scaler (UDS) tips has been investigated for cleaning ceramic membranes fouled when filtering cactus juice. Thin and long tips having a larger coverage exhibited the best performance for removing the cake layer deposited on the membrane surface. Such tips cleaned an area equivalent to almost one third of total area of the membrane surface. However, the cleaned area could be increased notoriously if the membrane were placed in rotatory disc holder. The resistance-in series model and atomic force microscopy (AFM) technique helped to reveal the UDS tips effect as cleaning process of ceramic membranes. The reversible resistances estimated for UDS tips were 58% (TMP 0.3 bar) and 17% (TMP 0.5 bar) lower than chemicals cleaning. This was corroborated with the AFM images, which showed the detachment of cake layer of the membrane surface. The results of this work showed that UDS tips are an innovative option as cleaning strategy for filtration membranes.

Keywords: *ultrasonic dental scaler tips, ceramic membrane, microfiltration*

1. Introduction

Microfiltration (MF) is currently used for clarification and sterile filtration of many pharmaceutical and biotechnological products [1]. The main challenge in microfiltration, as a pressure-driven process, is membrane fouling, which leads to a significant decline in permeate flux and changes in membrane selectivity overtime [2].

Fouling in MF processes are strongly dependent on the colloidal particles; fouling types

include organic and inorganic fouling, bio-fouling and multi-fouling. Also, fouling can be residual, reversible or irreversible; all of these increase the membrane filtration resistance and induce substantial decline in permeate flux [3].

A number of different chemical and physical methods are currently used for cleaning filtration membranes [4]. Chemical cleaning is the most common method to recover permeability and performance of microfiltration membranes [5, 6]. Chemical processes consume large volumes of expensive chemical reagents such as surfactants and caustic soda, which can themselves damage the membrane material and in turn reduce the life span of the membrane. Physical cleaning methods, such as backflushing and backwashing, are also applied to fouled membranes. However, these techniques interrupt the continuous filtration process leading to longer processing time [4]. Other drawbacks related to the aforementioned cleaning techniques include chemical costs, waste disposal, and significant capital investments for equipment.

Ultrasonic cleaning has attracted attention as a potential alternative or a supplementary technique to hydraulic and/or chemical cleaning [7]. Ultrasound technique has been studied on a variety of surfaces, from delicate removal of particles on semiconductor wafers to removal of scale and oxides from steel strips [8]. This technology generates acoustic streaming and cavitation that can promote membrane vibration, disturb pollutant-to-membrane attachment, and possibly prolong membrane life [4, 8-11]. The effectiveness of ultrasound-assisted membrane filtration has been successfully applied during processing of systems such as dextran [12, 13], waste waters [14], milk and bovine serum [15]. All of these studies have been carried out using ultrasonic baths or ultrasonic transducer elements integrated into membrane modules designed to allocate ultrasonic transducers. Flat sheets and tubular membranes have been the most used for these applications [15].

An innovative option for cleaning fouled membranes is the use of ultrasonic dental scaler (UDS) tips. UDS tips have been successfully used for removing plaque and calculus from teeth surface, periodontal pockets and dental implants [11]. A transducer in the handpiece induces vibrations with frequencies in the ultrasonic range (25-30 kHz), and the free end side of the tip is placed on the tooth, allowing the mechanical removal of deposits on the surface [16-18]. UDS tips performance (frequency, vibration motion and bacterial biofilm

disruption) has been studied to understand and improve dental specialists techniques during routine teeth cleaning [10, 11]; Performance of such devices depends on the tip shape and design, as well as on the generator power. Thin and long tips generate larger amplitude vibrations than short tips [11]. Several *in vitro* studies have demonstrated that the best performance of UDS tips is obtained when placing the tip parallel to the teeth surface at a distance between 0.25 mm and 0.5 mm [10, 19].

At our knowledge, the use of UDS tips as cleaning method of microfiltration ceramic membranes has not been reported in the literature. Therefore, the purpose of this work is to evaluate the cleaning performance of UDS tips on a ceramic membrane fouled during microfiltration of cactus juice (*Opuntia ficus indica*). UDS tips were tested on fouled membranes to investigate the role of ultrasonic factors controlling the mechanisms of membrane cleaning. For that purpose, resistance-in series model and atomic force microscopy (AFM) techniques were used to reveal the effects of UDS tips as cleaning process of ceramic membranes.

2. Materials and methods

2.1 Microfiltration membranes

Inside DISRAM™ ceramic membranes ($\text{ZrO}_2\text{-TiO}_2$) of 0.8 μm from Tami industries® having 2.5 mm thickness, 47 mm diameter and a total filtration area of 13.1 cm^2 were used in this work. Water permeability of ceramic membranes was determined before and after every MF run with deionized water (18.2 $\text{M}\Omega\text{ cm}$, 0.056 $\mu\text{S/cm}$) under a transmembrane pressure ($\text{TMP} = (\text{P}_1 + \text{P}_2/2) - \text{P}_3$) of 0.3 and 0.5 bar at $25 \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$.

2.2 Microfiltration system

Figure 1 shows the experimental setup used for filtering cactus juice (*Opuntia ficus indica*). The membrane was installed into a 316 stainless steel disc holder (maximum pressure: 4 bar) under the cross flow configuration. Fluid velocity was varied by means a 75211-60 Micropump™ having a flow rate from 0 to 1590 L/h. Pressure sensors (Cole-Parmer®) were installed on the feed (P1), retentate (P2) and permeate (P3) lines and the desired TMP was adjusted with clamp valves (Cole-Parmer®). The feed volume was 500 mL and the TMP was

adjusted from 0.2 a 0.5 bar. The permeate flow rate was measured by means of a digital balance (Scout Ohaus® SPX6201) connected to a data acquisition card, so that the mass rate was continuously registered.

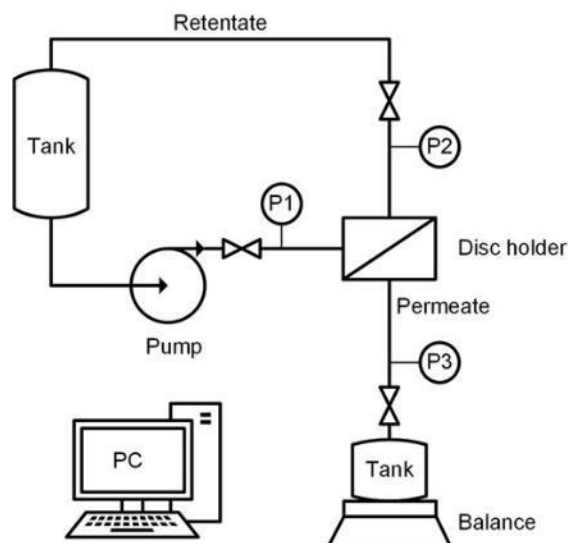


Figure 1. Experimental setup used for filtering cactus juice.

The schematic diagram of ultrasonic scaler tip configuration into the membrane holder is shown in Figure 2. UDS tips used were 1 and 10P (P5 Booster Suprasson®), which had 40 W maximum power and a frequency range from 27 to 32 kHz. They were installed into the disc holder at 0.75 mm from membrane surface, keeping the same distance from cell top. The cleaning process was carried out without and with flow at low cross-flow velocity ($V_x = 0.01$ m/s).

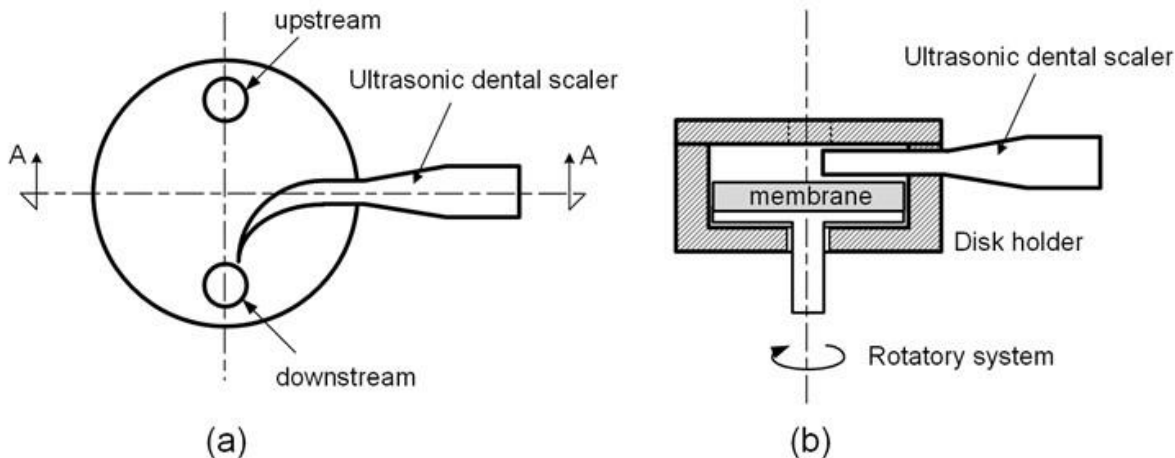


Figure 2. Schematic diagram of UDS tips configuration into the membrane holder: a) Top view; b) cross section view.

2.3 Experimental strategy

Cactus juice (*Opuntia ficus indica*) was used as plugging fluid of ceramic membranes. Firstly, cladodes were macerated during 24 h to concentrate the mucilage at a viscosity of 0.045 Pa·s and then it was filtered using 0.8 μm two ceramic membranes (M1 y M2) for 30 minutes. The operating conditions of MF process were TMP= 0.3 and 0.5 bar, $V_x = 0.02$ m/s and room temperature ($20^\circ\text{C} \pm 2$). The membranes (M1 and M2) were fully recovered with chemical reagents before every MF run.

After processing the cactus juice, the fouled membrane M1 was placed into the disc holder to begin the cleaning process by using chemical reagents. Firstly, NaOH 15 gr/L concentration in water distilled, TMP=0.3 bar at 50°C during 30 minutes; followed by rinsing with pure water. Second, NH_4OH 1.5 mL/L concentration in distilled water, TMP=0.3 bar at 80°C during 15 minutes; followed by rinsing with pure water. The membrane M2 was placed into the disc holder with UDS tips, they were operated with distilled water (with / without flow) during 30 min at constant frequency of 29 kHz with activation intervals of 15 seconds and rest times of 20 seconds. Membrane M2 was rotating 45° while UDS was in standby.

The tests were performed by triplicate and results are reported as mean standard deviation. Statistical analysis was conducted by a t-test with a significance level of 5 to both proves, the software used was XLSTAT 2017®. Differences were considered statistically significant at

a value of probability lower than 5 % (p-value < 0.05) which ensured a 95% confidence interval for the mean of a group.

2.4 Analysis of resistances

Resistance-in-series were calculated for a better understanding of the mechanisms of flux decline and the cleaning effect of UDS tips on the ceramic membranes. According to the resistance-in-series model [20, 21], the permeate flux can be expressed as follows:

$$J_v = \frac{TMP}{\mu R_{tot}} \quad \text{Eq. 2}$$

where J_v is the permeate flux (m/s), TMP is the transmembrane pressure (kPa), R_{tot} is the total resistance (m^{-1}) and μ is the fluid viscosity ($\text{Pa}\cdot\text{s}$) at 20 °C. The total resistance R_{tot} could be defined as:

$$R_{tot} = R_m + R_{rev} + R_{irr} \quad \text{Eq. 2}$$

where R_m is the resistance of the clean membrane, R_{rev} the reversible resistance including concentration polarization and cake layer resistances, and R_{irr} the irreversible resistance, which consists of the adsorption and pore blocking of mucilage on the membrane that cannot be removed by cleaning process [12].

Experimentally, the resistances were determined using the experimental flux data as described by Simon *et al.* [13] and Cai *et al.* [12] by following the next steps:

1. Pure water flux was determined using a clean membrane to obtain R_m .
2. The permeate flux (J_{cactus}) of cactus juice was measured after filtering about 30 min to obtain R_{tot} .
3. The fouled membrane was cleaned using chemical methods and UDS to remove the deposited cake. The chemical cleaning consisted of using chemical reagents (NaOH and NH_4OH) at high temperatures (50 and 80 °C), followed by rinsing with pure water.

On the other hand, UDS tips were operated during 30 min at 29 kHz. Finally the water flux was measured with distilled water to obtain $R_m + R_{irr}$.

4. R_{rev} is obtained with Eq. 2.

2.5 Membrane micrographs by Atomic Force Microscopy

In order to explain the flux decline and the cleaning power of UDS tips on the ceramic membranes, micrographs by atomic force microscopy (AFM) were taken. Five membranes were studied, namely; M1 chemicals cleaning; M2 UDS cleaning; M3 virgin; M4 fouled with cactus juice; and M5 damage by exceeding exposure of UDS tip 10P. The membrane section observed was $20 \times 20 \mu\text{m}$ using a 100x optical magnification by means of a WITec Alpha300 RA Atomic Force Microscope. The micrograms of the membrane were obtained at a constant force of 0.2 N/m and at a frequency of 13 kHz.

3. Results

3.1 Cleaning effect of UDS tips on ceramic membranes

Figure 3 shows the surfaces cleaned by using UDS tips 1 and 10P operating at 29 kHz. Surfaces estimated by means of the drawing software AutoCAD® (2015) were 83 mm^2 and 7 mm^2 using UDS tips 10P and 1, respectively. UDS tip 10P having a thin and long design provided higher amplitude vibrations resulting in a larger clean surface, which is in good agreement with the findings reported elsewhere [11].

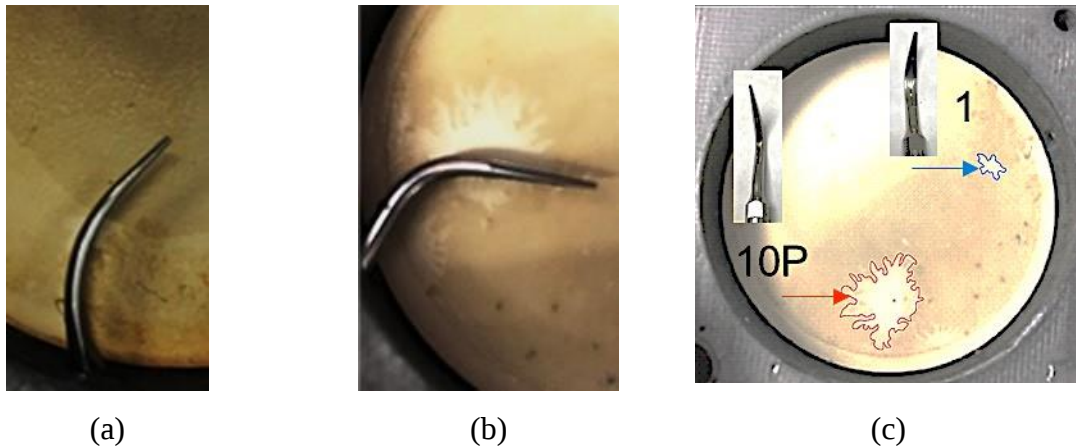


Figure 3. Surfaces cleaned by UDS tips: a) tip 1; b) tip 10P; c) Comparison between tips 1 and 10P, red area is 83 mm² and blue area is 7 mm². The areas were calculated with AutoCAD®.

It should be noted that the active layer of ceramic membrane (TiO₂-ZrO₂) was damaged when the operation time exceeded 30 minutes, which is shown in Figure 4 using the tip 10P at frequency of 29 kHz for more than 30 minutes. As pointed out by Pecheva et al. [11] the use of thin and long UDS tips generate high vibrations resulting in stronger cavitation effects. Each cavitation bubble acts as a localized "hot spot" generating temperatures of about 4000-6000 K and pressures of 100-200 MPa. Bubble implosions occur with lifetimes shorter than 10 µs [15]. Therefore, operation time must be controlled to achieve the best cleaning performance while avoiding damage of membrane surface.



Figure 4. Damaged surface of a 0.8 µm ceramic membrane produced by a UDS tip 10P exceeding the exposure time (longer than 30 minutes).

The next step was clean M2 fouled membrane rotating it every 45° while USD tip 10P was in standby. Membrane after ultrasonic cleaning is shown in Fig. 5a and the real cleaned surface calculated by using drawing software AutoCAD® is shown in Fig. 5b. It should be noted that the real cleaned surface was 533 mm² representing 37.3% of total membrane surface. The main drawback of the MF systems is the membrane modules size, which is very

compact, so that the space for UDS tips is very limited. Such a limitation could be overcome using a rotatory disc holder, through which the UDS tip could cover a filtration surface of about 1150 mm².

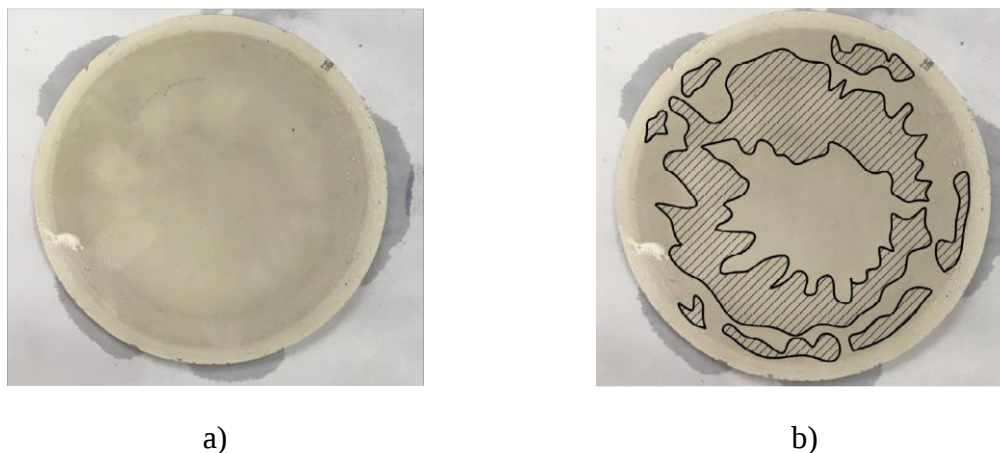


Figure 5. Cleaning surface on a ceramic membrane of 0.8 μm using a UDS tip 10P; a) Membrane after to ultrasonic cleaning; b) Black line is the cleaning area calculated with AutoCAD®, the rotation of the membrane was every 45° in a rotatory disc holder.

The water flux was measured before processing the cactus juice and after the cleaning process (chemical cleaning M1 vs. UDS tip 10P M2) to evaluate the recovery of the membrane. Figure 6 and 7 show the water flux of the membranes before and after cleaning; which were fouled during the MF of cactus juice at TMP=0.3 and 0.5 bar respectively. Results show that the water flux after cleaning with UDS tip 10P was lower (55 % at TMP= 0.3 bar and 58 % at TMP= 0.5 bar) than the water flux obtained by chemical cleaning. On the other hand, the water flux values after ultrasonic and chemical cleaning were lower than the initial water flux to the different TMP. At TMP= 0.3 bar, the decrease in the water flux values were 37.16% and 42.66% for M2 and M1 membranes respectively; while these were 16.43% and 40.82% for M2 and M1 membranes respectively at TMP= 0.5 bar.

Considering that only a 37.3% of total membrane surface is recovered with a USD tip 10P, it could explain the reduction of water flux after ultrasonic cleaning. However, chemical cleaning could be causing a alteration of the surface induced by the high pH and high temperatures.

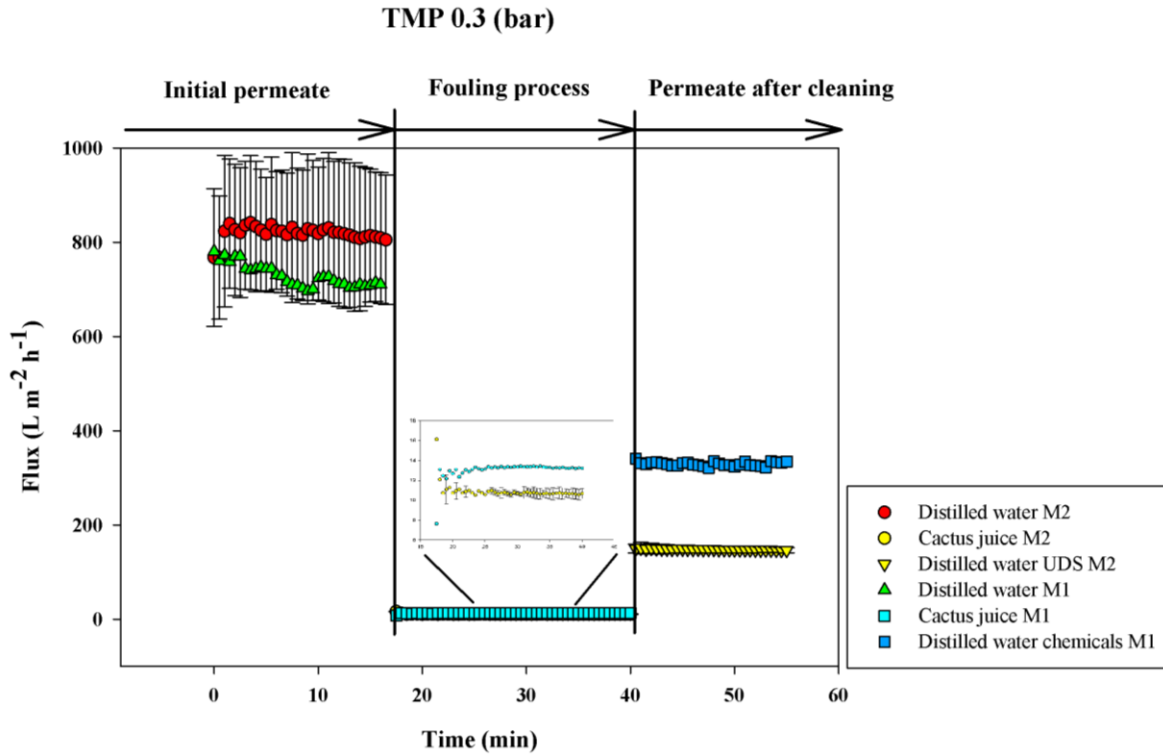


Figure 5. Fluxes before and after cleaning at TMP=0.3 bar. M1 is a chemicals cleaning membrane and M2 is an UDS cleaning membrane.

The analysis data carried out show the mean values and SD of the fluxes after to cleaning procces; mean M1 of $329.74 \pm 262.987 \text{ Lm}^{-2}\text{h}^{-1}$ versus mean M2 of $148.34 \pm 7.661 \text{ Lm}^{-2}\text{h}^{-1}$ and p-value of 0.27 to TMP 0.3 bar; mean M1 of $706.36 \pm 575.06 \text{ Lm}^{-2}\text{h}^{-1}$ versus mean M2 of $296.7 \pm 25.28 \text{ Lm}^{-2}\text{h}^{-1}$ and p-value of 0.28 to TMP 0.5 bar. The results indicate there are not difference significative between fluxs of water desionized after of cleaning UDS M2 and cleaning chemical M1.

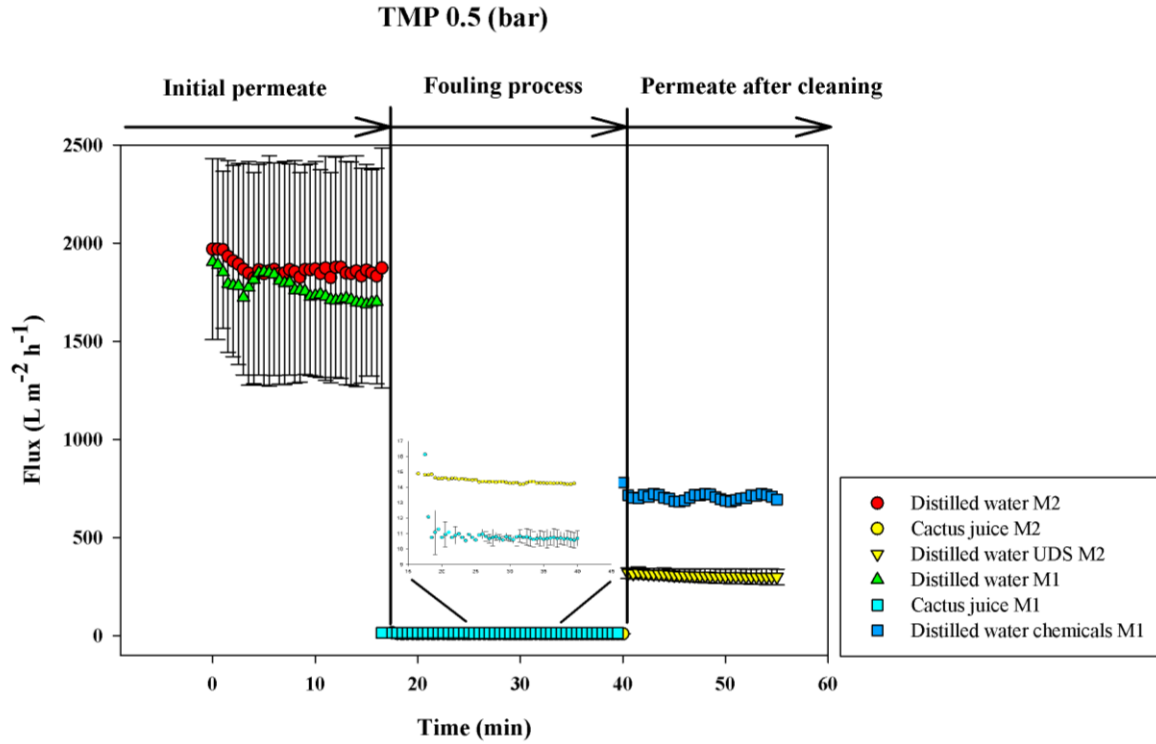


Figure 7. Fluxes before and after cleaning at TMP=0.5 bar. M1 is a chemicals cleaning membrane and M2 is an UDS cleaning membrane.

Membrane resistance is also used to evaluate the performance of the cleaning processes applied. Figure 7 shows the resistances values obtained at a TMP=0.3 and 0.5 bar. As TMP increases from 0.3 to 0.5 bar both R_{tot} and R_{rev} resistances values increase due to the higher convective flow of particle towards the membrane, which subsequently enhances the membrane polarization while reducing cake layer formation. It should be noted that the R_{rev} resistances obtained with chemicals reagents were bigger than resistances obtained by the UDS tips at both pressures (0.3 and 0.5 bar). One reason for this could be that the cake layer deposited on the membrane is less compressible when ultrasonic scaler tip is used. The acoustic streaming and cavitation produced by the ultrasonic tip promotes the membrane vibration and lifts up the particles accumulated on the membrane. At TMP=0.3 bar, the R_{rev} resistances obtained by the ultrasonic scaler were 58.4 % lower than resistances obtained with chemicals, and the R_{irrev} resistances obtained by the ultrasonic scaler were 1.6% higher than resistances obtained with chemicals. On other hand, the R_{rev} resistances values with ultrasonic scaler were 17.2% lower than resistances obtained with chemicals, and the R_{irrev}

resistances obtained by the ultrasonic scaler were 12.3% higher than resistances obtained with chemicals, at 0.5 bar TMP. This was indeed attributed to the fact that only 37.3 % of total membrane surface was cleaned by tip 10P. Also, it is important to point out that ultrasound removes mainly the top layer deposited on the membrane surface, but hardly the subsequent ones.

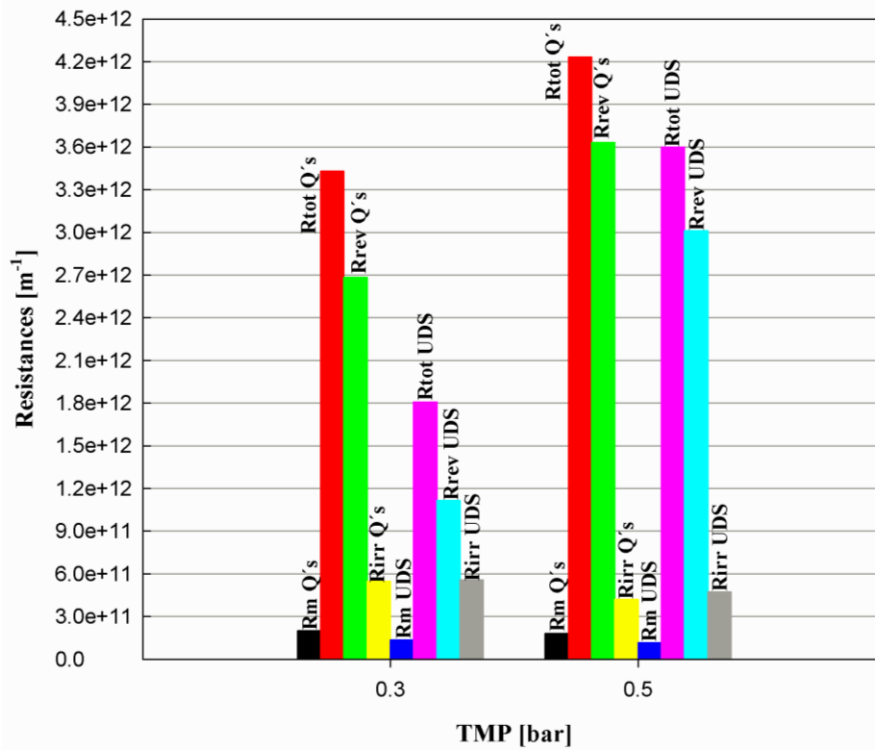


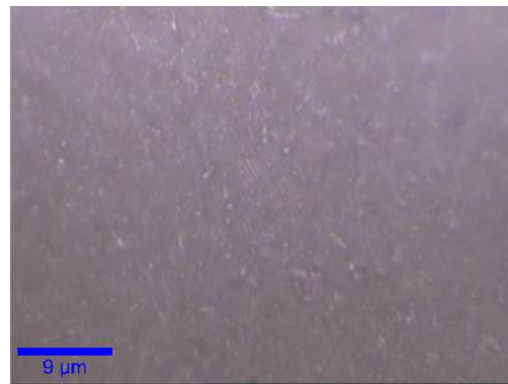
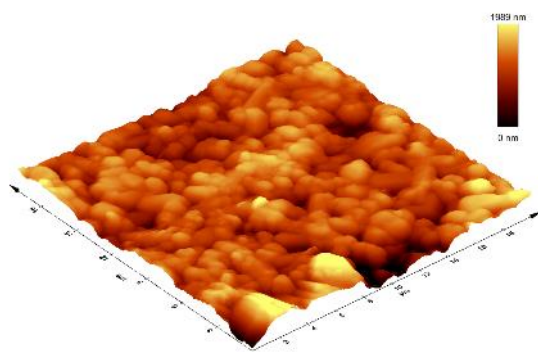
Figure 8. Cleaning methods and TMP effect on the hydraulic resistances.

3.2 Atomic force microscopy (AFM)

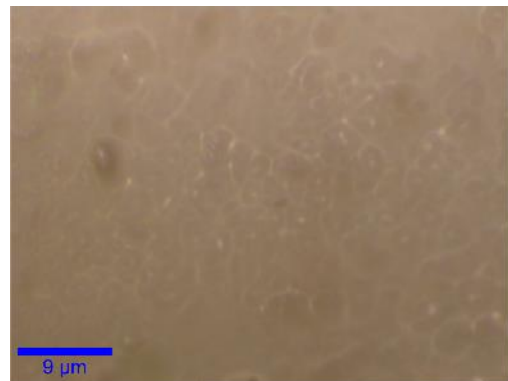
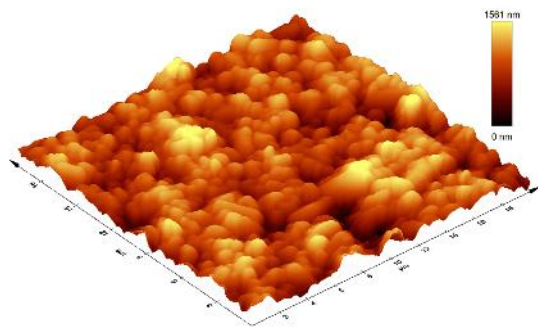
Figure 8 shows AFM micrographs and 3D images, which corroborated the cleaning effect of UDS tip on the fouled ceramic membrane. As Figure 9 (a) shows, a relief structure is observed on the membrane surface provided by its active layer ($\text{TiO}_2\text{-ZrO}_2$), which is the virgin membrane M3. However, after filtering cactus juice, 3D images reveal deposits of foulants on the membrane M4 surface (Fig. 9 b). The use of UDS tip 10P contributed to remove such foulants resulting in a clean surface. The benefits of ultrasound can be observed when comparing the surface cleaned by using the scaler (Fig. 9 d) with the intact surface (Fig. 9 a). Moreover, the Figure 9 (e) shows the fouled surface of membrane M2 that was not

affected by UDS tip 10P proving that the effects of the tip does not affect the central surface of the membrane.

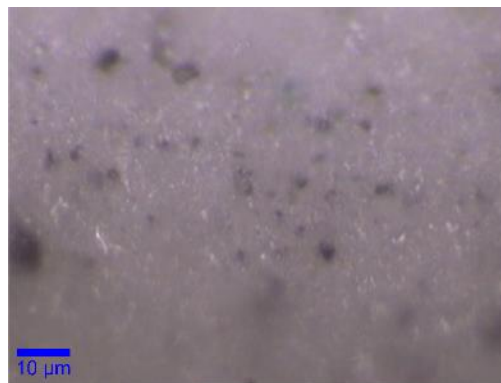
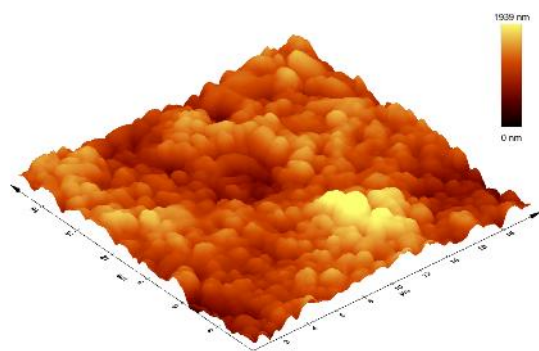
Results suggest that the use of UDS tips is an innovative option as cleaning strategy; however, the operating parameters must be controlled, in particular the operating time, in order to avoid surface damage. Exposure times longer than 30 minutes caused the irreversible removal of the active layer ($\text{ZrO}_2\text{-TiO}_2$) of the ceramic membrane. Therefore, the characteristic reliefs on the membrane surface disappeared to give rise to a deeper flat surface as shown in Fig. 9 (f).



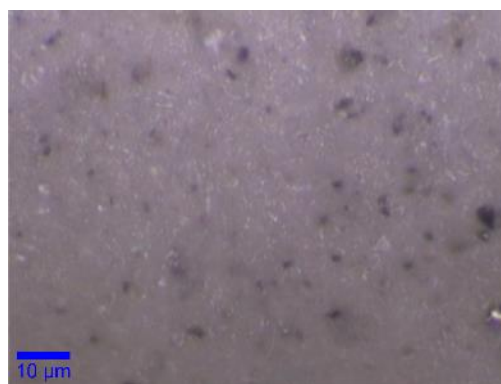
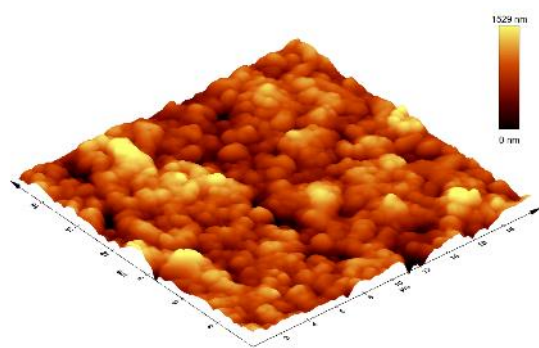
(a)



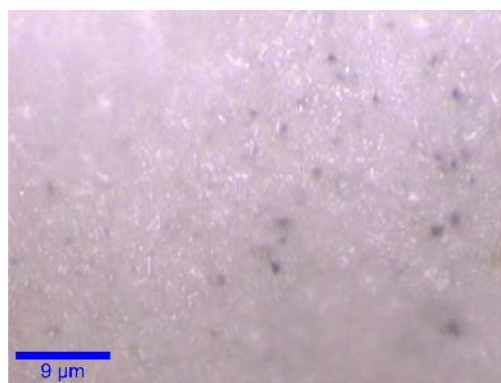
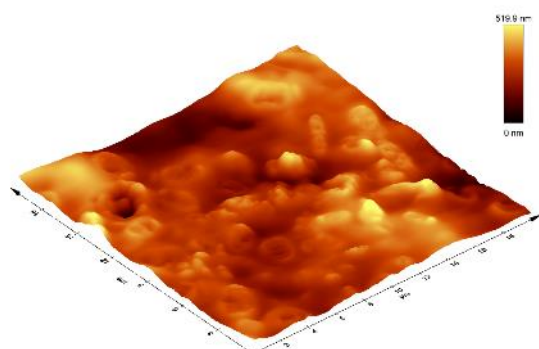
(b)



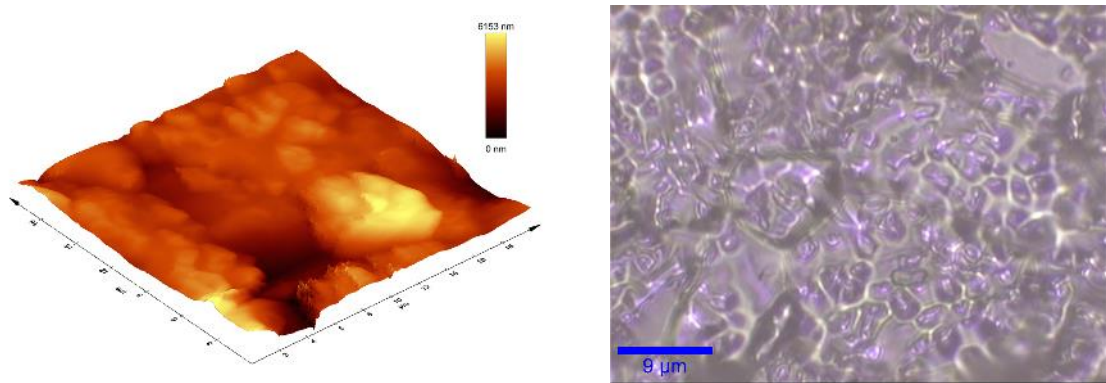
(c)



(d)



(e)



(f)

Figure 9. 3D AFM images (left) and surfaces images (right) of the membrane: (a) Intact surface, virgin membrane M3; (b) fouled surface M4; (c) surface cleaned by chemicals M1; (d) surface cleaned by tip 10P M2; (e) fouled surface, center of membrane M2; (f) damaged surface M5 by tip 10P.

Conclusions

The use of dental scaler tips has been investigated as concept test of cleaning of fouled ceramic membranes. Resistance-in series model and Atomic Forces Microscopy techniques have been used to get insight about flux decline and benefits of using ultrasound tips as cleaning method of membranes. Results showed that thin and long UDS tips providing larger amplitude vibrations resulted in larger cleaning surfaces; however, operating parameters, particularly the exposure time should be carefully controlled in order to avoid irreversible surface damage resulting in low membrane selectivity. The reversible resistances by UDS were lower than those obtained by chemicals, while irreversible resistances were bigger than those obtained chemicals, this difference is attributed to minor area recovered by UDS. The analysis by images through specialized software is necessary to show evidence of the effective area covered by effects of UDS tip to avoid user errors by drawing in CAD. The design of a rotatory system has been proposed to achieve a greater cleaning total area. Due to the lower surface coverage, lower fluxes and higher resistances were obtained when using UDS tips compared to chemical cleaning. However, it would expect to get better results when

combining ultrasound scales with other anti-fouling techniques (back-flushing and/or back-pulsing), which could help to increase the process performance (sustainable flux).

Nomenclature

AFM : atomic force microscope
J_{cactus} : permeate flux of cactus juice ($\text{L}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{h}^{-1}$)
J_v : permeate flux
P : pressure (bar)
R_{irr} : irreversible resistance (m^{-1})
R_m : resistance of the cleaned membrane (m^{-1})
R_{rev} : reversible resistance (m^{-1})
R_{tot} : total resistance (m^{-1})
TMP : pressure transmembrane (bar)
UDS : Ultrasonic Dental Scaler
V_x : cross-flow velocity ($\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$)

Greek symbols

μ : viscosity ($\text{Pa}\cdot\text{s}$)

Acknowledgements

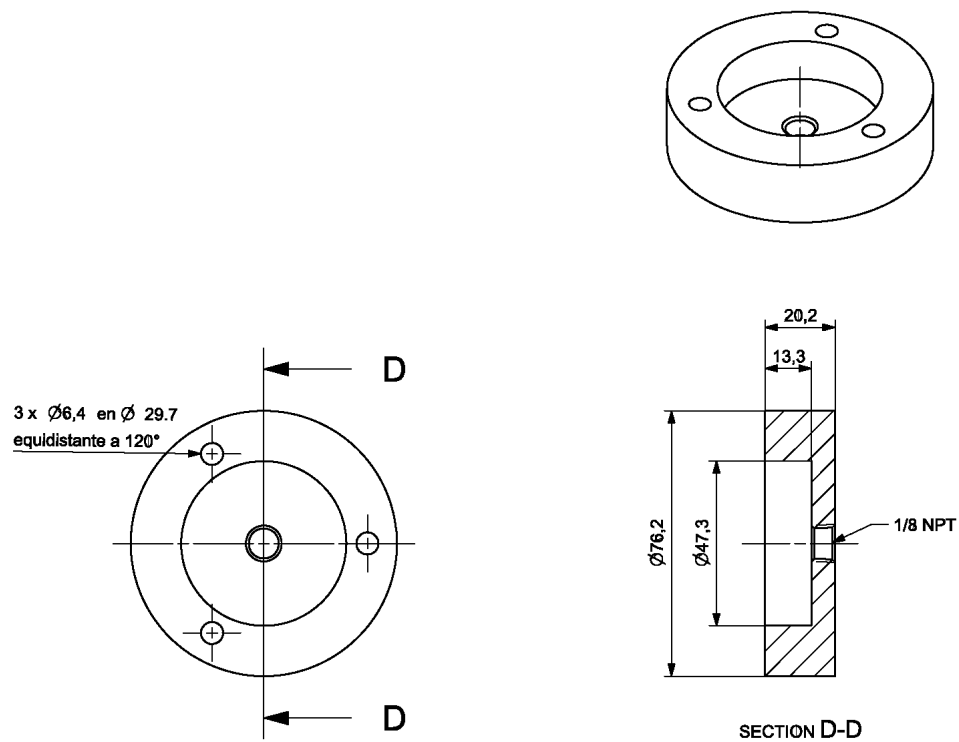
M.A Bazan thanks to Conacyt for providing the scholarship for the PhD studies. The financial support from DGAPA-UNAM through the grant IN-108015 is highly acknowledged. Authors thank to Ms. Fabiola Rodriguez and Nancy Reyna for the technical support, as well as to MSc. Jose G Bañuelos for the AFM images.

References

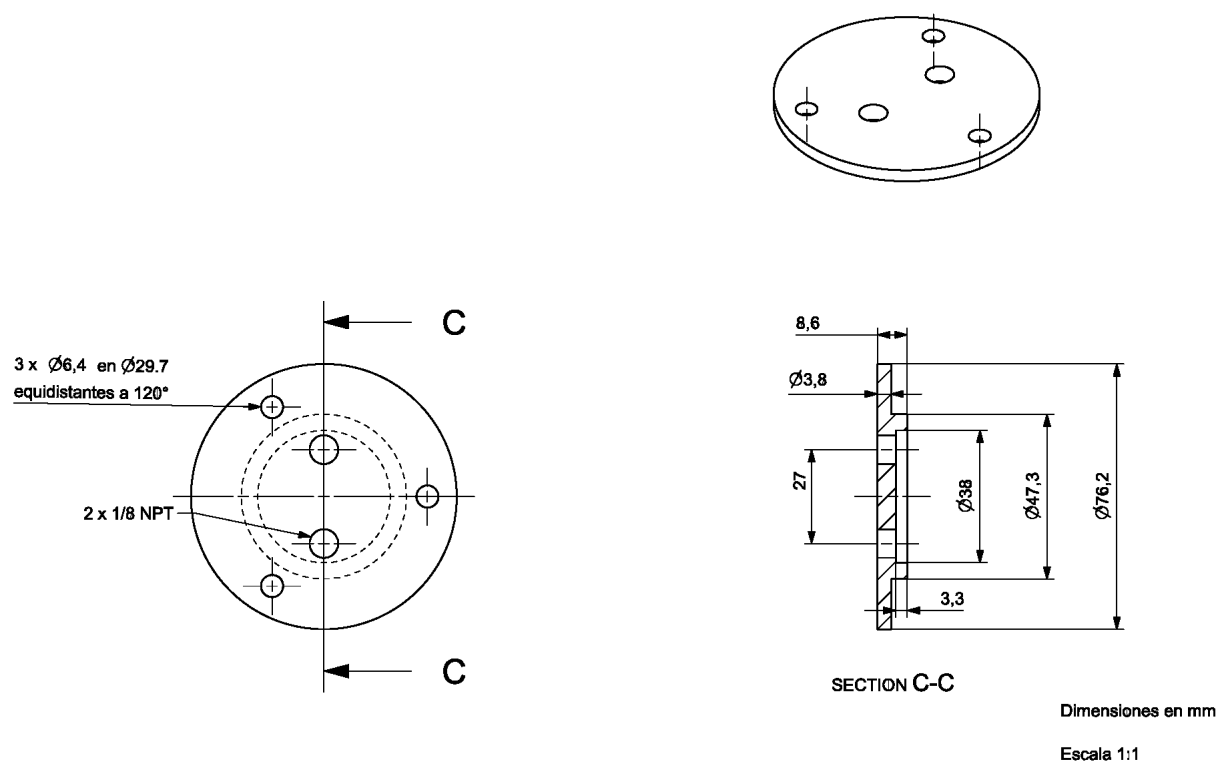
- [1] C.-C. Ho, A.L. Zydney, A Combined Pore Blockage and Cake Filtration Model for Protein Fouling during Microfiltration, *Journal of Colloid and Interface Science*, 232 (2000) 389-399.
- [2] T.J. Tan, D. Wang, C.I. Moraru, A physicochemical investigation of membrane fouling in cold microfiltration of skim milk, *J Dairy Sci*, 97 (2014) 4759-4771.
- [3] J. Ayyavoo, T.P.N. Nguyen, B.-M. Jun, I.-C. Kim, Y.-N. Kwon, Protection of polymeric membranes with antifouling surfacing via surface modifications, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 506 (2016) 190-201.
- [4] S. Muthukumaran, K. Yang, A. Seuren, S. Kentish, M. Ashokkumar, G.W. Stevens, F. Grieser, The use of ultrasonic cleaning for ultrafiltration membranes in the dairy industry, *Separation and Purification Technology*, 39 (2004) 99-107.
- [5] Z. Zhou, X. He, M. Zhou, F. Meng, Chemically induced alterations in the characteristics of fouling-causing bio-macromolecules – Implications for the chemical cleaning of fouled membranes, *Water Research*, 108 (2017) 115-123.
- [6] A. Maskooki, T. Kobayashi, S.A. Mortazavi, A. Maskooki, Effect of low frequencies and mixed wave of ultrasound and EDTA on flux recovery and cleaning of microfiltration membranes, *Separation and Purification Technology*, 59 (2008) 67-73.
- [7] C.-C. Kan, D.A.D. Genuino, K.K.P. Rivera, M.D.G. de Luna, Ultrasonic cleaning of polytetrafluoroethylene membrane fouled by natural organic matter, *Journal of Membrane Science*, 497 (2016) 450-457.
- [8] M.O. Lamminen, H.W. Walker, L.K. Weavers, Mechanisms and factors influencing the ultrasonic cleaning of particle-fouled ceramic membranes, *Journal of Membrane Science*, 237 (2004) 213-223.
- [9] K.S. Suslick, *Ultrasound: its chemical, physical, and biological effects*, VCH Publishers, 1988.
- [10] S.J. Gartenmann, T. Thurnheer, T. Attin, P.R. Schmidlin, Influence of ultrasonic tip distance and orientation on biofilm removal, *Clinical oral investigations*, (2016) 1-8.
- [11] E. Pecheva, R.L. Sammons, A.D. Walmsley, The performance characteristics of a piezoelectric ultrasonic dental scaler, *Medical engineering & physics*, 38 (2016) 199-203.

- [12] M. Cai, S. Zhao, H. Liang, Mechanisms for the enhancement of ultrafiltration and membrane cleaning by different ultrasonic frequencies, *Desalination*, 263 (2010) 133-138.
- [13] A. Simon, N. Gondrexon, S. Taha, J. Cabon, G. Dorange, Low-frequency ultrasound to improve dead-end ultrafiltration performance, *Separation Science and Technology*, 35 (2000) 2619-2637.
- [14] T. Kobayashi, T. Kobayashi, Y. Hosaka, N. Fujii, Ultrasound-enhanced membrane-cleaning processes applied water treatments: influence of sonic frequency on filtration treatments, *Ultrasonics*, 41 (2003) 185-190.
- [15] H.M. Kyllönen, P. Pirkonen, M. Nyström, Membrane filtration enhanced by ultrasound: a review, *Desalination*, 181 (2005) 319-335.
- [16] B. Felver, D.C. King, S.C. Lea, G.J. Price, A.D. Walmsley, Cavitation occurrence around ultrasonic dental scalers, *Ultrasonics sonochemistry*, 16 (2009) 692-697.
- [17] S.C. Lea, G. Landini, A.D. Walmsley, Vibration characteristics of ultrasonic scalers assessed with scanning laser vibrometry, *Journal of dentistry*, 30 (2002) 147-151.
- [18] S.C. Lea, G. Landini, A.D. Walmsley, Assessing the vibrations of dental ultrasonic scalers, *Journal of sound and vibration*, 271 (2004) 1113-1120.
- [19] T. Thurnheer, E. Rohrer, G.N. Belibasakis, T. Attin, P.R. Schmidlin, Static biofilm removal around ultrasonic tips in vitro, *Clinical oral investigations*, 18 (2014) 1779-1784.
- [20] M. Ousman, M. Bennasar, Determination of various hydraulic resistances during cross-flow filtration of a starch grain suspension through inorganic membranes, *Journal of Membrane Science*, 105 (1995) 1-21.
- [21] R. Jiraratananon, A. Chanachai, A study of fouling in the ultrafiltration of passion fruit juice, *Journal of Membrane Science*, 111 (1996) 39-48.

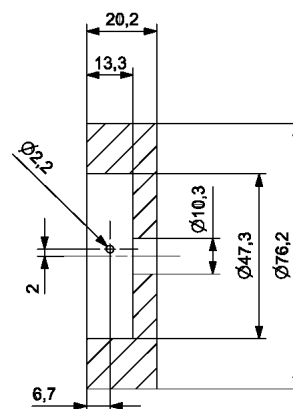
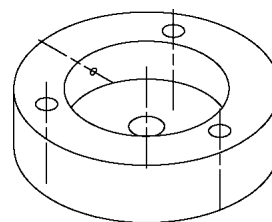
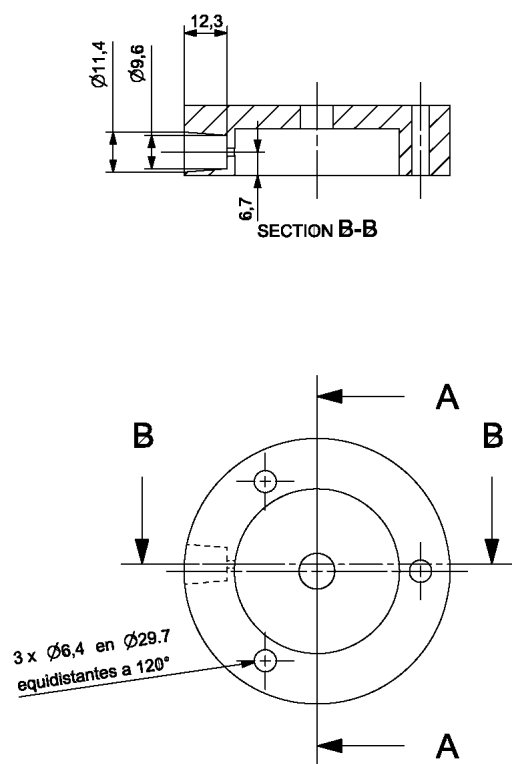
Anexo 2. Planos de la base de la celda de microfiltración.



Anexo 3. Planos de la tapa de la celda de microfiltración.



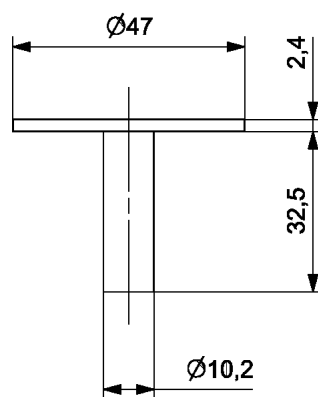
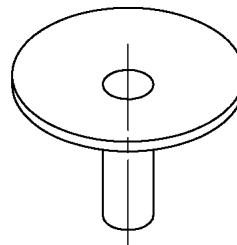
Anexo 4. Planos de la base de la celda de limpieza.



Dimensiones en mm

Escala 1:1

Anexo 5. Planos del soporte rotatorio de la membrana.



Dimensiones en mm

Escala 1:1

Anexo 6. Trabajo de tesis desarrollado por Dulce Fabiola Rodríguez Miranda para titulación de licenciatura y cartel presentado en el Congreso de Instrumentación SOMI XXXI, Guatemala, Guatemala, 2016.



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE INGENIERÍA

Monitoreo y control de un sistema de microfiltración con membranas de disco.

TESIS

Que para obtener el título de
Ingeniera Mecatrónica

P R E S E N T A

Dulce Fabiola Rodríguez Miranda

DIRECTOR DE TESIS

M.I. Miguel Ángel Bazán Ramírez



Ciudad Universitaria, Cd. Mx., 2017



Monitoreo y Control de un Sistema de Microfiltración



Rodríguez, D. F., Bazán, M. A., Ascanio, G.
Centro de Ciencias Aplicadas y Desarrollo Tecnológico, UNAM Circuito Exterior Cd. Universitaria,
Delegación Coyoacán C. P. 04510, México, D. F.
fabv_30s@hotmail.com; miguel.bazan@ccadet.unam.mx; gabriel.ascanio@ccadet.unam.mx

SOMI XXXI CONGRESO DE INSTRUMENTACIÓN
XXXI Edición, Cd. de Guatemala, Gua., 26 al 28 de octubre de 2016

RESUMEN

En el presente trabajo se describe un sistema que permite monitorear y controlar un proceso de microfiltración por medio de una interfaz gráfica, una tarjeta de adquisición de datos y una computadora de escritorio. La interfaz permite establecer las condiciones de operación del sistema de microfiltración y modificarlas durante el proceso. Así como hacer uso de distintos dispositivos para reducir el taponamiento de la superficie de la membrana y mantener el flujo de permeado constante. El fluido de prueba es cerveza artesanal.

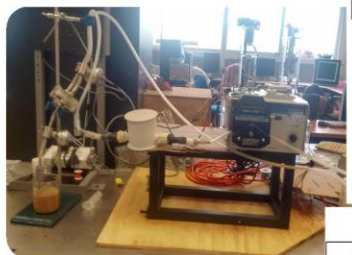
OBJETIVO

El objetivo de este proyecto es desarrollar un sistema de monitoreo y control del proceso de microfiltración que permita establecer condiciones de operación, como el flujo de alimentación y la diferencia de presión en la celda de la membrana por medio de una interfaz de usuario. Además de establecer las condiciones de operación, permita observar el comportamiento y desarrollo del flujo de permeado y la presión transmembrana para poder implementar distintas técnicas de control y reducción de taponamiento en la superficie de la membrana. El sistema almacena los datos en una hoja de cálculo para su análisis posterior.

DESARROLLO

Sistema mecánico

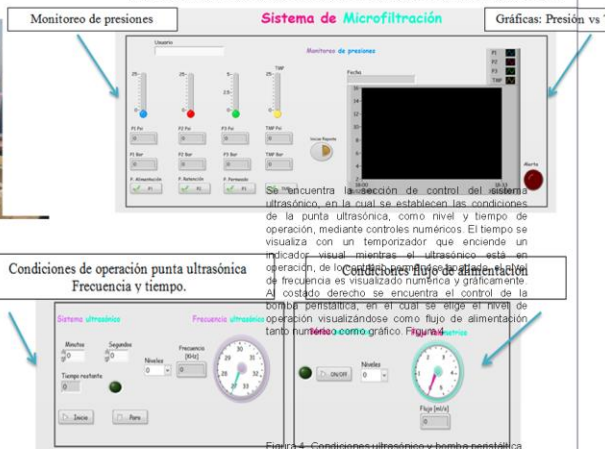
El sistema de microfiltración, figura 1, está compuesto básicamente por, un tanque de almacenamiento del fluido a filtrar, una bomba peristáltica, una celda para membranas de disco, una punta ultrasónica, una electroválvula de control de flujo, una válvula solenoide, tres transductores de presión, una tarjeta de adquisición de datos, una tarjeta de control de velocidad y una computadora portátil.



Interfaz del sistema

El sistema de microfiltración es controlado y monitoreado por medio de una interfaz de usuario instalada en una computadora portátil, la que se desarrolló bajo el lenguaje de programación de LabView®. Por medio de la interfaz es posible establecer las condiciones iniciales de operación.

En la sección del monitoreo de presiones se observan la presión que corresponde a cada transductor. Se permiten visualizar las gráficas así como los valores de las presiones en psi y bar. Se encuentra una ventana que permite observar el comportamiento de las presiones durante el desarrollo del proceso de filtración así como una opción para guardar los datos.



Sistema eléctrico-electrónico

El sistema de microfiltración tiene un flujo de alimentación máximo de presión máxima de 1.4244 bar. La punta ultrasónica tiene un intervalo 22 a 33 kHz. La válvula solenoide tiene una frecuencia de operación máxima de 20 Hz. Los transductores de presión Cole Palmer alcanzan un valor de 0.3447 y 1.7237 bar, respectivamente. La tarjeta de adquisición de datos DAQ 6008. La fuente de alimentación es de 12 V. La tarjeta de control de la bomba peristáltica marca KBElectronics, modelo KI.



Figura 2. Electrónica del sistema

Control electroválvula

Se logró controlar la posición de la electroválvula de estrangulamiento mediante un motor a pasos bipolar, el cual de acuerdo a la presión de alimentación y con ayuda de dos sensores de fin de carrera se interpreta la posición de la válvula como abierta o cerrada, se controla la frecuencia de operación de la electroválvula, en el cual se establecen los grados y velocidad de apertura y cierre de la electroválvula. Al estado derecho se encuentra el control de la frecuencia de operación de la electroválvula. El tiempo de operación, de igual manera que el sistema ultrasónico, cuenta con un temporizador que indica el tiempo restante de funcionamiento. Se cuenta con un botón para finalizar el experimento. Figura 5.

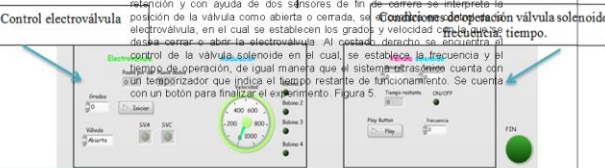


Figura 5. Control electroválvula y válvula solenoide

RESULTADOS

De manera gráfica se puede observar el desarrollo de las presiones durante el desarrollo del proceso en tiempo real, la interfaz cuenta con el control y modulación para los distintos elementos del sistema de filtración ensamblado, es una interfaz modular que permite realizar experimentos de manera independiente. El sistema permite el análisis del flujo permeado, el análisis de las vibraciones de la celda, la caracterización del flujo volumétrico de la bomba peristáltica. La caracterización de los accesorios de manera independiente permitió obtener los intervalos de operación y las funciones de control. La interfaz de usuario genera un reporte con datos del proceso para análisis posterior. El sistema se ha utilizado en pruebas de filtración de cerveza artesanal sin gasificar. Un experimento de velocimetría de partículas, independiente al sistema de microfiltración permitió conocer los límites de operación de frecuencia de la punta ultrasónica. A la operación de la punta ultrasónica al interior de la celda, por medio de visualización de flujo con pintura fluorescente e iluminación con luz ultravioleta, define límites de operación.

CONCLUSIONES

La interfaz de usuario desarrollada permite la operación de los instrumentos y actuadores del sistema de microfiltración sin que el desarrollo del experimento se interrumpa o modifique su operación. Los datos experimentales que se monitorean con el sistema implementado, son exportados para generar un reporte de cada experimento. Con la cerveza artesanal, fue posible observar la clarificación del fluido y el ensuciamiento de la membrana. Sin embargo sería muy útil un sistema de comunicación inalámbrica para el monitoreo a distancia.

Anexo 7. Prueba t realizadas entre los flujos de permeado posteriores a la limpieza ultrasónica y química a una TMP de 0.3 [bar]. M1 es la membrana limpiada con agentes químicos y M2 es la membrana limpiada con la punta ultrasónica 10P.

XLSTAT 2017.5.47352 - Two-sample t-test and z-test - Start time: 06/10/2017 at 11:26:25 a. m. / End time: 06/10/2017 at 11:26:25 a. m.
 Sample 1: Workbook = Libro1 / Sheet = Hoja1 / Range = Hoja1!\$A\$2:\$A\$4 / 2 rows and 1 column
 Sample 2: Workbook = Libro1 / Sheet = Hoja1 / Range = Hoja1!\$B\$2:\$B\$5 / 3 rows and 1 column
 Hypothesized difference (D): 0
 Significance level (%): 5
 Population variances for the t-test: Assume equality
 Run again:

Summary statistics:

Variable	Observations	. with missing	without missing	Minimum	Maximum	Mean	Std. deviation
M1	2	0	2	143.780	515.700	329.740	262.987
M2	3	0	3	141.610	156.680	148.347	7.661

t-test for two independent samples / Two-tailed test:

95% confidence interval on the difference between the means:
 [-260.089 , 622.875]

Difference	181.393
t (Observed value)	1.308
t (Critical value)	3.182
DF	3
p-value (Two-tailed)	0.282
alpha	0.05

Test interpretation:

H0: The difference between the means is equal to 0.

Ha: The difference between the means is different from 0.

As the computed p-value is greater than the significance level $\alpha=0.05$, one cannot reject the null hypothesis H0.

Anexo 8. Prueba t realizadas entre los flujos de permeado posteriores a la limpieza ultrasónica y química a una TMP de 0.5 [bar]. M1 es la membrana limpiada con agentes químicos y M2 es la membrana limpiada con la punta ultrasónica 10P.

XLSTAT 2017.5.47352 - Two-sample t-test and z-test - Start time: 06/10/2017 at 02:43:37 p. m. / End time: 06/10/2017 at 02:43:38 p. m.
 Sample 1: Workbook = prueba t.xlsx / Sheet = Hoja1 / Range = Hoja1!\$D\$2:\$D\$4 / 2 rows and 1 column
 Sample 2: Workbook = prueba t.xlsx / Sheet = Hoja1 / Range = Hoja1!\$E\$2:\$E\$5 / 3 rows and 1 column
 Hypothesized difference (D): 0
 Significance level (%): 5
 Population variances for the t-test: Assume equality
 Run again:

Summary statistics:

Variable	Observations	with missing	without missing	Minimum	Maximum	Mean	Std. deviation
M1	2	0	2	299.730	1113.000	706.365	575.069
M2	3	0	3	269.280	319.100	296.707	25.289

t-test for two independent samples / Two-tailed test:

95% confidence interval on the difference between the means:
 [-556.767 , 1376.083]

Difference	409.658
t (Observed value)	1.349
t (Critical value)	3.182
DF	3
p-value (Two-tailed)	0.270
alpha	0.05

Test interpretation:

H0: The difference between the means is equal to 0.

Ha: The difference between the means is different from 0.

As the computed p-value is greater than the significance level $\alpha=0.05$, one cannot reject the null hypothesis H0.