

# Trabajo Fin de Máster

## Máster Universitario en Ingeniería Química

### Instalación y puesta en marcha de una unidad de laboratorio de electrodiálisis

Autor: Manuel Fernández Pérez

Tutores: Fátima Arroyo Torralvo y Luis Francisco Vilches Arenas

Dep. Ingeniería Química y Ambiental  
Escuela Técnica Superior de Ingeniería  
Universidad de Sevilla

Sevilla, 2021





Trabajo Fin de Máster  
Máster Universitario en Ingeniería Química

# **Instalación y puesta en marcha de una unidad de laboratorio de electrodiálisis**

Autor:

Manuel Fernández Pérez

Tutores:

Luis Francisco Vilches Arenas

Profesor titular

Fátima Arroyo Torralvo

Profesora titular

Dep. de Ingeniería Química y Ambiental

Escuela Técnica Superior de Ingeniería

Universidad de Sevilla

Sevilla, 2021



Trabajo Fin de Máster: Instalación y puesta en marcha de una unidad de laboratorio de electrodiálisis

Autor: Manuel Fernández Pérez

Tutores: Fátima Arroyo Torralvo y Luis Francisco Vilches Arenas

El tribunal nombrado para juzgar el Trabajo arriba indicado, compuesto por los siguientes miembros:

Presidente:

Vocales:

Secretario:

Acuerdan otorgarle la calificación de:

Sevilla, 2021

El Secretario del Tribunal



*A mi familia y amigos*





# Agradecimientos

---

*A mi familia, por su apoyo y ayuda en cualquier circunstancia*

*A mis amigos y compañeros, cuya ayuda fue imprescindible para superar los momentos más duros y hacer más llevadero el camino*

*A todos los profesores que me han ayudado, aconsejado y se han preocupado por mi educación.*

*Gracias*



En este trabajo se ha realizado un estudio bibliográfico sobre el estado del arte actual de una tecnología de membranas, la electrodiálisis, tanto convencional como con membranas bipolares.

Se ha realizado el diseño y montaje de una instalación convencional de electrodiálisis de laboratorio, así como los protocolos de puesta en marcha, operación y apagado.

Se han realizado ensayos para verificar el correcto funcionamiento del sistema, comprobando el efecto de las variables del proceso (concentración de sales en la alimentación, la corriente aplicada, y el número de membranas). Para comparar los resultados con los definidos en la referencia consultada, se han empleado como alimentación soluciones de NaCl.

Además de las variables de operación, se ha medido la evolución con el tiempo de la conductividad y el volumen de líquido contenido en los distintos circuitos, la intensidad de corriente y la diferencia de potencial eléctrico y, como consecuencia, el gasto energético necesario para llevar a cabo la separación.



# Abstract

---

In this work, a bibliographic study has been carried out on the current state of the art of a membrane technology, electro dialysis, both conventional and with bipolar membranes.

The design and assembly of a conventional laboratory electro dialysis installation has been made, as well as the start-up, operation, and shutdown protocols.

Experiments have been performed to verify the correct operation of the system, checking the effect of the process variables (salt concentration in the feed, the current applied, and the number of membranes). To compare the results with those defined in the bibliography, NaCl solutions have been used as feed.

In addition to the operating variables, the evolution of the following variables has been measured over time: the conductivity and the volume of liquid contained in the different circuits, the intensity of the current and the electrical potential, and, consequently, the energy consumption necessary to carry out the separation.



<b>Agradecimientos</b> .....	<b>i</b>
<b>Resumen</b> .....	<b>iii</b>
<b>Abstract</b> .....	<b>v</b>
<b>Índice</b> .....	<b>vii</b>
<b>ÍNDICE DE TABLAS</b> .....	<b>ix</b>
<b>ÍNDICE DE FIGURAS</b> .....	<b>xi</b>
<b>Notación</b> .....	<b>xiii</b>
<b>1 Introducción</b> .....	<b>1</b>
1.1 <i>Objeto del trabajo</i> .....	1
1.2 <i>Electrodiálisis</i> .....	1
1.2.1 Breve historia de la electrodiálisis .....	2
1.2.2 Membranas de electrodiálisis.....	2
1.2.3 Esquema de un sistema de ED.....	4
1.2.4 Electrodiálisis inversa .....	5
1.2.5 Aplicaciones generales de la electrodiálisis .....	5
1.3 <i>Electrodiálisis con membranas bipolares</i> .....	7
1.3.1 Breve historia de la electrodiálisis con membranas bipolares .....	8
1.3.2 Membranas bipolares .....	8
1.3.3 Aplicaciones de la EDBM.....	9
<b>2 Objetivos y Alcance</b> .....	<b>11</b>
<b>3 Materiales y Métodos</b> .....	<b>13</b>
3.1 <i>Introducción</i> .....	13
3.2 <i>Instalación</i> .....	13
3.2.1 Módulo de membranas.....	15
3.2.2 Fuente de alimentación .....	17
3.2.3 Bombas.....	17
3.2.4 Depósitos de los circuitos.....	17
3.2.5 Equipos y material auxiliar .....	17
3.3 <i>Metodología experimental</i> .....	18
3.3.1 Diseño, montaje y desmontaje.....	18
3.3.1.1 Diseño .....	18
3.3.1.2 Manipulación de las membranas .....	18
3.3.1.3 Montaje .....	19
3.3.1.4 Desmontaje .....	22
3.3.2 Preparación de las distintas soluciones .....	23

3.3.3	Puesta en marcha, operación y apagado del Sistema .....	24
3.3.3.1	Puesta en marcha.....	24
3.3.3.2	Operación.....	24
3.3.3.3	Apagado del sistema .....	25
3.4	<i>Métodos de cálculo</i> .....	26
<b>4</b>	<b>Resultados .....</b>	<b>27</b>
4.1	<i>Introducción</i> .....	27
4.2	<i>Prueba 1</i> .....	28
4.3	<i>Prueba 2</i> .....	31
4.4	<i>Prueba 3</i> .....	34
4.5	<i>Prueba 4</i> .....	37
4.6	<i>Prueba 5</i> .....	40
4.7	<i>Prueba 6</i> .....	43
4.8	<i>Prueba 7</i> .....	46
<b>5</b>	<b>Análisis y discusión de resultados .....</b>	<b>51</b>
5.1	<i>Comparación de los ensayos con distinta alimentación eléctrica (1, 2, 3 y 4) .....</i>	51
5.2	<i>Comparación de los ensayos por distinta concentración inicial (3 y 5) .....</i>	54
5.3	<i>Comparación de los ensayos con distinto número de membranas (1, 3, 6 y 7).....</i>	56
5.4	<i>Comparación con bibliografía .....</i>	58
<b>6</b>	<b>Conclusiones .....</b>	<b>63</b>
<b>7</b>	<b>Trabajo futuro.....</b>	<b>65</b>
	<b>Referencias.....</b>	<b>67</b>
	<b>Anexo I: Hojas de datos.....</b>	<b>71</b>



# ÍNDICE DE TABLAS

---

Tabla 1. Condiciones iniciales de los ensayos realizados	27
Tabla 2. Condiciones iniciales del ensayo 1	28
Tabla 3. Recogida de datos del ensayo 1	28
Tabla 4. Condiciones iniciales del ensayo 2	31
Tabla 5. Recogida de datos del ensayo 2	31
Tabla 6. Condiciones iniciales del ensayo 3	34
Tabla 7. Recogida de datos del ensayo 3	34
Tabla 8. Condiciones iniciales del ensayo 4	37
Tabla 9. Recogida de datos del ensayo 4	37
Tabla 10. Condiciones iniciales del ensayo 5	40
Tabla 11. Recogida de datos del ensayo 5	41
Tabla 12. Condiciones iniciales del ensayo 6	43
Tabla 13. Recogida de datos del ensayo 6	44
Tabla 14. Condiciones iniciales del ensayo 7	46
Tabla 15. Recogida de datos del ensayo 7	47



# ÍNDICE DE FIGURAS

---

Figura 1. Movimiento de iones en una disolución cuando se aplica corriente eléctrica continua [1]	1
Figura 2. Comportamiento de los iones en un sistema de ED [9]	3
Figura 3. Estructura interna de los espaciadores y trayectoria de los fluidos como consecuencia de los deflectores [1]	4
Figura 4. Diagrama de un módulo de ED [1]	4
Figura 5. Esquema de un sistema de EDBM	7
Figura 6. Funcionamiento de membranas bipolares: (a) polarización inversa, (b) [30]	9
Figura 7. Esquema de la instalación de electrodiálisis	13
Figura 8. Detalle del módulo de membranas y el flujo de las corrientes a través de él	14
Figura 9. Instalación de electrodiálisis utilizada para los ensayos	15
Figura 10. Configuración interna del módulo de membranas ED 64004 de PCCell [Manual PCCell]	16
Figura 11. Detalle de los separadores y comportamiento de los fluidos. A: separador de diluido. B: Separador de concentrado	17
Figura 12. Esquema de una configuración de pares de celdas [Manual PCCell]	18
Figura 13. Conjunto completo de membranas y espaciadores sobre el ánodo.	20
Figura 14. Separador final sobre conjunto de membranas	20
Figura 15. Cátodo del módulo de ED	21
Figura 16. Espaciadores de PCCell [Manual PCCell]	21
Figura 17. Esquema de una configuración de celda de 3 cámaras (con membranas bipolares) [Manual PCCell]	22
Figura 18. Vista frontal de la fuente de alimentación	25
Figura 19. Conductividades de las corrientes de diluido y concentrado del ensayo 1	29
Figura 20. Intensidad y tensión eléctrica a lo largo del ensayo 1	29
Figura 21. Potencia y energía acumulada a lo largo del ensayo 1	30
Figura 22. Tasa de desmineralización a lo largo del ensayo 1	30
Figura 23. Conductividades y volúmenes de las corrientes de diluido y concentrado del ensayo 2	32
Figura 24. Intensidad y tensión eléctrica a lo largo del ensayo 2	32
Figura 25. Potencia y energía acumulada a lo largo del ensayo 2	33
Figura 26. Tasa de desmineralización a lo largo del ensayo 2	33
Figura 27. Conductividades y volúmenes de las corrientes de diluido y concentrado del ensayo 3	35

Figura 28. Intensidad y tensión eléctrica a lo largo del ensayo 3	35
Figura 29. Potencia y energía acumulada a lo largo del ensayo 3	36
Figura 30. Tasa de desmineralización a lo largo del ensayo 3	36
Figura 31. Conductividades y volúmenes de las corrientes de diluido y concentrado del ensayo 4	38
Figura 32. Intensidad y tensión eléctrica a lo largo del ensayo 4	39
Figura 33. Potencia y energía acumulada a lo largo del ensayo 4	39
Figura 34. Tasa de desmineralización a lo largo del ensayo 4	40
Figura 35. Conductividades y volúmenes de las corrientes de diluido y concentrado del ensayo 5	41
Figura 36. Intensidad y tensión eléctrica a lo largo del ensayo 5	42
Figura 37. Potencia y energía acumulada a lo largo del ensayo 5	42
Figura 38. Tasa de desmineralización a lo largo del ensayo 5	43
Figura 39. Conductividades y volúmenes de las corrientes de diluido y concentrado del ensayo 6	44
Figura 40. Intensidad y tensión eléctrica a lo largo del ensayo 6	45
Figura 41. Potencia y energía acumulada a lo largo del ensayo 6	45
Figura 42. Tasa de desmineralización a lo largo del ensayo 6	46
Figura 43. Conductividades y volúmenes de las corrientes de diluido y concentrado del ensayo 7	47
Figura 44. Intensidad y tensión eléctrica a lo largo del ensayo	48
Figura 45. Potencia y energía acumulada a lo largo del ensayo 7	48
Figura 46. Tasa de desmineralización a lo largo del ensayo 7	49
Figura 47. Conductividad de la corriente diluida en los 4 primeros ensayos	52
Figura 48. Conductividad de la corriente concentrada en los 4 primeros ensayos	52
Figura 49. Energía acumulada necesaria para llevar a cabo los primeros 4 ensayos	53
Figura 50. Tasa de desmineralización en los 4 primeros ensayos	54
Figura 51. Conductividades de las corrientes diluida y concentrada de los ensayos 3 y 5	55
Figura 52. Energía acumulada necesaria para llevar a cabo los ensayos 3 y 5	55
Figura 53. Tasa de desmineralización en los ensayos 3 y 5	56
Figura 54. Conductividades de las corrientes diluida y concentrada de los ensayos 1, 3, 6 y 7	57
Figura 55. Energía acumulada necesaria para llevar a cabo los ensayos 1, 3, 6 y 7	57
Figura 56. Tasa de desmineralización en los ensayos 1, 3, 6 y 7	58
Figura 57. Volúmenes del ensayo comercial [Manual PCCell]	59
Figura 58. Volúmenes del ensayo propio	59
Figura 59. Intensidad y tensión eléctrica en el ensayo comercial [Manual PCCell]	60
Figura 60. Intensidad y tensión eléctrica en el ensayo propio	60
Figura 61. Conductividades en el ensayo comercial [Manual PCCell]	61
Figura 62. Conductividades en el ensayo propio	61

# Notación

ED	Electrodiálisis
EDBM	Electrodiálisis con membranas bipolares ( <i>electrodialysis with bipolar membrane</i> )
A	Membranas de intercambio aniónico (membranas aniónicas)
K, C	Membranas de intercambio catiónico (membranas catiónicas)
BM	Membrana bipolar ( <i>bipolar membrane</i> )
TDS	Sólidos totales disueltos ( <i>total dissolved solids</i> ) (mg/L)
RO	Ósmosis inversa ( <i>Reverse osmosis</i> )
NF	Nanofiltración
UF	Ultrafiltración
MF	Microfiltración
EDR	Electrodiálisis inversa ( <i>Electrodialysis reversal</i> )
EDI	Electrodesionización
CEL	Capa de intercambio catiónico ( <i>Cation-exchange layer</i> )
AEL	Capa de intercambio aniónico ( <i>Anion-exchange layer</i> )
IL	Unión bipolar o capa interfase ( <i>Interfacial layer</i> )
P	Potencia eléctrica (W)
V	Tensión eléctrica (V)
I	Intensidad eléctrica (A)
$E_{\Delta t}$	Energía consumida en un período de tiempo (kJ)
$P_m$	Potencia media en un período de tiempo (kW)
$\Delta t$	Período de tiempo (s)
$E_{\text{acum}}$	Energía acumulada (kJ)
dr	Tasa de desmineralización
$\kappa_{i,D}$	Conductividad de la corriente diluida en el instante inicial (mS/cm)
$\kappa_{t,D}$	Conductividad de la corriente diluida en el instante t (mS/cm)



# 1 INTRODUCCIÓN

---

## 1.1 Objeto del trabajo

En este trabajo se va a emplear un sistema de electrodiálisis discontinuo (tipo batch). Se pretende montar un sistema básico para hacer una puesta en marcha, a modo de primer paso en la investigación sobre la electrodiálisis (ED). Este diseño podrá modificarse para adecuarse a otros sistemas más avanzados de ED, siendo especialmente prometedor la ED con membranas bipolares (EDBM), en la que a partir de una solución salina puede obtenerse una corriente de agua baja en sales y dos corrientes de subproductos: una base y un ácido.

## 1.2 Electrodiálisis

La electrodiálisis (ED) es un proceso electroquímico de separación en el que se transfieren iones a través de membranas aplicando una corriente eléctrica continua. Cuando se aplica esta corriente en una solución salina, ocurre lo siguiente de forma simultánea (Figura 1) [1]:

- Los cationes son atraídos por el cátodo (electrodo negativo), y los aniones, por el ánodo (electrodo positivo).
- Moléculas de agua se disocian en el cátodo para producir hidroxilos ( $\text{OH}^-$ ) e hidrógeno gaseoso ( $\text{H}_2$ ), mientras que en el ánodo se disocian para producir protones ( $\text{H}^+$ ), electrones ( $e^-$ ) y oxígeno gaseoso ( $\text{O}_2$ ).
- Es posible que se forme cloro gas ( $\text{Cl}_2$ ) en el ánodo.

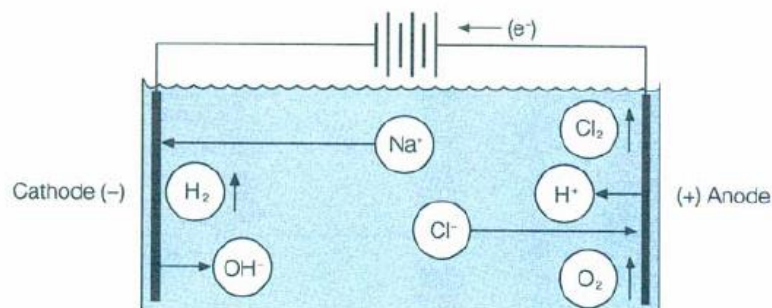


Figura 1. Movimiento de iones en una disolución cuando se aplica corriente eléctrica continua [1]

Si se añaden membranas que controlen el movimiento de los iones dentro de la disolución, se podrán formar compartimentos en los que se concentrarán los iones y otros donde serán diluidos, obteniendo así una corriente

baja en sales (corriente diluida) y otra con mayor concentración de sales (corriente concentrada). Esta es la base sobre la que se sustenta el proceso de electrodiálisis.

Actualmente se utiliza, entre otras aplicaciones (que se verán más adelante), para desmineralizar aguas salobres con concentraciones de TDS (sólidos totales disueltos) comprendidas entre el agua potable y el agua de mar (entre 500 y 30000 mg/L TDS). La ED es competitiva con la ósmosis inversa (RO) para tratar este tipo de aguas, aunque es importante destacar que la ED no es adecuada para la eliminación de microorganismos, al contrario que la RO, la nanofiltración (NF), la ultrafiltración (UF) o la microfiltración (MF) [1]. Además, se puede minimizar el agua de rechazo de otros procesos, producir agua ultrapura, concentrar soluciones diluidas, separar electrolitos de los que no lo son o producir ácidos y bases a partir de sales [2]. También tiene multitud de aplicaciones en la industria alimentaria [3].

La electrodiálisis inversa (EDR) consiste en invertir la corriente eléctrica después de cierto intervalo de tiempo, con el objetivo de prevenir incrustaciones en las membranas.

### 1.2.1 Breve historia de la electrodiálisis

Los comienzos de la ED se remontan a 1890, cuando lo propusieron Maigrot y Sabates [4] para desmineralizar jarabe de azúcar. En su prototipo, los marcos eran de madera, los electrodos de carbono y las membranas con papel de permanganato. La corriente continua la suministraban con una dinamo.

El primer artículo sobre ED que apareció en una revista científica fue publicado en 1903 por Morse y Pierce [5], mientras se iban revelando nuevas ideas, como la de los biólogos Loeb y Beutner [6], que descubrieron la permeabilidad selectiva de la piel de manzana a los cationes.

Los primeros equipos de ED con 3 compartimentos se usaron en los trabajos de Pauli [7], en el que introducía una alimentación a separar en el compartimento central y los cationes iban hacia el compartimento del cátodo y los aniones hacia el del ánodo. Sin embargo, sólo usaban un tipo de membrana en ese momento. El primer prototipo de ED con 3 compartimentos (la desalación ocurre en el compartimento central) utilizando membranas de intercambio catiónico y aniónico fue presentado por Manegold y Kalauch [8].

Con el trabajo de Meyer y Strauss [9] se llegó a un hito importante, ya que presentaron las propiedades de alternar membranas catiónicas y aniónicas. En él, alternaban membranas de estos dos tipos creando varios compartimentos de diluido y varios de concentrado, según se ve en la Figura 2. De esta forma se conseguía evitar que los productos entraran en las cámaras de los electrodos y reaccionaran con ellos, teniendo el mismo gasto energético que en el prototipo de 3 cámaras. Como consecuencia, se crearon prototipos alternando membranas catiónicas y aniónicas hasta tener cientos de compartimentos.

El uso de la tecnología de ED para el tratamiento de aguas salobres se empezó a utilizar industrialmente en los años 50, usándose de manera satisfactoria para aguas municipales o de procesos durante 40 años. El avance de la tecnología fue rápido desde su origen debido a la mejora en las propiedades de las membranas, de los materiales de construcción, del proceso en sí o la aparición de la EDR. La capacidad de tratamiento de aguas mundial mediante ED y EDR aumentó de 7,5 ML/d en 1955 a más de 750 ML/d en 1992 [1].

Las plantas de ED y EDR pueden diseñarse para eliminar entre el 50 y el 99% de los TDS y contaminantes del agua alimentada, si tiene entre 100 y 12000 mg/L de TDS, pudiendo obtener un agua producto con una concentración de TDS inferior a 10 mg/L [1].

### 1.2.2 Membranas de electrodiálisis

Los dos tipos de membranas utilizadas en los procesos de ED son las membranas de intercambio aniónico y las de intercambio catiónico (membranas aniónicas y membranas catiónicas). Son conductoras de la electricidad e impermeables al agua. Las membranas aniónicas sólo permiten el paso de los iones negativos y las membranas



catiónicas, a los positivos.

En la Figura 2 se observa el comportamiento de los iones en un sistema de ED. En “a” se tiene el sistema antes de aplicar la corriente eléctrica, y en “b” después de aplicarla. Se disponen alternativamente membranas aniónicas (A) y catiónicas (K), siendo los puntos negros aniones y los puntos blancos cationes.

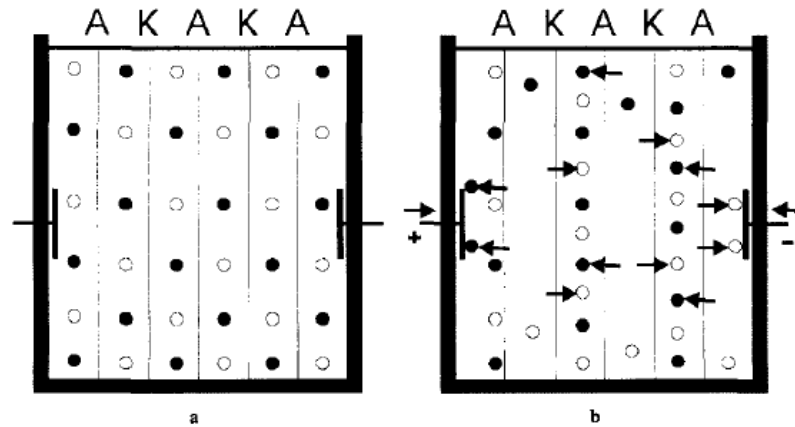


Figura 2. Comportamiento de los iones en un sistema de ED [9]

Las membranas de intercambio iónico utilizadas en ED son planas, con una superficie suave (similares en apariencia a una hoja de plástico), impermeables al agua y están reforzadas con fibras sintéticas. Las características que deben tener son las siguientes [1]:

- Baja resistencia eléctrica
- Insolubles en soluciones acuosas
- Construcción semirrígida para facilidad de manejo
- Resistencia a cambios de pH entre 2 y 9
- Ser capaces de trabajar de forma continua a temperaturas superiores a 46°C
- Resistencia al hinchamiento osmótico (expansiones de volumen por el paso de agua a través de las membranas) en soluciones entre 220 mg/L y 60000 mg/L de sal
- Elevada esperanza de vida (una media de 10 años para las aniónicas y 15 para las catiónicas)
- Resistencia al ensuciamiento
- Impermeabilidad al agua bajo presión
- Disponibilidad en diferentes tamaños y configuraciones

Existen variedades de estas membranas básicas que son selectivas a iones monovalentes o divalentes, o a algunos iones concretos. Para aplicaciones a mayor escala, se forman paquetes (stack) de membranas con cientos de éstas, que conforman el corazón del proceso de ED [1].

El stack es el conjunto de membranas dispuesto para realizar la operación de separación. Los espacios entre las membranas son las calles por las que fluyen los líquidos que intervienen en el proceso. Estas calles se crean y estabilizan introduciendo espaciadores (normalmente de polietileno), que hacen de guía para el paso de los líquidos. La estructura interna típica de estos espaciadores consta de deflectores del mismo material que obligan al fluido a hacer un movimiento de zigzag, lo que incrementa la turbulencia de la corriente y ayuda a la transferencia de iones a través de las membranas y a evitar incrustaciones o formación de películas [1]. Esta estructura puede observarse en la siguiente figura:

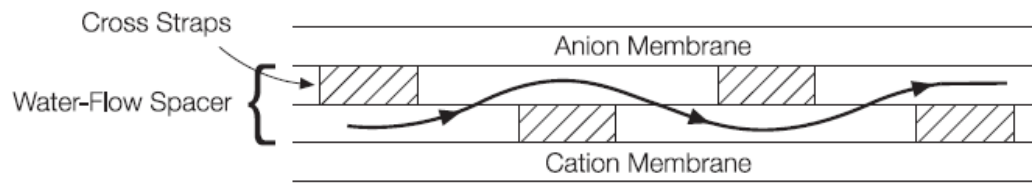


Figura 3. Estructura interna de los espaciadores y trayectoria de los fluidos como consecuencia de los deflectores [1]

Los pares de celdas forman la estructura principal de un stack de membranas. Un par de celdas consiste en lo siguiente:

- Membrana aniónica
- Espaciador de corriente concentrada
- Membrana catiónica
- Espaciador de corriente diluida

Para formar el stack se repite esta estructura las veces que sean necesarias para llevar a cabo la separación deseada. A modo de ejemplo, una planta que obtiene 189 m<sup>3</sup>/d de agua desmineralizada necesita entre 450 y 500 pares de celdas (dependerá también de la calidad del agua de alimentación) [1]

### 1.2.3 Esquema de un sistema de ED

A continuación, se muestra un diagrama de un sistema de ED en el que se introduce una solución de NaCl:

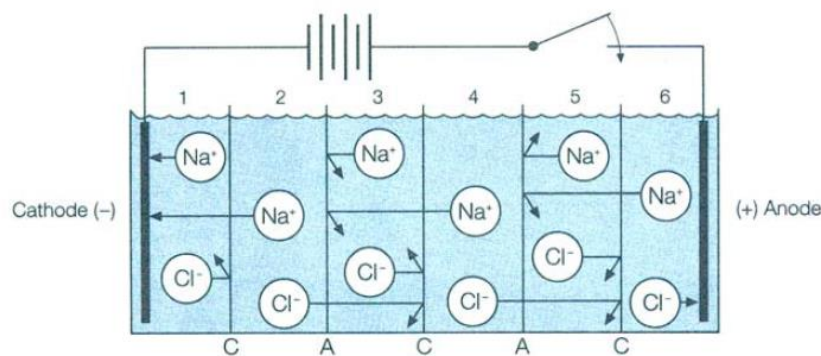


Figura 4. Diagrama de un módulo de ED [1]

Cuando se cierre el circuito eléctrico y la corriente atraviese la solución acuosa, los cationes se verán atraídos por el cátodo, mientras que los aniones migrarán a su vez hacia el ánodo. En el esquema de la Figura 4, se tiene una sucesión de membranas catiónicas (C) y aniónicas (A). Las membranas catiónicas permiten el paso de los cationes, mientras que las aniónicas son permeables a los aniones. En los compartimentos 1 y 6 están contenidos los electrodos, y es donde se produce la oxidación y la reducción. En el compartimento 2, los iones Na<sup>+</sup> se desplazan hacia el compartimento 1, atravesando la membrana catiónica, mientras los iones Cl<sup>-</sup> hacen lo propio hacia el compartimento 3 a través de la membrana aniónica. En el compartimento 3, los cationes Na<sup>+</sup> se desplazarían hacia el compartimento 2, pero encuentran en su camino una membrana aniónica, que no permite el paso de cationes, por lo que quedan retenidos en el mismo compartimento. De igual manera, los aniones Cl<sup>-</sup>

se desplazarían hacia el compartimento 4, pero no pueden atravesar la membrana catiónica que divide ambos compartimentos. El comportamiento en los compartimentos 4 y 5 es similar al que tiene lugar en los números 2 y 3, respectivamente. Todo este mecanismo tiene como consecuencia una disminución de iones en los compartimentos 2 y 4, y una concentración de iones en 3 y 5, por lo que se obtendrían dos corrientes principales, una diluida y otra concentrada. Esta combinación de membranas catiónicas y aniónicas puede repetirse para formar conjuntos de cientos de membranas y compartimentos.

#### 1.2.4 Electrodiálisis inversa

Los sistemas de electrodiálisis inversa (EDR) se desarrollaron en la década de los 60 del pasado siglo, incorporando a la ED tradicional la capacidad de invertir la polaridad de los electrodos, con el objetivo de reducir incrustaciones y ensuciamiento en las membranas. En estos sistemas la polaridad de los electrodos se invierte varias veces por hora, disponiendo de válvulas automáticas que modifican el paso de los fluidos por los canales del módulo de membranas para adaptarse a ese cambio de polaridad (cuando se invierte la polaridad, los canales que eran de corriente diluida se convierten en canales de corriente concentrada y viceversa) [1].

Cuando se invierte la polaridad, también cambian las reacciones que ocurren en los electrodos. En el electrodo negativo se produce  $H_2$  y  $OH^-$ , siendo este último responsable de elevar el pH del agua, pudiendo causar precipitaciones de carbonato cálcico ( $CaCO_3$ ). En el electrodo positivo se produce  $O_2$ ,  $H^+$  y cloruros. Los  $H^+$  reducen el pH, por lo que si se cambia la polaridad de los electrodos se acidificará el agua donde antes se producían precipitaciones de  $CaCO_3$ , haciendo que se vuelvan a disolver e inhibiendo así las incrustaciones [1].

Debido a la naturaleza corrosiva de los cloruros formados en el compartimento del ánodo, los electrodos se construyen de un metal inerte (usualmente bañados en platino).

Las ventajas que aporta un sistema de EDR son los siguientes [1]:

- Se desprenden las películas de polarización
- Se disuelven las incrustaciones de precipitados antes de que puedan causar daño
- Se reduce la formación de películas en las superficies de las membranas
- Se reducen problemas asociados al uso de productos químicos
- Se limpian los electrodos con ácido automáticamente mientras operan como ánodo

#### 1.2.5 Aplicaciones generales de la electrodiálisis

La aplicación principal de la electrodiálisis sigue siendo la desalación. Es una aplicación bien conocida y aplicable actualmente [10].

En los sistemas de ED y EDR las membranas son sólo impermeables al agua y a partículas con una característica en concreto (carga positiva o carga negativa), por lo que no son una barrera para eliminar bacterias o contaminantes orgánicos sin carga. Por el contrario, los sistemas de RO, NF, UF y MF sí pueden aplicarse en estos casos (incluso con virus) ya que se basan en el tamaño de las partículas para la separación. La RO puede aplicarse junto a la ED o la EDR para eliminar esos contaminantes y obtener mejores resultados en conjunto [1].

Con ED y EDR se puede obtener un agua producto que cumpla la normativa en cuanto a contenido de TDS para el consumo. Plantas industriales pueden tratar aguas salobres de forma fiable y económicamente competitivas reduciendo el contenido de TDS por debajo de 500 mg/L [1].

Otra aplicación de esta tecnología consiste en el control de algunos compuestos inorgánicos o contaminantes iónicos. La lista que aparece a continuación son algunos de los compuestos que se pueden eliminar o reducir con ED y EDR [1]:

- Cromo
- Sodio

- Mercurio
- Cloruros
- Cobre
- Sulfatos
- Uranio
- Fluoruros
- Nitratos y nitritos
- Hierro
- Selenio
- Dureza (calcio y magnesio)
- Bario
- Bicarbonatos
- Cadmio
- Estroncio

Algunas aplicaciones emergentes de la ED son su uso con alimentaciones de aguas alternativas, fraccionamiento iónico y el uso de membranas bipolares en un amplio rango de procesos de conversión [10].

Un ejemplo típico de alimentación de agua alternativa es la corriente rechazo de una planta desaladora de RO, en el que la tecnología de ED se utiliza para evitar dañar ecosistemas marinos [11]. De forma similar, también se puede aplicar para reducir el volumen de la descarga concentrada en sales del rechazo de una RO de un agua residual [12]. La ED se ha mostrado como una tecnología viable, pero las incrustaciones pueden ser un problema debido al aumento en la concentración de carbonatos después del tratamiento de aguas residuales. También han sido consideradas las aplicaciones en el tratamiento de aguas residuales industriales [13], determinando que la electrodiálisis es factible para la separación de iones monovalentes y divalentes.

El fraccionamiento usando ED tiene a los aminoácidos como su aplicación principal. Los aminoácidos pueden ser transportados selectivamente a través de un sistema de doble membrana compuesto por una membrana de intercambio catiónico y otra de intercambio aniónico [14]. La ED con membranas comerciales ha sido aplicada para el aislamiento de los aminoácidos esenciales L-lisina y L-arginina [15]. Esta aplicación tiene incluso más potencial en combinación con membranas de ultrafiltración, demostrado en algunos procesos como la separación de hidrolizado de la proteína de soja pepsina-pancreatina [16] y para recuperar y concentrar la fracción antibacteriana del hidrolizado derivado del cangrejo azul de las nieves, que es el resultado de un péptido con una masa alrededor de 800 u [17]. La clave de la combinación de electrodiálisis con membranas de ultrafiltración radica en la posibilidad de separar conjuntamente por tamaño y por carga, lo que permite la separación de compuestos orgánicos con carga, típicamente relacionados a los péptidos [10].

Sin embargo, la eliminación selectiva de otros iones también es interesante. Un ejemplo es el uso de membranas selectivas a iones monovalentes para la eliminación de arsénico y otros iones monovalentes del concentrado de una RO de agua salobre [18]. En general, el transporte de iones monovalentes y divalentes es diferente debido a efectos estéricos y diferentes interacciones de las cargas. Por ejemplo, una tasa de eliminación superior al 70% de iones monovalentes puede corresponderse con una tasa de eliminación por debajo del 50% para iones divalentes [13], lo que puede explotarse y optimizarse para, por ejemplo, la eliminación de nutrientes de aguas residuales.

La electrodesionización (EDI) es un proceso híbrido que combina la electrodiálisis con el intercambio iónico (resinas). El sistema es similar a uno de ED estándar, en el que se introducen resinas de intercambio iónico en el camino de la corriente diluida, por lo que esta corriente perderá los iones que atraviesen las membranas por efecto de la corriente eléctrica, pero además la resina actuará como conductor de la electricidad, lo que limitará el efecto

de la polarización de la concentración (perfil de concentraciones en una fina película alrededor de las membranas) e impedirá que la resistencia eléctrica en la celda aumente cuando la concentración de sales en la corriente diluida sea muy baja. En la interfase de intercambio catiónico y aniónico se produce la disociación del agua, lo que genera  $H^+$  y  $OH^-$  que regeneran las resinas in situ, manteniendo durante todo el tiempo las resinas en un estado alto de regeneración. De esta forma también se evita la necesidad de tener que utilizar compuestos químicos para la regeneración de las resinas, disminuyendo costes e impacto ambiental. Su utilización más destacada es en la producción de agua ultrapura, pero tiene otras muchas aplicaciones tanto en uso comercial como en desarrollo, por ejemplo la desalación, el ablandamiento de aguas, tratamiento de residuos radiactivos, eliminación de amoniaco, o la eliminación de metales (cromo, cobre, cadmio, níquel, cobalto, arsénico y otros) [19] [20].

El uso de membranas bipolares ha sido considerado en muchos estudios, y es una línea muy importante en la investigación actual de la electrodiálisis. En el siguiente apartado de este trabajo se realiza un estudio más amplio sobre esta tecnología.

### 1.3 Electrodiálisis con membranas bipolares

La electrodiálisis con membranas bipolares (EDBM) es una variación de la ED estándar en la que se combinan membranas de intercambio iónico simples con membranas bipolares, que tienen una capa de intercambio catiónico a un lado y una capa de intercambio aniónico al otro (estas membranas se ven con más detalle en un apartado posterior). Estas membranas bipolares tienen la capacidad de disociar el agua cuando se les aplica una carga, por lo que producen protones y grupos hidroxilos. Esto hace que se puedan producir ácidos y bases a partir de sales. Una estructura típica de un sistema de EDBM se muestra en la siguiente figura:

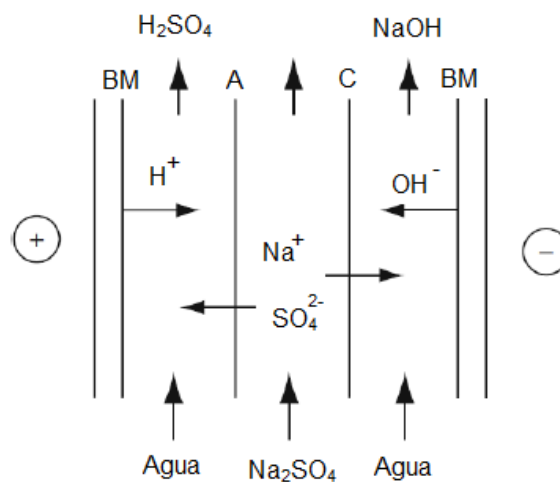


Figura 5. Esquema de un sistema de EDBM

Donde BM son las membranas bipolares, A es una membrana aniónica y C una membrana catiónica. Cuando se aplica una corriente eléctrica se inicia el movimiento de los iones, diluyendo su contenido en la corriente central. En el compartimento de la izquierda, los protones liberados en la membrana bipolar se asocian con los iones negativos que atraviesan la membrana aniónica, ya que los protones no pueden atravesarla por su carga positiva. En el compartimento de la derecha, los grupos hidroxilos liberados en la BM se asocian con los cationes que atraviesan la membrana catiónica, ya que los hidroxilos no pueden atravesar la membrana catiónica al tener carga negativa. Todo esto da como resultado una dilución de la corriente central, la formación de un ácido en el

compartimento de la izquierda y de una base en el compartimento de la derecha. Este esquema puede ser modificado dependiendo de la aplicación que se desee.

### 1.3.1 Breve historia de la electrodiálisis con membranas bipolares

La primera observación del fenómeno de disociación del agua en membranas se produjo en 1914, cuando Bethe y Toropoff [21] [22] observaron la variación de  $H^+$  y  $OH^-$  en la interfase membrana-solución mientras estudiaban el intercambio iónico en membranas naturales. Esta observación fue confirmada en 1956 por Kressman y Tye [23]. En 1954, Sollner mencionó la posibilidad de membranas a capas [24], siendo dos años más tarde cuando Fricke publicó un artículo experimental en el que utilizaba membranas con dos lados, uno catiónico y otro aniónico, lo que consiguió presionando mecánicamente una membrana de intercambio aniónico y otra de intercambio catiónico [25], y la nombró membrana bipolar. En este estudio descubrió la mayoría de los fundamentos de las membranas bipolares.

La primera vez que se fabricó una membrana bipolar completa como una sola unidad (de la que se tiene constancia) fue en la patente publicada en 1966 por Körösy y Shorr [26], siendo en la década de los 70 cuando Allied Chemicals [27] [28] hizo un desarrollo comercial de las mismas. Estas membranas fueron utilizadas comercialmente por una división de la empresa para realizar un proceso de regeneración ácido-base en Pensilvania, EE. UU. [29], que siguieron investigando en otras aplicaciones para sus membranas. En los siguientes años el desarrollo de las membranas se disparó, y los estudios y aplicaciones acerca de ellas se fueron haciendo cada vez más comunes [30].

### 1.3.2 Membranas bipolares

Las membranas bipolares (BM) son membranas poliméricas compuestas por 2 capas, una cargada negativamente, y por lo tanto, permite el intercambio catiónico (CEL) y otra cargada positivamente, que por el contrario, permite el intercambio aniónico (AEL). La unión entre ambas capas se denomina unión bipolar o capa interfase (IL). Al contrario de lo que ocurre con las membranas estándar de ED, estas membranas bipolares no están creadas para que haya transporte de iones a través de ellas; en cambio, su cometido es disociar (gracias a la corriente eléctrica) las moléculas de agua en protones y grupos hidroxilos en la unión bipolar. Esta disociación que ocurre en el interior de la membrana no produce la formación de gases, al contrario que en los electrodos durante la electrólisis. Cuando una corriente se aplica a través de una membrana bipolar, no hay iones en las soluciones alrededor de la membrana que puedan atravesar las dos capas de ésta, así que los protones y los grupos hidroxilos generados en la unión bipolar son los encargados de transportar la corriente. Los  $H^+$  y los  $OH^-$  liberados en el interior de la membrana pueden atravesar las dos capas por separado, dando carácter ácido a un lado de la membrana y básico al otro lado [30]. Por tanto, se producen un ácido y una base a ambos lados opuestos de la membrana, creando así un gradiente de pH a través de ella.

Si la CEL se encuentra cara a cara con el cátodo, se denomina polarización inversa, mientras que si la CEL se encuentra en el lado del ánodo se denomina polarización directa. Trabajando en condiciones de polarización directa, los protones y los hidroxilos migran de las soluciones hacia el interior de la membrana, recombinándose para formar agua en la unión bipolar, que puede salir de la membrana por ambas caras. Este proceso conlleva una neutralización ácido-base [30]. En la siguiente figura se puede observar un esquema del funcionamiento de las membranas bipolares en polarización inversa (a) y en polarización directa (b):

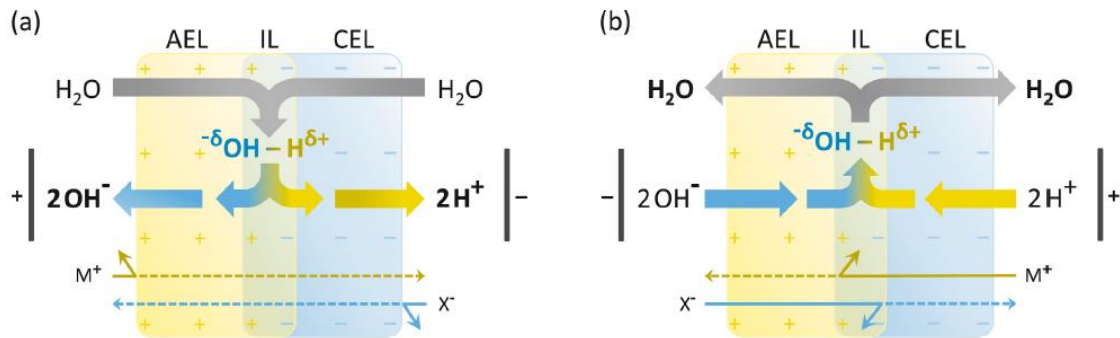


Figura 6. Funcionamiento de membranas bipolares: (a) polarización inversa, (b) [30]

Los materiales comúnmente utilizados para la CEL contienen grupos ácidos sulfónicos, soportados en poliestirenos reticulados. Para la AEL, grupos amonios en una matriz de poliestireno. Para obtener membranas con alta capacidad de generación de protones e hidroxilos, debe contener grupos iónicos fuertes como los mencionados en las capas. También pueden añadirse en la unión bipolar catalizadores para la reacción de disociación del agua, tanto orgánicos como inorgánicos. Los más usados incluyen óxidos, hidróxidos y sales de metales [30].

### 1.3.3 Aplicaciones de la EDBM

El uso de las membranas bipolares es un tema ampliamente estudiado en los últimos años. Una de las aplicaciones más interesantes consiste en usar como alimentación al proceso la corriente concentrada (rechazo) de una planta desaladora de agua de mar. Con esta alimentación se puede obtener una mezcla de ácido clorhídrico y ácido sulfúrico en un compartimento e hidróxido sódico en el otro. Una concentración de 1 mol/L puede obtenerse en condiciones realistas, con buenas previsiones para la operación a largo plazo [31]. Algo similar ocurre con ciertas corrientes de aguas industriales salinas, mayormente compuestas por NaCl y KCl, a partir de las que se pueden obtener corrientes de ácido y base de alrededor de 2 mol/L [32]. También se ha reportado el uso de esta tecnología para la producción de amoníaco [33] y de su recuperación de aguas residuales [34], así como aplicaciones en la captura de CO<sub>2</sub> y SO<sub>2</sub> en gases de combustión, de la atmósfera y del agua [35] [36] [37] [38]. Además, hay numerosas aplicaciones en el campo de la biotecnología y de la industria alimentaria [30], o en la separación de litio y cobalto para el posible reciclaje de baterías de ión-litio [39]. Muchas más aplicaciones han sido reportadas, ya que la EDBM tiene un gran potencial debido a su versatilidad.





## 2 OBJETIVOS Y ALCANCE

---

El objetivo principal del presente trabajo es el montaje y puesta en marcha de una instalación de laboratorio de electrodiálisis, así como la elaboración de los manuales de puesta en marcha, operación y apagado del sistema. También se ha realizado una explicación completa sobre el montaje y desmontaje de la planta (para limpieza, sustitución de equipos...).

Debido a que es una tecnología emergente, se ha realizado un estudio del estado del arte de la misma, dando un primer paso hacia futuros proyectos, y dotando al grupo de un sistema de electrodiálisis en funcionamiento, que permitirá realizar proyectos de investigación empleando esta tecnología.

Se analizarán los resultados obtenidos en los distintos ensayos, para comprobar la sensibilidad a las condiciones de operación, e incluso en el propio sistema, cambiando el número de membranas instaladas en el módulo.



# 3 MATERIALES Y MÉTODOS

## 3.1 Introducción

En este apartado se describe la instalación, los circuitos, los instrumentos y los equipos auxiliares con los que se han llevado a cabo las medidas.

Además, se explican los métodos empleados para determinar las propiedades y evaluar los resultados.

También se aborda el montaje y desmontaje del sistema y se establecen los protocolos de puesta en marcha, operación y apagado del sistema.

## 3.2 Instalación

La planta de electrodiálisis (Figura 7) consta de 3 circuitos de fluidos: que se han denominado solución concentrada (líneas en color rojo), electrolito (líneas en color amarillo) y solución diluida (líneas en color verde). Cada uno de los circuitos consta de un depósito y una bomba centrífuga. Cada depósito dispone de una válvula en su parte inferior para poder tomar muestras o facilitar su vaciado.

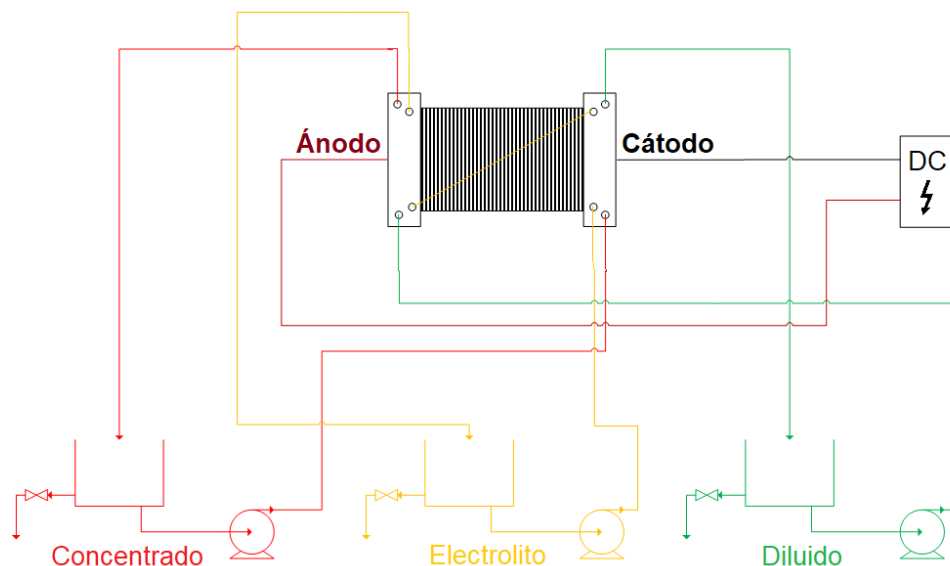


Figura 7. Esquema de la instalación de electrodiálisis

La solución concentrada y la solución diluida se distribuyen a lo ancho del módulo de membranas en la parte inferior, y lo atraviesan fluyendo en isocorriente hacia la parte superior, separados entre ellos por las membranas de intercambio iónico. Cuando llegan a la parte superior, los fluidos son recogidos de todas las calles hacia el

lado contrario por el que entraron. La distribución de las corrientes diluida y concentrada en sus correspondientes calles, además de conseguir que no se mezclen en la parte inferior y superior del módulo se consigue mediante el uso de los espaciadores, que se explican en detalle en el apartado correspondiente al módulo de membranas. El paso del electrolito a través del módulo es distinto, ya que entra directamente a la cámara de uno de los electrodos (se puede elegir cuál según el montaje, en este caso el cátodo), y de éste pasa a través de un tubo externo a la cámara del electrodo restante. En la siguiente figura se muestra en detalle cual es el recorrido de cada una de las corrientes dentro del módulo de membranas. En esta figura, las flechas continuas representan el paso de los fluidos de forma externa al módulo, mientras que las discontinuas representan los flujos internos del módulo (los colores utilizados son los mismos que en la figura anterior):

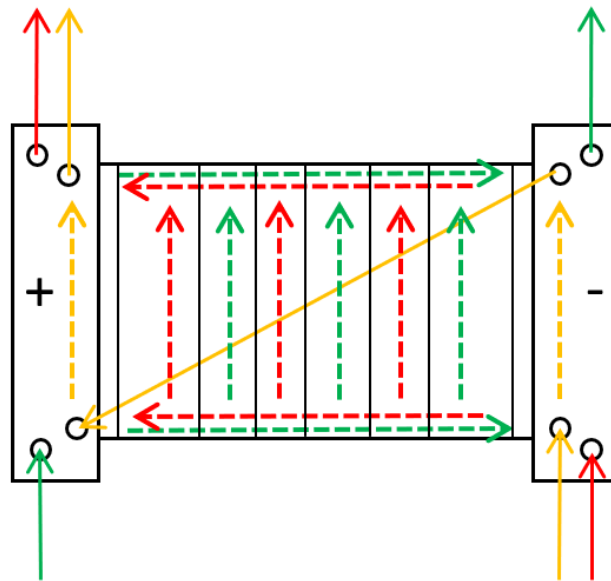


Figura 8. Detalle del módulo de membranas y el flujo de las corrientes a través de él

El sistema se completa con una fuente de alimentación de corriente continua, que será responsable de aplicar la fuerza impulsora para realizar la separación mediante electrodiálisis.

En la Figura 9 se puede observar el sistema utilizado en el presente trabajo:



Figura 9. Instalación de electrodiálisis utilizada para los ensayos

Como solución diluida y concentrada se utilizan soluciones de NaCl (por ser un compuesto barato, no peligroso, fácil de manejar y bien conocido), mientras que como electrolito se utilizará una solución de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  (recomendada por el fabricante para una correcta limpieza y baja corrosión de los electrodos).

Los principales componentes del sistema son:

- Módulo de membranas
- Fuente de alimentación
- Bombas centrífugas
- Depósitos de los circuitos

También se emplea un conductímetro para medir la conductividad de los fluidos, una balanza digital para pesar las cantidades necesarias de los reactivos, así como material de laboratorio (vasos de precipitado, matraces aforados, frascos lavadores, embudos...).

### 3.2.1 Módulo de membranas

El módulo de membranas es una unidad ED 64004 de la empresa PCCell, para el que la propia empresa suministra membranas, y permite múltiples modos de operación con pequeñas modificaciones en las conexiones externas y en la estructura del paquete de membranas. La estructura interna del módulo se muestra en la siguiente figura:

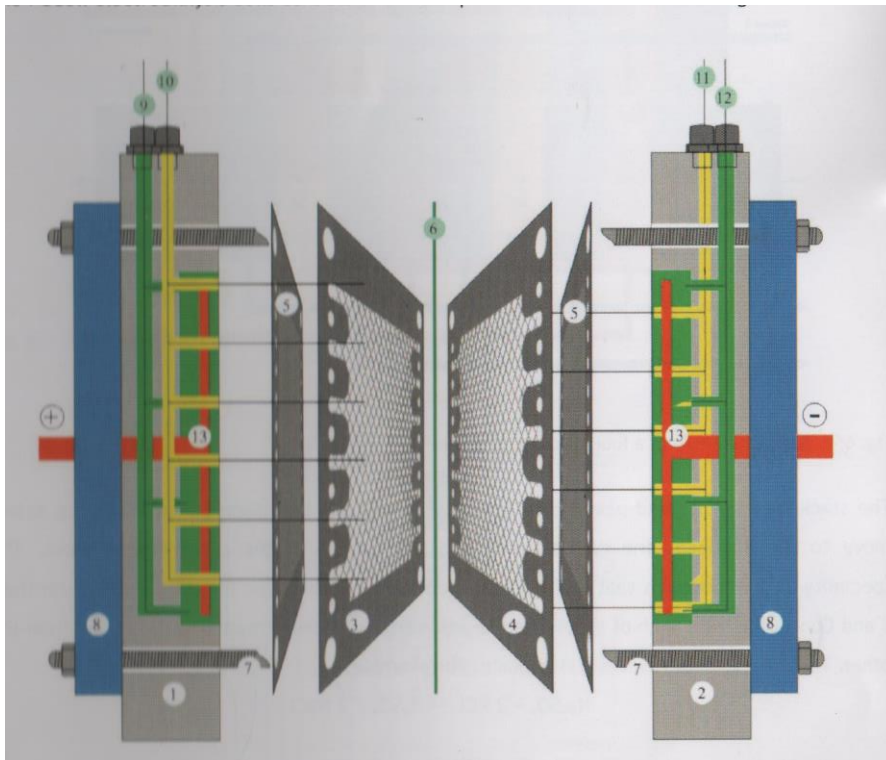


Figura 10. Configuración interna del módulo de membranas ED 64004 de PCCell [Manual PCCell]

La distribución de los líquidos de los diferentes circuitos a través del módulo se realiza mediante los separadores que suministra la empresa y su orientación, teniendo 4 posibles orientaciones y, por tanto, 4 posibles circuitos. Esta orientación determina si el fluido se distribuye por el separador (si encuentra la parte libre) o si lo pasa hacia el siguiente separador (si encuentra el punto de contacto con el separador rodeado de material hidrófobo). Para ilustrar esto se tiene la Figura 11, en la que se muestra el detalle del movimiento de los fluidos en los separadores. Los fluidos de la corriente concentrada y la corriente diluida se distribuyen por el ancho del módulo en varios conductos separados, alternando uno de cada corriente (flechas a la izquierda de los separadores, las flechas rojas son corriente concentrada y las flechas verdes corriente diluida). De esta forma, llegan a los separadores de forma perpendicular a ellos. En el caso A, los conductos de la corriente diluida se encuentran directamente con el mallado del separador, por lo que tienen el camino libre y se distribuyen a lo largo de éste, saliendo por el lado contrario. Sin embargo, los conductos de la corriente concentrada encuentran su paso hacia el separador impedido al estar el punto de contacto con éste rodeado de material hidrófobo, por lo que seguirá su camino hacia el siguiente separador (B), que estará convenientemente rotado para que en este caso sí permita la distribución de la corriente concentrada pero no la de corriente diluida. Alternando estas dos orientaciones se consiguen crear los caminos para las corrientes diluida y concentrada entre las membranas. Al separador que permite la distribución de la corriente diluida se le llama separador de diluido, mientras que al separador que permite la distribución de la corriente concentrada se le llama separador de concentrado.

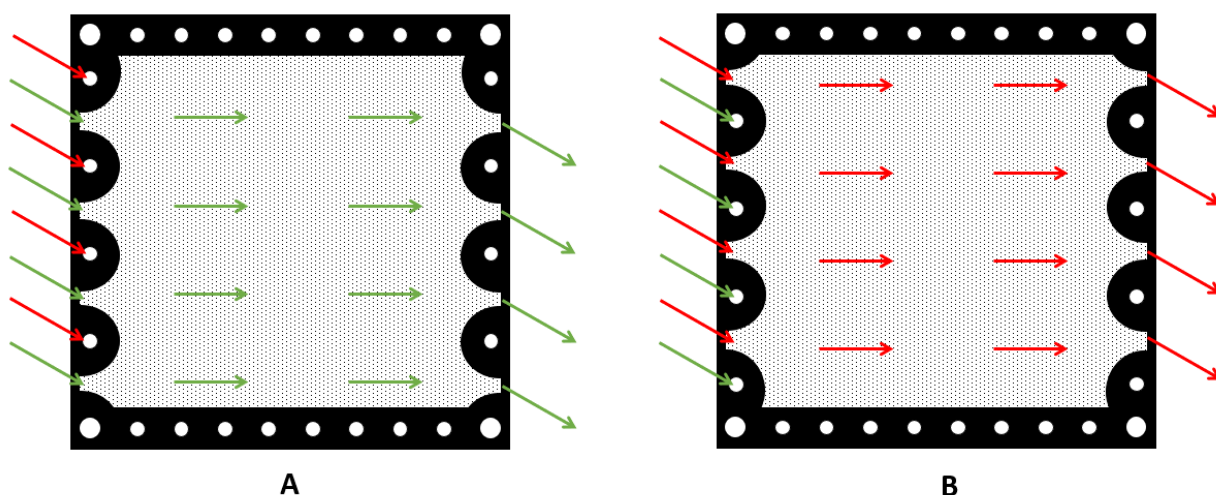


Figura 11. Detalle de los separadores y comportamiento de los fluidos. A: separador de diluido. B: Separador de concentrado

En cuanto a las membranas, tienen un área efectiva de  $64 \text{ cm}^2$  ( $8 \text{ cm} \times 8 \text{ cm}$ ). En este trabajo se van a utilizar 3 tipos de membranas: aniónicas (PC SA), catiónicas (PC SK) y catiónicas finales (PC MTE), que se disponen en los extremos del paquete junto a los electrodos. Las características de estas membranas pueden consultarse en el ANEXO I.

### 3.2.2 Fuente de alimentación

Para la alimentación eléctrica se utiliza una fuente de la marca elc, modelo AL 924A, que puede regular la tensión entre 0-30 V o la intensidad de corriente entre 0-10 A. Esta fuente se conecta a ambos electrodos para proporcionar la corriente eléctrica necesaria para llevar a cabo el proceso de electrodiálisis. Su hoja de datos se encuentra en el ANEXO I.

### 3.2.3 Bombas

Para la impulsión de los líquidos de cada uno de los 3 circuitos se dispone de 3 bombas centrífugas de la marca ITS-BETZEL, modelo NDP 25/4. Cada una de ellas es capaz de proporcionar un caudal máximo de 25 L/min, y un consumo máximo de 150 W. Para regular el caudal se utilizan unas válvulas de tipo pinza que estrangulan los tubos flexibles a la salida de las bombas, pudiendo observarse la medida de caudal en unos rotámetros instalados justo en la salida de las bombas. Se pueden consultar sus especificaciones técnicas en el ANEXO I.

### 3.2.4 Depósitos de los circuitos

Cada circuito tiene su depósito propio para contener el líquido. Tienen forma de probeta graduada, con una capacidad de 2 L. Se colocan directamente sobre un soporte desde el cual la salida del depósito se divide hacia la bomba y hacia la válvula para toma de muestras y vaciado.

### 3.2.5 Equipos y material auxiliar

Se ha empleado una balanza para medir las cantidades de NaCl y  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  necesarias para preparar las soluciones de alimentación al sistema. Se puede consultar su hoja de datos en el ANEXO I.

Para medir la conductividad de las soluciones durante la realización de los ensayos se dispone de un conductímetro portátil, modelo LF 340i de la marca WTW. En el ANEXO I se encuentra su hoja de datos.



Además, se ha utilizado material de laboratorio para la preparación y el manejo de las soluciones, tales como matraces aforados, vasos de precipitado, embudos, frascos lavadores o cucharillas.

### 3.3 Metodología experimental

#### 3.3.1 Diseño, montaje y desmontaje

##### 3.3.1.1 Diseño

Como ya se ha dicho, el módulo de membranas con el que se han realizado los ensayos es un modelo comercial de la empresa PCCell, que incluye todos los elementos ya descritos. Con el módulo ED 64004 se pueden montar sistemas de pares de celdas (los usados para el presente trabajo), pero también celdas triples para trabajar con membranas bipolares. En la siguiente figura se muestra el esquema para 5 pares de celdas:

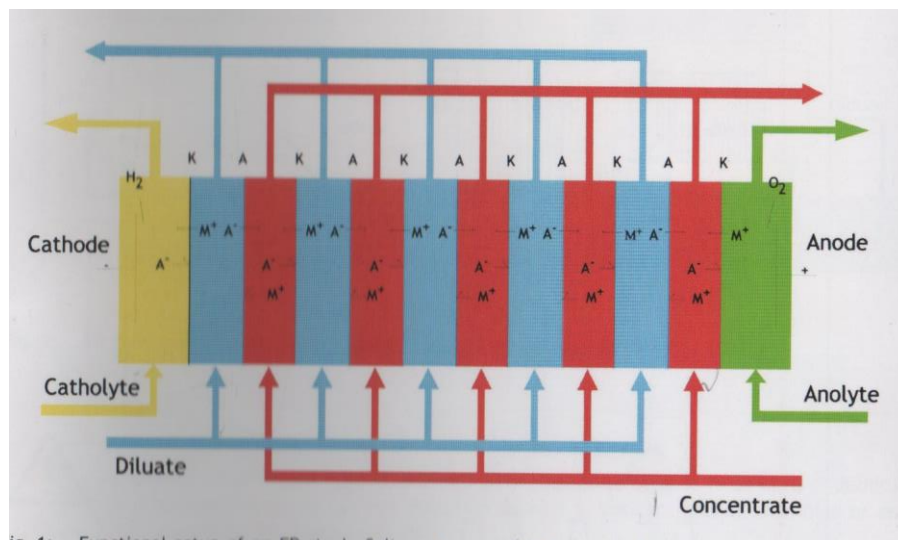


Figura 12. Esquema de una configuración de pares de celdas [Manual PCCell]

Para los primeros ensayos se ha utilizado la configuración de membranas lo más simple posible.

Por este orden: separador (espaciador) final, membrana catiónica final, separador, membrana aniónica, separador, membrana catiónica final y separador final.

Para los 2 últimos ensayos se ha montado una configuración con 10 pares de celdas, para lo cual a la configuración anterior se añade una sucesión de membranas catiónicas y aniónicas, siempre empezando y acabando el paquete con membranas catiónicas finales. En total se tienen 2 membranas catiónicas finales, 10 membranas aniónicas y 9 membranas catiónicas.

##### 3.3.1.2 Manipulación de las membranas

Las membranas deben ser manipuladas con extremo cuidado. No deben doblarse ni estirarse, ya que podrían producirse microgrietas, fugas u otros daños no apreciables a simple vista.

Las membranas deben permanecer siempre humectadas, no deben secarse. Se puede usar para ello agua destilada o una solución de NaCl, evitando usar agua del grifo. Para almacenarlas, la mejor opción es usar bolsas de plástico estancas. Para su transporte o almacenamiento deben estar en paquetes planos o enrolladas en un cilindro



con suficiente diámetro evitando una curvatura muy pronunciada.

Para su almacenamiento a largo plazo se recomienda usar una solución de NaCl, por ejemplo del 5%, para evitar algún tipo de bioensuciamiento. Se debe evitar que pueda congelarse o que reciba directamente luz solar. La temperatura de almacenamiento recomendada es entre 10-30°C.

La temperatura de operación debe estar por debajo de 40°C. Si es necesario, hay que refrigerar los fluidos para que esto se cumpla.

Se deben evitar aceites, tensoactivos y partículas en suspensión, por lo que será necesario un pretratamiento si se espera que aparezcan (para las partículas un filtro < 5 µm será suficiente).

Hay que evitar diferencias de presiones en ambas caras de las membranas, por lo que habrá que operar todos los circuitos simultáneamente.

Si es necesaria una limpieza mecánica, se debe realizar con un paño suave o una esponja y abundante agua.

### 3.3.1.3 Montaje

Procedimiento general para montar una celda estándar de 2 cámaras:

-Poner los 4 tornillos en el marco de acero inoxidable y la cámara del ánodo, y ponerlos en la mesa con los tornillos hacia abajo.

-Poner un espaciador final sobre la cámara del ánodo.

-Preparar las membranas y espaciadores en la secuencia: membrana de intercambio catiónico, espaciador de diluido, membrana de intercambio aniónico y espaciador de concentrado. Respetar la orientación de los espaciadores para que cumplan con las entradas y salidas de diluido y concentrado.

-Apilar membranas y espaciadores uno tras otro en la secuencia descrita, el número de veces deseado (dependiendo de cuantas celdas quieran instalarse) (Figura 13).

-Completar con una membrana de intercambio catiónico, un espaciador final (Figura 14) y cerrar añadiendo la cámara del cátodo (Figura 15) y el marco metálico.

-Finalmente atornillar la celda a mano sin aplicar demasiada fuerza.

-Proceder con la prueba de fugas en todos los circuitos.

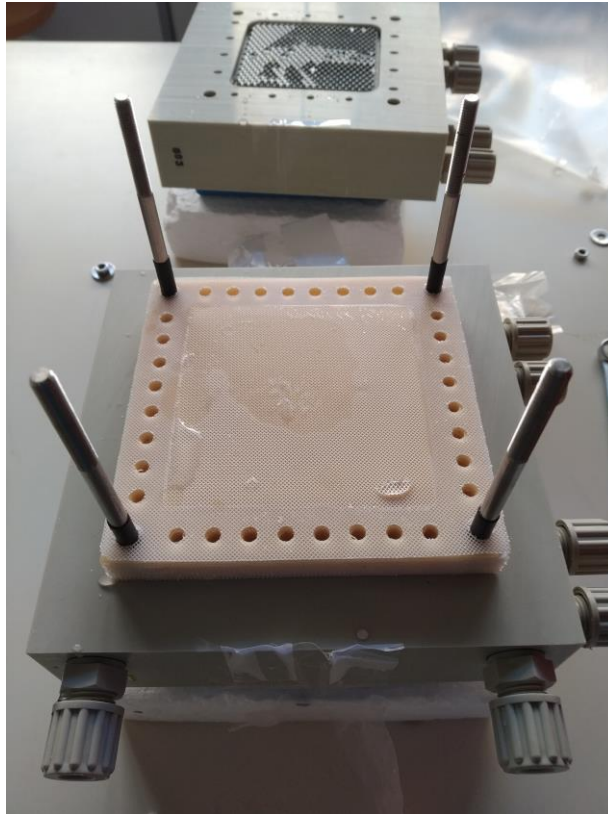


Figura 13. Conjunto completo de membranas y espaciadores sobre el ánodo.

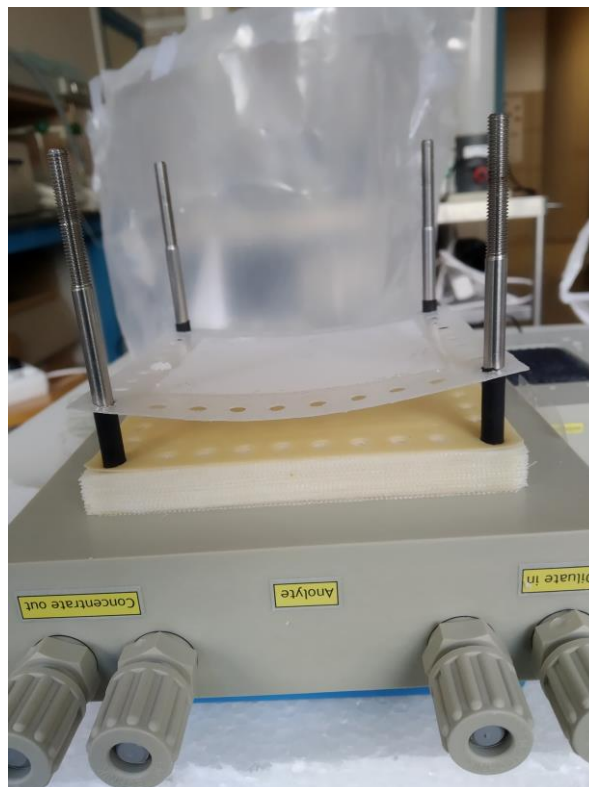


Figura 14. Separador final sobre conjunto de membranas

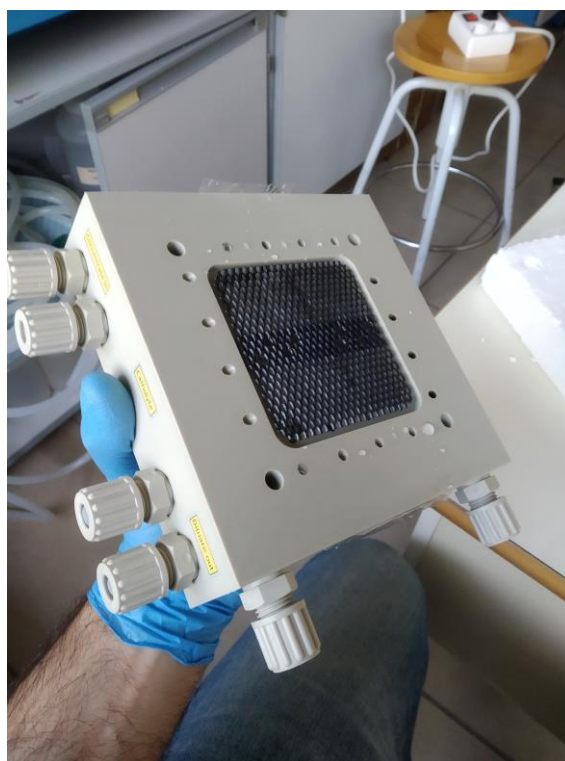


Figura 15. Cátodo del módulo de ED

Cabe destacar que las membranas finales del montaje (las que están más cercanas al ánodo y al cátodo) deben ser membranas desarrolladas para ese cometido (con mejores propiedades mecánicas), a las que el fabricante llama membranas finales. En el caso de este trabajo se dispone de 2 membranas finales catiónicas, que han sido utilizadas para todos los ensayos.

Los espaciadores (o separadores) de PCCell para las celdas de ED pueden ser colocados de diferentes formas. Los espaciadores del módulo ED 64004 se muestran en la Figura 16 (donde se ven los distintos puntos de entrada y salida señalados con una flecha). Cada uno de los 4 espaciadores de la figura representa una de las 4 posibles orientaciones para tener circuitos independientes en la celda. Una ED de 2 cámaras solo necesita 2 de las 4 posibles ordenaciones.

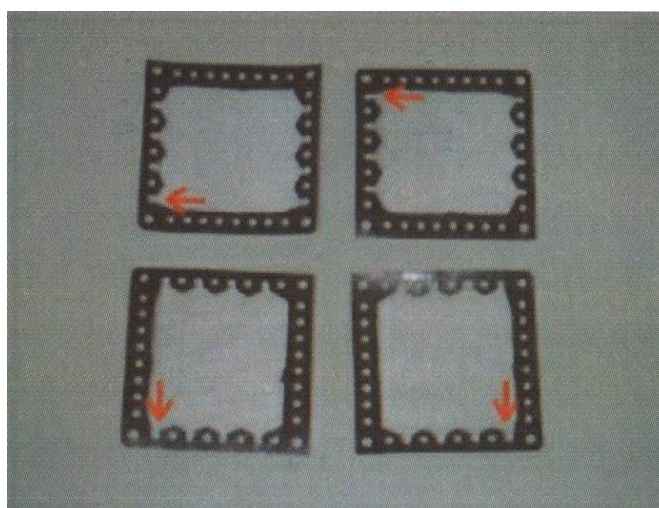


Figura 16. Espaciadores de PCCell [Manual PCCell]

La configuración inicial para una ED con membranas bipolares (celda de 3 cámaras) tiene 3 tipos de membranas distintas, así como 3 orientaciones distintas de los espaciadores. Los tipos de membranas son catiónica, aniónica y bipolares. Las membranas que estén tras los electrodos deben ser membranas finales, con mejores propiedades mecánicas. En la siguiente figura se muestra un esquema de la configuración, que no se va a utilizar en este trabajo (K es membrana catiónica, A membrana aniónica y BM membrana bipolar):

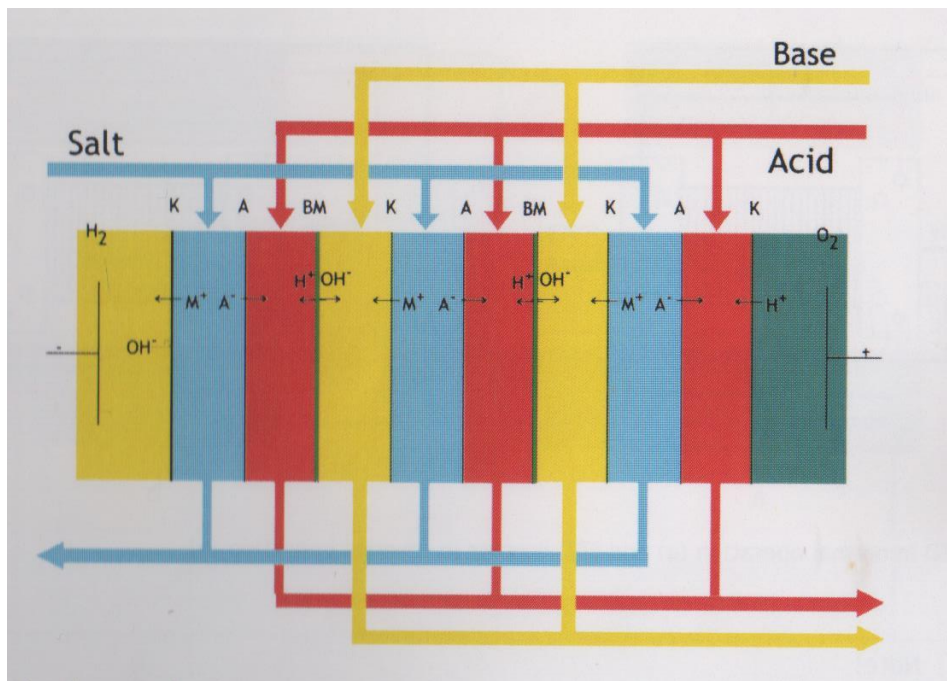


Figura 17. Esquema de una configuración de celda de 3 cámaras (con membranas bipolares) [Manual PCCell]

El fabricante recomienda que se proteja la zona circundante al sistema por posibles fugas debidas a fallos en el módulo de membranas, por ejemplo, la rotura de un espaciador. Para ello se deposita el módulo encima de una bandeja que recogerá cualquier vertido accidental, y también servirá para observar fácilmente si hay alguna fuga.

Este sistema está pensado para operar con 10 pares de celdas de membranas, aunque se pueden montar menos. Poner más membranas podría dificultar el cierre y sellado del módulo, pudiendo producirse fugas de fluidos. En el caso de montar menos membranas, hay que tener en cuenta que se reducirá el área de paso de fluidos, lo que hará que la pérdida de carga a través del módulo sea mayor, bajando así por tanto el caudal máximo que pueden suministrar las bombas. Esto no ocurre con el circuito de electrolito, ya que el área de paso a través del módulo de éste es independiente del número de membranas.

### 3.3.1.4 Desmontaje

El procedimiento general para desmontar el módulo de ED es el siguiente:

- Descargar la celda para eliminar todos los restos de líquidos, siguiendo el procedimiento descrito en el apartado “Apagado del sistema”
- Desconectar todos los tubos y cables de la celda.
- Poner la celda con una de las cámaras de los electrodos hacia abajo en la mesa y quitar los tornillos.

- Quitar el marco metálico azul.
- Quitar la cámara del electrodo, membranas y espaciadores uno tras otro.
- Mantener las membranas húmedas. Algunos tipos de membranas tienen que ser almacenadas en una solución de NaCl saturada para prevenir su deterioro, sobre todo si se trata de un almacenamiento largo.
- Los espaciadores y las cámaras de los electrodos deben ser lavados con agua.

El protocolo de almacenamiento de la celda de ED para largos periodos de tiempo es el siguiente:

- Enjuagar todos los circuitos a fondo con agua
- Separar la celda de ED de los circuitos hidráulicos, pero no retirar las membranas
- Rellena la celda (todos los circuitos) con una solución de sal en agua (15% NaCl)
- Cerrar todos los puertos de entradas y salidas de la celda con tapones ajustados
- Empaquetar el sistema con láminas de polietileno
- No almacenar donde pueda recibir luz solar ni en contacto con algún sistema de calefacción (para evitar que se formen áreas secas en la celda)
- Almacenar de forma que se asegure que no pueda congelarse
- Cuando se vaya a volver a utilizar la celda, limpiar a fondo con agua las cámaras de electrolito, si no se podrían producir compuestos tóxicos de cloro en el siguiente uso

La limpieza de las membranas normalmente depende de la naturaleza del material tratado. Interviene el tipo de alimentación, que tipo de compuesto se espera que haya quedado ensuciando y como podría eliminarse. La vida útil de las membranas también depende de la aplicación. Algunos ejemplos de soluciones para la limpieza podrían ser HCl al 10% o NaOH al 4%.

En caso de aparición de bacterias, hongos o moho, el sistema puede ser limpiado con una solución de HNO<sub>3</sub> al 12%, que puede disolver la mayoría de los compuestos orgánicos y no afecta a las membranas. Un enjuagado posterior con una solución de Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> puede ser también una opción. Sin embargo, el desmontaje completo del sistema con limpieza mecánica puede ser la mejor opción. En este caso, los espaciadores, tubos y bombas pueden ser limpiados con lejía, mientras que las membranas generalmente no deben ser limpiadas con productos oxidantes.

### 3.3.2 Preparación de las distintas soluciones

Se necesita una disolución para cada uno de los 3 tipos de soluciones que intervienen en el proceso. Para el circuito del electrolito se ha utilizado en todos los ensayos 1 L de una disolución 0,25 M de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, siguiendo la recomendación del fabricante para una adecuada limpieza y baja corrosión de los electrodos. Para los circuitos de diluido y concentrado se han preparado disoluciones de NaCl, cuya concentración inicial se ajusta en cada ensayo, pero manteniendo la misma concentración para ambos circuitos. Por lo tanto, se ha preparado para cada ensayo 2 L de disolución de NaCl con la concentración correspondiente que se dividirá en dos partes iguales para ambos circuitos.

Para preparar estas disoluciones, se pesa la cantidad adecuada de cada sal en la balanza, y se disuelve con agua destilada en un matraz aforado de la capacidad correspondiente, enrasando finalmente con agua destilada hasta el volumen exacto.

### 3.3.3 Puesta en marcha, operación y apagado del Sistema

#### 3.3.3.1 Puesta en marcha

En primer lugar, se debe iniciar el flujo de los fluidos. Se debe evitar que haya diferencia de presión en las membranas. Se recomienda un encendido suave de las bombas, es decir, encendiéndolas con las válvulas (que estrangulan los tubos) de la impulsión cerradas e ir las abriendo poco a poco en todos los circuitos por igual. Cuando los electrolitos fluyan correctamente, se debe comprobar visualmente que no haya fugas.

Antes de aplicar corriente eléctrica se deben ajustar los valores máximos de intensidad de corriente y voltaje en la fuente de alimentación. Se recomienda hacer una toma de datos inicial antes de conectar la corriente eléctrica (los datos a recoger son los expuestos en el apartado de operación, excepto los datos eléctricos, que deberán recogerse en cuanto se inicie la prueba). Se puede conectar la corriente una vez no haya burbujas de aire en todo el sistema y se observe un flujo líquido libre de burbujas en los tubos.

Para encender la fuente de alimentación, basta con accionar el interruptor de corriente. El voltaje y la intensidad se ajustan con los controles de cada sección. Si se quiere trabajar a voltaje constante, habrá que poner al máximo el control de la intensidad, para luego ajustar el voltaje.

Para trabajar a intensidad constante, lo contrario: subir al máximo el control de voltaje y regular con el de intensidad. En la sección de voltaje se dispone de un segundo control para un ajuste fino, mientras que en la sección de la intensidad se dispone de un selector de escala.

#### 3.3.3.2 Operación

Una vez puesta en marcha la planta, en una operación normal la única actuación es la toma de datos. Para ello, se deben tener hojas de recogida de datos sobre las cuales apuntar manualmente los datos de interés (en el ANEXO I se incluyen el modelo de la utilizada en este trabajo), que son:

1. Voltaje e intensidad puntual aplicadas
2. Volúmenes de líquidos en los depósitos de todos los circuitos
3. Conductividad de los líquidos de todos los circuitos

Para los datos eléctricos, basta con observar el display de la fuente de alimentación (Figura 18).



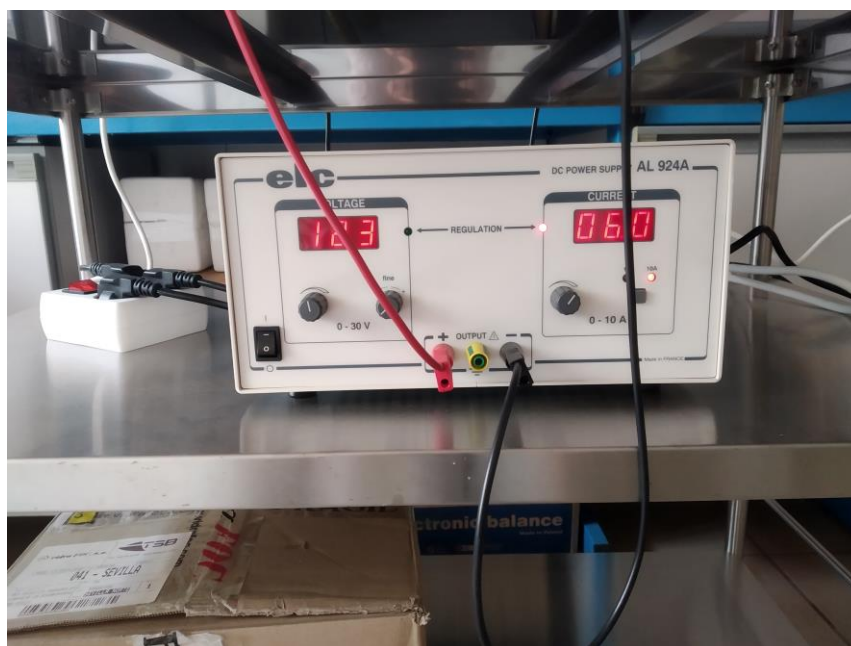


Figura 18. Vista frontal de la fuente de alimentación

Para analizar los volúmenes de solución contenida en cada circuito, los depósitos disponen de escala graduada.

En el caso de las conductividades, se recoge una muestra suficiente de líquido para sumergir la sonda del conductímetro en un vaso de precipitado de vidrio. La toma de muestra se realiza con las válvulas que se encuentran en la parte inferior de los depósitos. Para medir la conductividad, basta con encender el conductímetro, seleccionar el tipo de medida y las unidades, y sumergir la sonda en el líquido a medir, dejándola hasta que el valor que aparece en pantalla se estabilice. Para proteger la sonda, hay que seguir un estricto protocolo de limpieza después de cada medición: primero, hay que lavar la sonda con abundante agua, Secar la sonda, lavarla a continuación con agua destilada, y volver a secarla. Para finalizar, se devuelve el líquido de cada muestra a su respectivo depósito por la parte superior de éste, que está abierta.

Hay que comprobar visualmente que no se produzcan fugas en los circuitos ni en el módulo de membranas a lo largo del ensayo, así como que los caudales son los adecuados (observar los rotámetros).

### 3.3.3.3 Apagado del sistema

Para parar el proceso de ED, primero hay que parar la corriente eléctrica, y después las bombas.

Para la limpieza de los circuitos entre pruebas, se realiza el siguiente procedimiento:

-Vaciar completamente los depósitos. Para ello se usan las válvulas que se encuentran en la base de cada uno de ellos. Para que se vacíe el resto del circuito es necesario abrirlo a la atmósfera en un punto intermedio. Se recomienda abrir en las entradas a la celda.

-Vaciar el módulo usando para ello las conexiones abiertas en el paso anterior

-Volver a conectar los circuitos y pasar agua destilada por ellos durante unos minutos usando las bombas

-Realizar de nuevo los dos primeros pasos para eliminar completamente el agua del sistema.

-Si se desea una limpieza más estricta, repetir lavados con agua destilada

Cuando la celda no esté en uso, puede quedarse llena de las soluciones del proceso, dependiendo de la agresividad de estas soluciones. Puede limpiarse pasando agua a través del sistema, vaciando previamente todos

los circuitos de fluidos.

### 3.4 Métodos de cálculo

Para obtener la potencia eléctrica en cada instante basta con calcular el producto entre la tensión y la intensidad:

$$P = V \cdot I \quad [\text{Ec. 1}]$$

Donde P es la potencia (en W), V es la tensión eléctrica (en V) e I es la intensidad eléctrica (en A).

Teniendo en cuenta que la potencia va cambiando con el tiempo y que solo se dispone de medidas puntuales, es necesario hacer una estimación. Para ello se utiliza una potencia media para cada período, haciendo una media aritmética entre las potencias inicial y final de ese período. Para calcular la energía que consume la fuente de alimentación en cada período de tiempo hay que multiplicar la potencia eléctrica por el tiempo que está funcionando a esa potencia.

$$E_{\Delta t} = P_m \cdot \Delta t \quad [\text{Ec. 2}]$$

Donde  $E_{\Delta t}$  es la energía consumida en un período de tiempo (en kJ),  $P_m$  la potencia media en el período de tiempo (en kW) y  $\Delta t$  es dicho período de tiempo (en segundos).

Para la energía acumulada (la energía necesaria desde el principio del ensayo hasta ese momento, en kJ) durante todo el ensayo es suficiente con sumar las energías de todos los períodos.

$$E_{acum} = \sum E_{\Delta t} \quad [\text{Ec. 3}]$$

Se va a calcular la tasa de desmineralización (dr) como medida de la reducción de sales en la corriente diluida, expresado como porcentaje de reducción de la conductividad sobre el máximo posible [40]:

$$dr(\%) = \left( \frac{\kappa_{i,D} - \kappa_{t,D}}{\kappa_{i,D}} \right) \cdot 100 \quad [\text{Ec. 4}]$$

Donde  $\kappa_{i,D}$  es la conductividad de la corriente diluida en el instante inicial y  $\kappa_{t,D}$  es la conductividad de la corriente diluida en el instante t, ambas en mS/cm.



# 4 RESULTADOS

## 4.1 Introducción

Se han realizado ensayos variando la corriente eléctrica aplicada, la concentración inicial de NaCl en el diluido y concentrado y el número de membranas motadas en el módulo. La disolución electrolito es en todos los casos 0,25 M de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. A continuación se muestra una tabla resumen con las condiciones iniciales de los ensayos:

Tabla 1. Condiciones iniciales de los ensayos realizados

Ensayo	Diluido	Concentrado	Electrolito	Pares de calles	Condición eléctrica
1	0,5 M NaCl	0,5 M NaCl	0,25 M Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	1	I=cte=6 A
2	0,5 M NaCl	0,5 M NaCl	0,25 M Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	1	I=cte=2,9 A
3	0,5 M NaCl	0,5 M NaCl	0,25 M Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	1	V=cte=13,4 V
4	0,5 M NaCl	0,5 M NaCl	0,25 M Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	1	V=cte=7,5 V
5	1 M NaCl	1 M NaCl	0,25 M Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	1	V=cte=10,7 V
6	0,5 M NaCl	0,5 M NaCl	0,25 M Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	10	I=cte=6 A
7	0,5 M NaCl	0,5 M NaCl	0,25 M Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	10	V=cte=24,5 V

El voltaje inicial seleccionado para las pruebas a tensión constante se ha determinado como aquel que proporciona una intensidad inicial igual a la de otro ensayo realizado a intensidad constante. Por ejemplo, en el ensayo 3, el voltaje constante de 13,4 V es el que se traducía en una intensidad inicial de 6 A, la misma del ensayo 1. El ensayo 4 se corresponde de igual forma con el ensayo 2, y el ensayo 7 con el número 6. El ensayo 5 aplica el voltaje necesario para una intensidad inicial de 6 A, pero con unas concentraciones de NaCl iniciales del doble que las de los ensayos 1 y 2. Estos rangos de las variables se han seleccionado para reproducir ensayos explicados en los manuales del equipo de PCCell.

Los datos que se recogerán a lo largo de los ensayos, como se ha explicado anteriormente, serán las conductividades de los 3 circuitos, los volúmenes de líquido en los depósitos y el voltaje y la intensidad aplicados al módulo de membranas.

En los primeros 5 ensayos solo se tiene un par de celdas de membranas, lo cual introduce gran pérdida de carga en los circuitos de diluido y concentrado (como se explicó en el apartado de montaje), pudiendo obtenerse un caudal máximo algo menor de 10 L/h. Esto no afecta al circuito de electrolito, cuyo caudal puede regularse estrangulando el tubo de salida de la bomba.

En los 2 últimos ensayos, al tener más membranas la pérdida de carga en el módulo es mucho menor, por lo que

es posible ajustar los caudales de las corrientes estrangulando el tubo de salida de las bombas. Tanto en este ensayo como en el siguiente se ajustan a 50 L/h en los circuitos de diluido y concentrado.

## 4.2 Prueba 1

Las condiciones iniciales de este ensayo se muestran en la siguiente tabla:

Tabla 2. Condiciones iniciales del ensayo 1

Ensayo	Diluido	Concentrado	Electrolito	Pares de calles	Condición eléctrica
1	0,5 M NaCl	0,5 M NaCl	0,25 M Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	1	I=cte=6 A

En este ensayo se registró la conductividad del electrolito al inicio y al final de la prueba. En la siguiente tabla aparecen los datos recogidos durante el ensayo:

Tabla 3. Recogida de datos del ensayo 1

Tiempo (min)	Conductividad (mS/cm)				
	Diluido	Concentrado	Electrolito	V (V)	I (A)
0	41,1	41,1	32,0	-	6,0
20	33,8	51,4	-	11,4	6,0
30	26,0	57,8	-	12,3	6,0
45	16,7	65,6	-	16,3	6,0
60	8,3	69,8	36,5	28,2	6,0

A lo largo de la prueba se vio una tendencia acorde con los resultados mostrados en los manuales del equipo en cuanto a las conductividades de las corrientes de diluido y concentrado (Figura 19). La duración del ensayo se determinó hasta el momento en el que la tensión eléctrica alcanzó el máximo permitido por la fuente de alimentación (30 V), lo que hizo que la intensidad empezara a disminuir (Figura 20). Esto ocurre debido a que la corriente diluida cada vez tiene menos sales, lo que implica una mayor resistencia a la corriente eléctrica. Al ocurrir esto y no poder aumentar más la tensión (porque la fuente no lo permite), la intensidad disminuye. En la Figura 21 se muestra la potencia y la energía acumulada consumida a lo largo del ensayo. Al igual que lo explicado para la anterior figura, al tener una corriente cada vez más libre de sales (diluido), mantener la intensidad eléctrica constante produce un aumento en la tensión, lo que a su vez se traduce en la subida de la potencia necesaria.

El incremento de la conductividad en la corriente del electrolito se produce por una disminución del agua presente en la misma, debido a la electrólisis que se produce debido a la aplicación de la corriente eléctrica.

La energía empleada en cada incremento de tiempo se ha estimado como la necesaria para mantener durante todo ese tiempo la potencia media entre los extremos. Es decir, por ejemplo, para el periodo entre los minutos 20 y 30, se ha estimado que la potencia media del periodo es la media aritmética de la potencia en  $t=20$  y  $t=30$ .

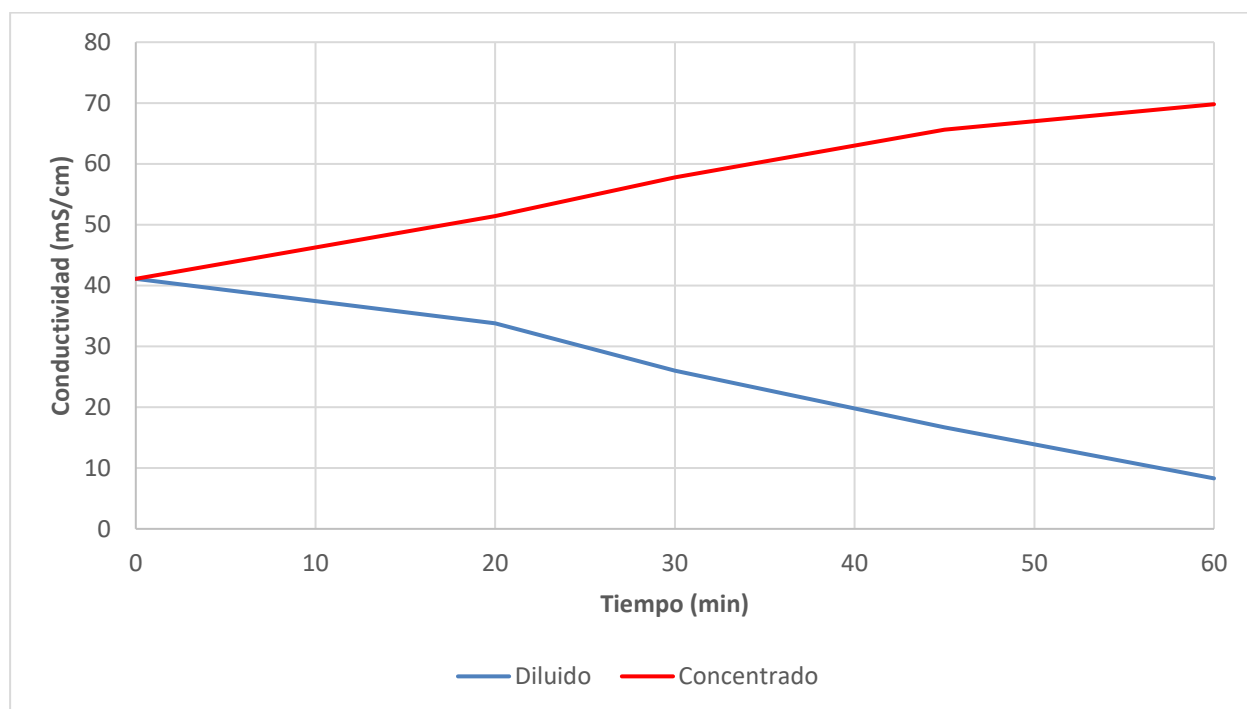


Figura 19. Conductividades de las corrientes de diluido y concentrado del ensayo 1

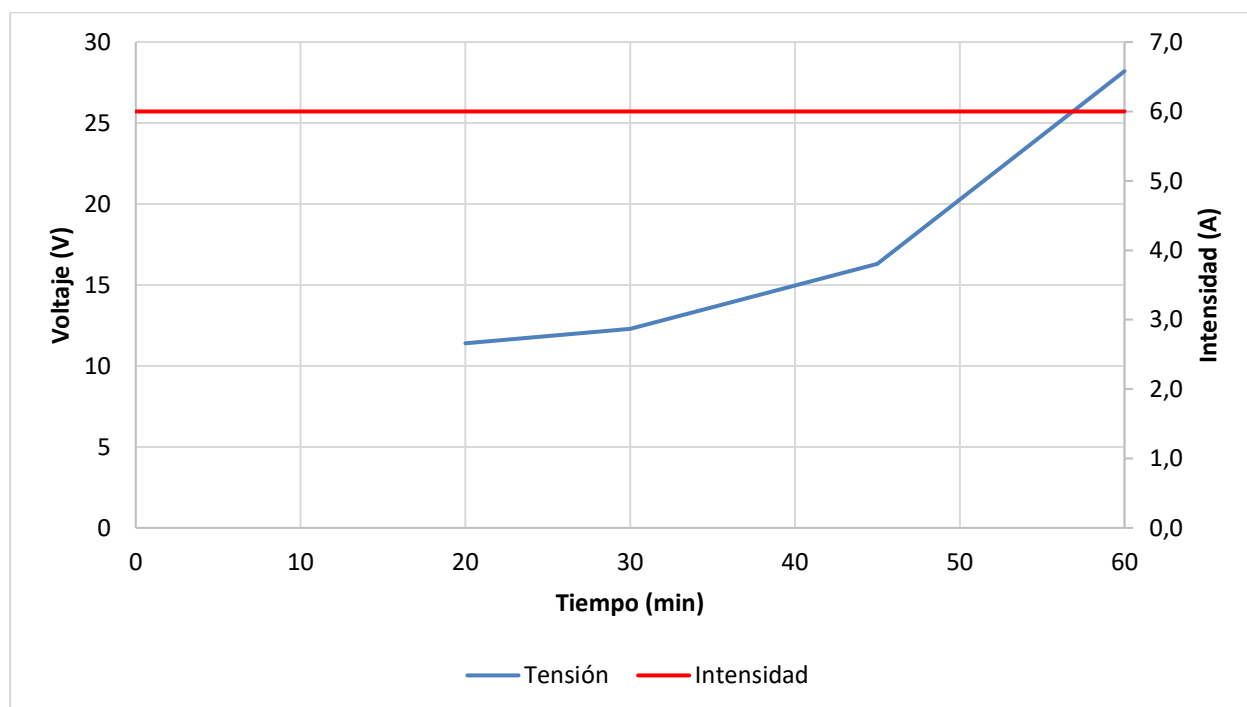


Figura 20. Intensidad y tensión eléctrica a lo largo del ensayo 1

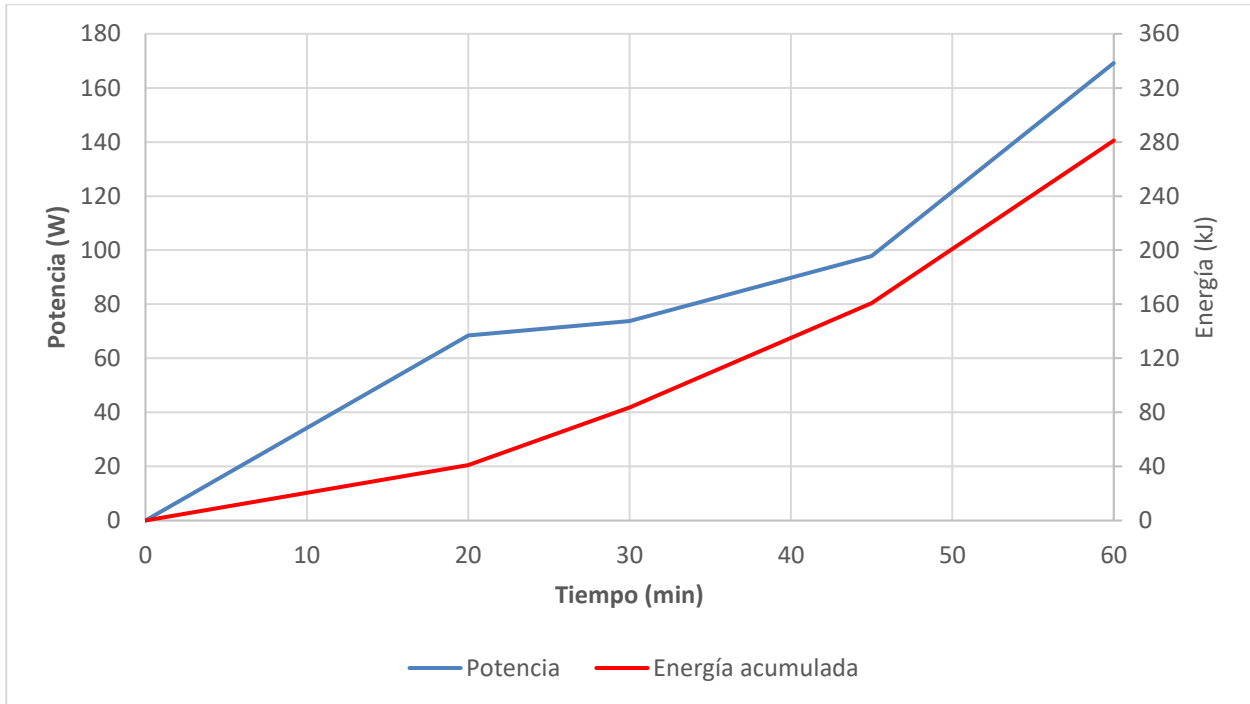


Figura 21. Potencia y energía acumulada a lo largo del ensayo 1

En la siguiente figura puede observarse la tasa de desmineralización a lo largo del ensayo, y su tendencia aun positiva al final del ensayo, por lo que se intuye que el crecimiento habría continuado de haberse alargado el ensayo en el tiempo.

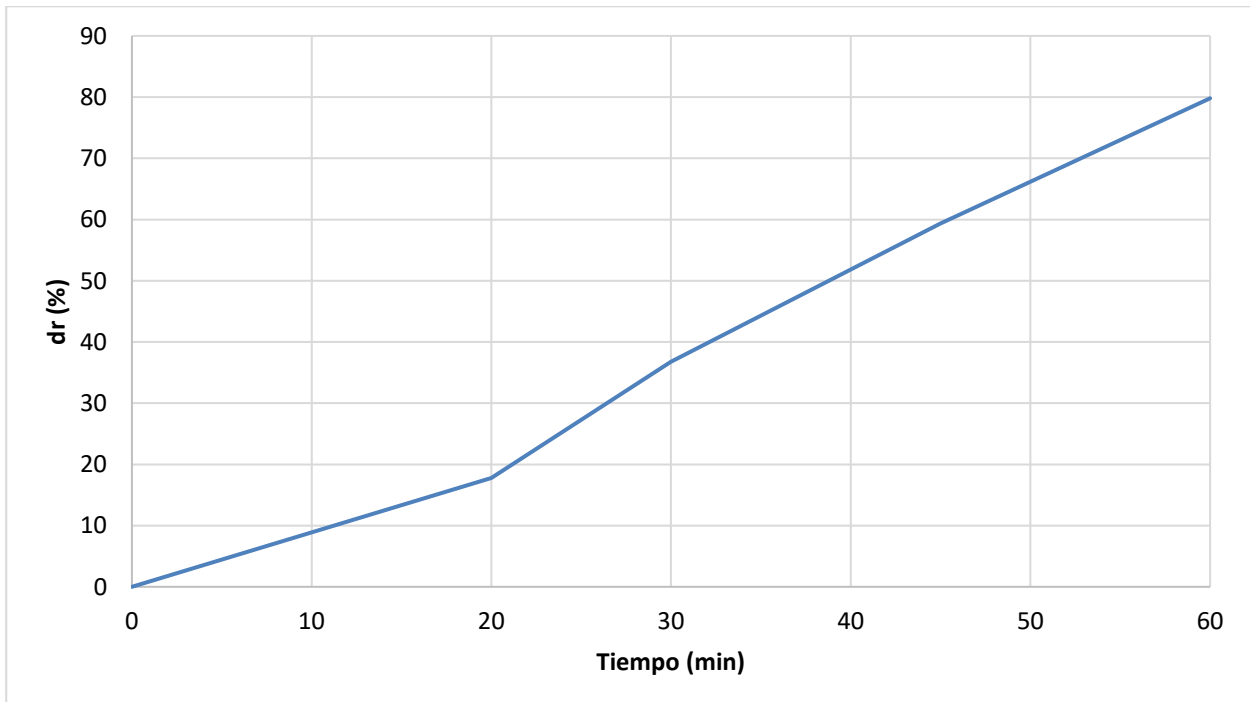


Figura 22. Tasa de desmineralización a lo largo del ensayo 1

### 4.3 Prueba 2

En la siguiente tabla se muestran las condiciones iniciales de la prueba:

Tabla 4. Condiciones iniciales del ensayo 2

Ensayo	Diluido	Concentrado	Electrolito	Pares de calles	Condición eléctrica
2	0,5 M NaCl	0,5 M NaCl	0,25 M Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	1	I=cte=2,9 A

Para este ensayo ya se recogieron todos los datos mencionados. Al igual que en el caso anterior, el final de la prueba se estableció cuando la intensidad de la corriente eléctrica empezó a disminuir debido a que la tensión alcanzó el máximo permitido por la fuente de alimentación.

Tabla 5. Recogida de datos del ensayo 2

Conductividad (mS/cm)								
Tiempo (min)	Diluido	Concentrado	Electrolito	V (V)	I (A)	Vd (mL)	Vc (mL)	Ve (mL)
0	44,8	44,8	31,7	8,2	2,9	990	1000	990
10	39,5	46,3	31,9	8,2	2,9	980	1010	990
20	36,7	49,5	32,4	8,1	2,9	970	1020	1000
30	33,8	52,2	32,7	7,7	2,9	970	1020	1000
40	31	55,2	33,4	7,6	2,9	960	1030	1000
50	28,3	57,9	33,5	7,4	2,9	950	1030	1000
60	25,4	60,8	33,9	7,4	2,9	950	1030	1000
70	22,2	63,3	34,3	7,5	2,9	940	1040	1000
80	19,3	65,8	34,6	7,5	2,9	930	1050	1000
90	15,8	68,4	35	7,8	2,9	920	1050	1000
100	12,6	71,0	35,3	8,7	2,9	920	1060	1000
110	9,2	73,1	35,7	12,1	2,9	910	1070	990
120	5,7	74,8	35,8	19,5	2,9	900	1070	990
130	3,4	75,5	35,8	26,2	2,9	890	1080	990
140	1,9	75,9	34,9	30,9	1,9	880	1080	990

Nuevamente, los datos recogidos en las conductividades tienen la forma prevista. Los volúmenes de las corrientes se comportan de la misma forma, también imitando a las que se muestran en los ejemplos del fabricante (Figura 23).

En este caso, la tensión se mantiene e incluso disminuye un poco durante buena parte del ensayo (Figura 24), para aumentar rápidamente en la parte final (lo mismo ocurre por tanto con la potencia, como se observa en la Figura 25).

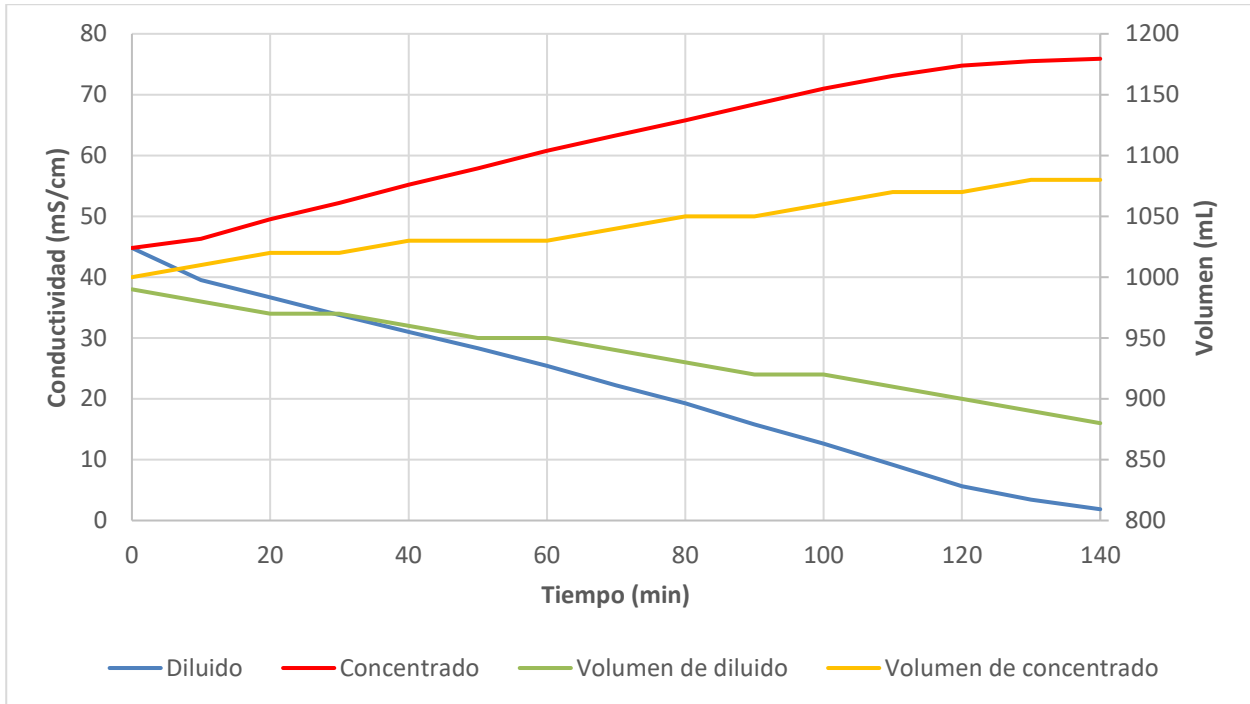


Figura 23. Conductividades y volúmenes de las corrientes de diluido y concentrado del ensayo 2

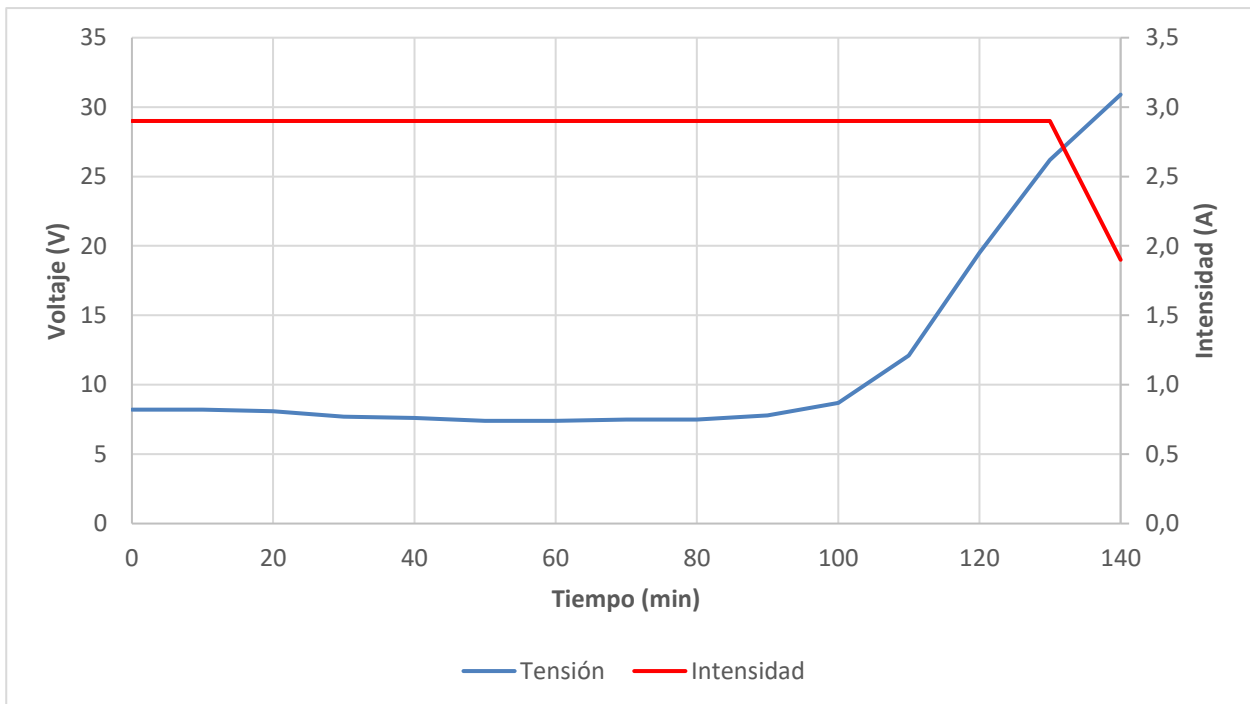


Figura 24. Intensidad y tensión eléctrica a lo largo del ensayo 2

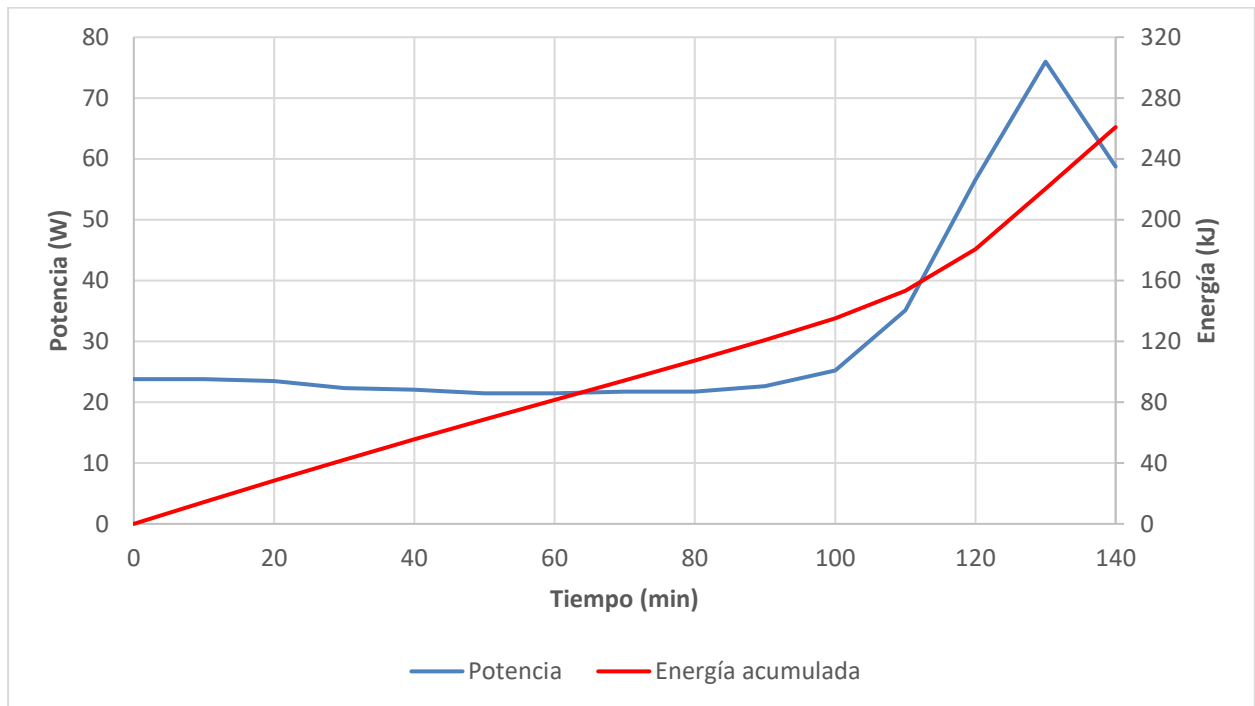


Figura 25. Potencia y energía acumulada a lo largo del ensayo 2

En este ensayo se llegó a valores superiores al 95% de tasa de desmineralización, con un crecimiento bastante lineal hasta su parte final, en la que se empieza a ver que disminuye la velocidad de transferencia de iones, como puede observarse en la siguiente figura:

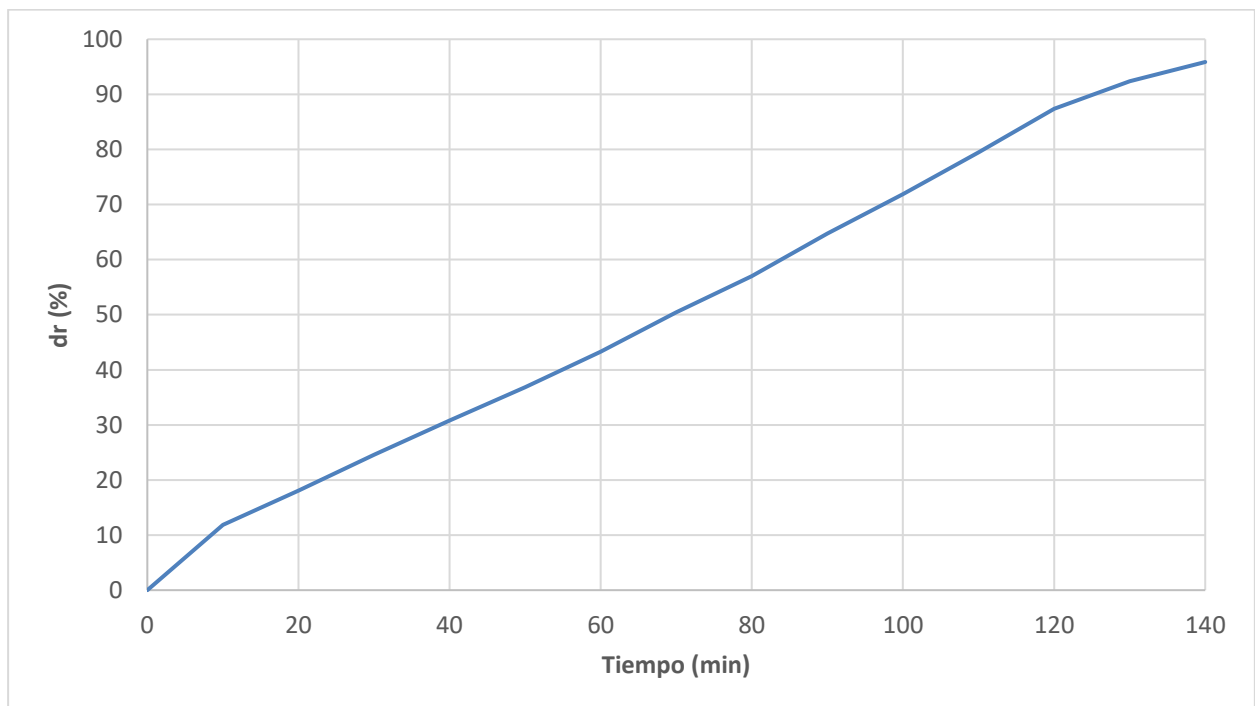


Figura 26. Tasa de desmineralización a lo largo del ensayo 2

#### 4.4 Prueba 3

Las condiciones iniciales de este tercer ensayo se muestran en la siguiente tabla:

Tabla 6. Condiciones iniciales del ensayo 3

Ensayo	Diluido	Concentrado	Electrolito	Pares de calles	Condición eléctrica
3	0,5 M NaCl	0,5 M NaCl	0,25 M Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	1	V=cte=13,4 V

De nuevo se recogen todos los datos mencionados para este ensayo. El final de esta prueba viene determinado por una reducción considerable de la corriente eléctrica, que tiene como consecuencia una gran disminución de la capacidad de retirar sales de la corriente diluida.

Tabla 7. Recogida de datos del ensayo 3

Tiempo (min)	Conductividad (mS/cm)							
	Diluido	Concentrado	Electrolito	V (V)	I (A)	Vd (mL)	Vc (mL)	Ve (mL)
0	42,1	45,6	32,2	13,4	6	980	1020	1000
10	36,3	51,4	33,1	13,4	6,8	970	1020	1000
20	30,1	57,7	33,9	13,4	7,1	960	1040	1000
30	23,4	63,6	34,5	13,4	6,5	940	1050	1000
40	17,1	68,7	35,2	13,4	5,5	920	1060	1000
50	11,6	72,3	35,7	13,4	4	920	1070	1000
60	7,7	74,4	35,8	13,4	2,8	910	1080	1000
70	4,6	76,4	36,1	13,4	1,8	900	1080	990
80	2,8	77,2	36,3	13,4	1,1	890	1090	990
90	1,8	77,9	36,2	13,3	0,7	880	1090	980
100	1,0	78,4	36,2	13,3	0,4	880	1090	980
110	0,7	78,4	36,3	13,3	0,3	880	1090	980

Las conductividades y los volúmenes de las soluciones actúan de la forma prevista (Figura 27).

En este caso, se ha mantenido constante la tensión eléctrica en lugar de la intensidad. Al inicio del ensayo se produjo un aumento de aproximadamente un 18% en la corriente eléctrica, para luego disminuir hasta el final del ensayo, en el que la corriente llega a valores muy bajos debido a la reducción significativa de la conductividad en la corriente diluida (Figura 28).

La energía necesaria en el tramo final del ensayo se reduce, haciendo que la curva de la energía acumulada se torne casi horizontal (Figura 29), debido a la reducción de la corriente eléctrica. La potencia eléctrica sigue una curva similar a la trazada por la intensidad.



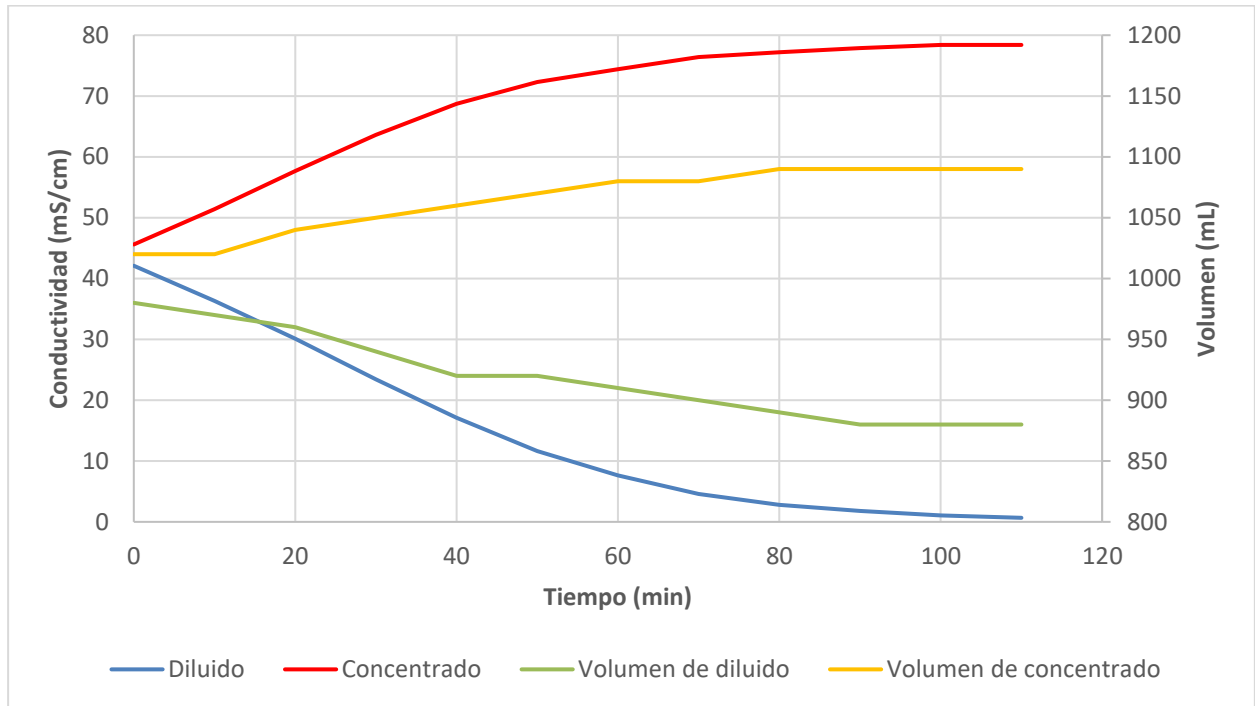


Figura 27. Conductividades y volúmenes de las corrientes de diluido y concentrado del ensayo 3

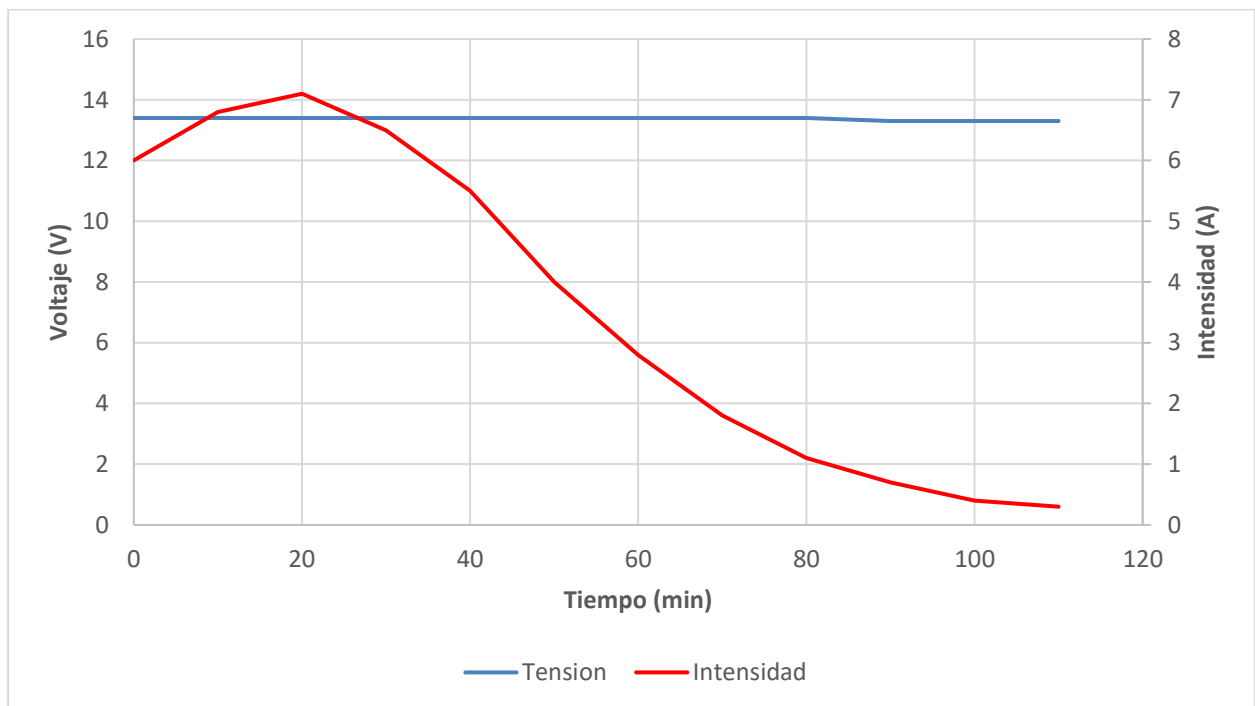


Figura 28. Intensidad y tensión eléctrica a lo largo del ensayo 3

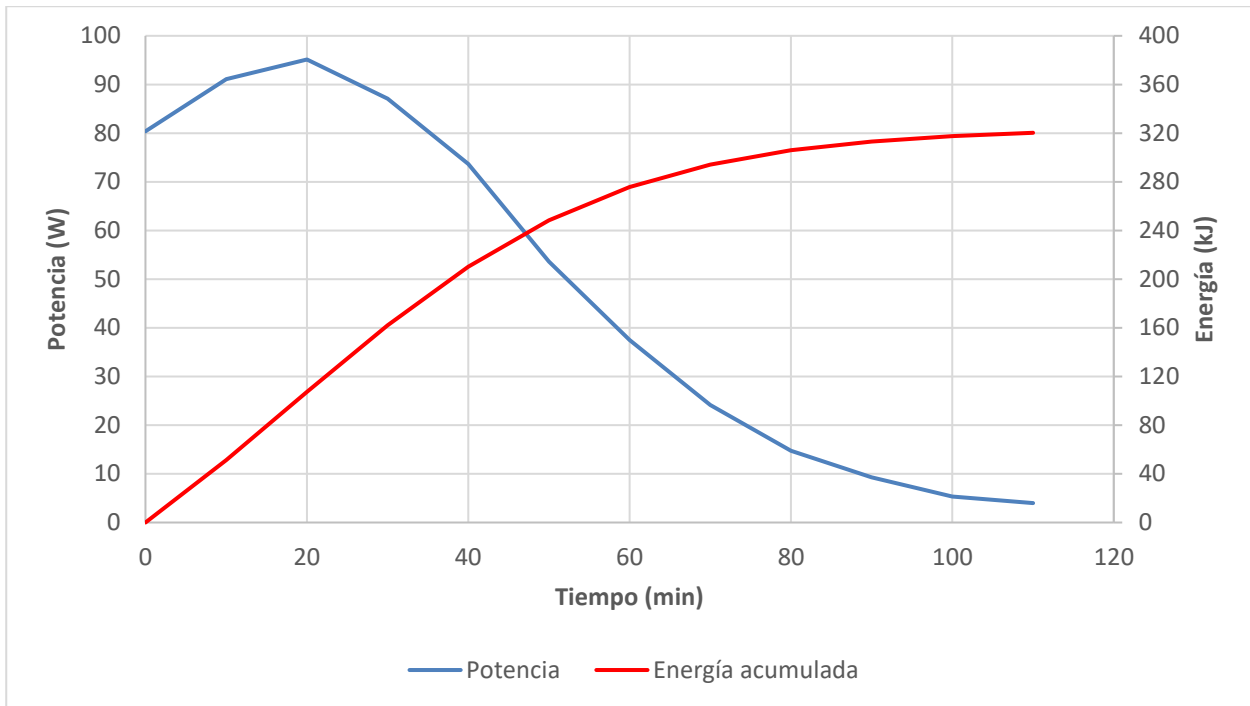


Figura 29. Potencia y energía acumulada a lo largo del ensayo 3

Respecto a la tasa de desmineralización, en esta prueba se supera el valor del 98% en los instantes finales (Figura 30), en los que el crecimiento, como es lógico, comienza a hacerse mucho más lento.

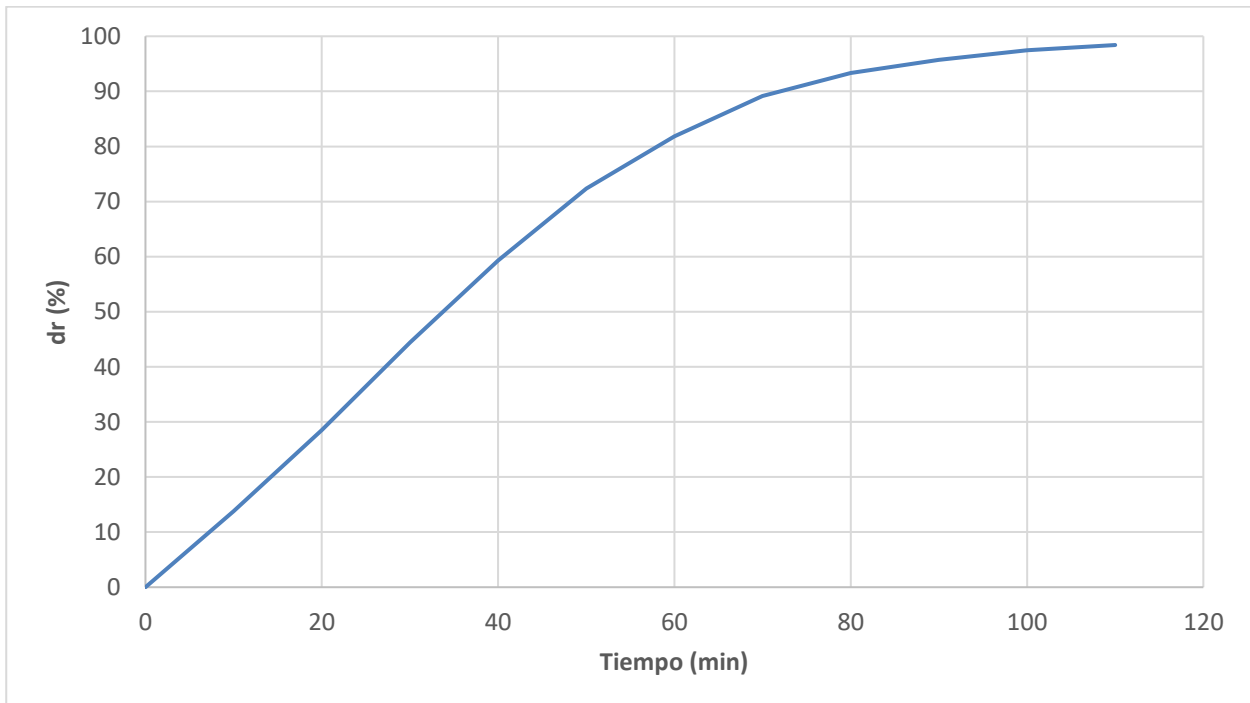


Figura 30. Tasa de desmineralización a lo largo del ensayo 3

## 4.5 Prueba 4

A continuación, se adjunta una tabla con las condiciones iniciales del ensayo:

Tabla 8. Condiciones iniciales del ensayo 4

Ensayo	Diluido	Concentrado	Electrolito	Pares de calles	Condición eléctrica
4	0,5 M NaCl	0,5 M NaCl	0,25 M Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	1	V=cte=7,5 V

Se recogen todos los datos ya mencionados en los ensayos anteriores. El final de esta prueba también viene determinado por una reducción considerable de la corriente eléctrica, que tiene como consecuencia una gran disminución de la capacidad de retirar sales de la corriente diluida.

En este caso, después de una hora de ensayo, se toman medidas cada 15 minutos en lugar de cada 10.

Tabla 9. Recogida de datos del ensayo 4

Conductividad (mS/cm)								
Tiempo (min)	Diluido	Concentrado	Electrolito	V (V)	I (A)	Vd (mL)	Vc (mL)	Ve (mL)
0	42,3	45,2	32,5	7,5	3	940	960	920
10	40,6	49,1	33,4	7,5	3,1	930	970	920
20	37,6	52,5	33,9	7,5	3,2	920	980	920
30	34,7	56,3	34,3	7,5	3,3	920	980	920
40	31,6	58,9	34,8	7,5	3,3	910	990	920
50	28,1	61,8	35,1	7,5	3,3	900	1000	920
60	24,6	64,9	35,5	7,5	3,2	890	1010	920
75	19,5	69,0	36,0	7,5	3,1	880	1010	920
90	14,3	72,8	36,2	7,5	2,8	870	1020	920
105	9,8	75,4	36,6	7,5	2,2	860	1020	920
120	6,0	77,8	36,9	7,5	1,5	850	1030	920
135	3,6	78,8	37,1	7,5	0,9	840	1040	920
150	1,9	79,8	37,1	7,5	0,5	840	1040	920
175	1,0	80,3	37,2	7,5	0,3	830	1040	910

Nuevamente, el comportamiento de las conductividades y los volúmenes de las corrientes de diluido y concentrado es el esperado (Figura 31).

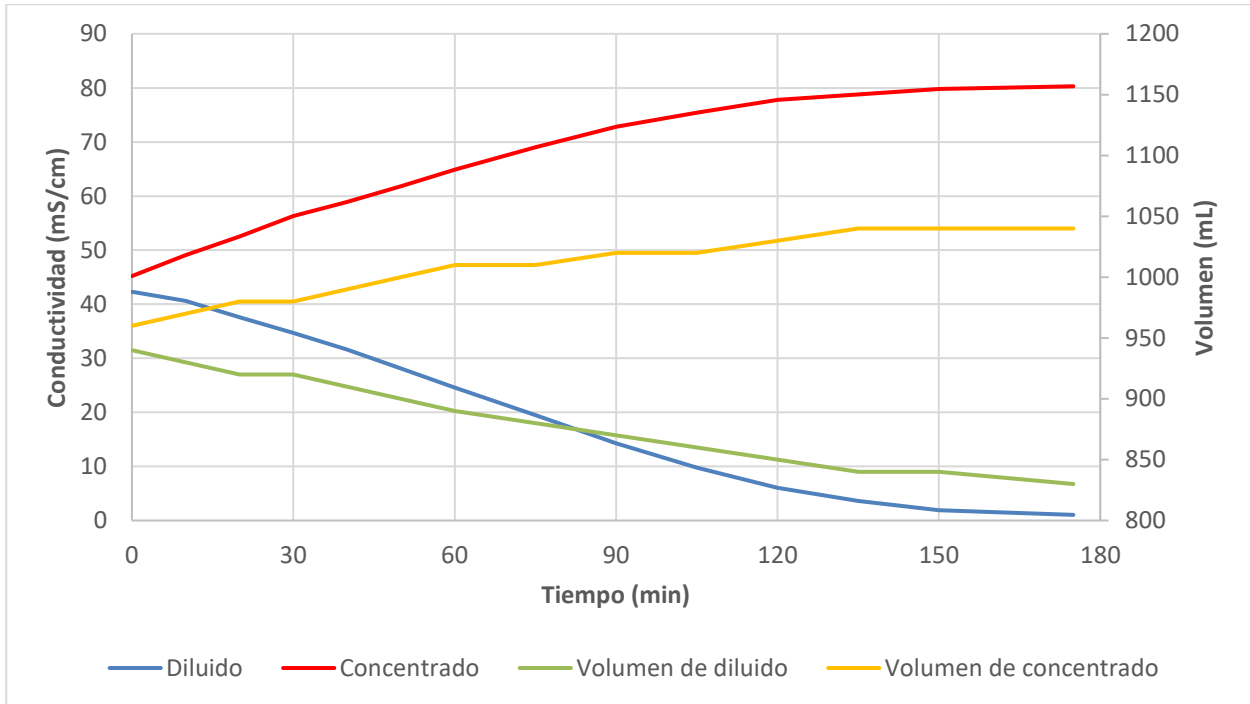


Figura 31. Conductividades y volúmenes de las corrientes de diluido y concentrado del ensayo 4

En este ensayo, al igual que en el anterior, se mantiene constante la diferencia de potencial eléctrico, y se produce una subida inicial de la intensidad eléctrica, para luego reducirse hasta el final (Figura 32). Sin embargo, el aumento de corriente inicial es del 10%, un valor inferior al visto anteriormente.

La energía necesaria tiene un comportamiento similar al visto en el ensayo 3, con un aplanamiento de la curva de la energía acumulada en el tramo final del ensayo (Figura 33), debido a la reducción de la intensidad.

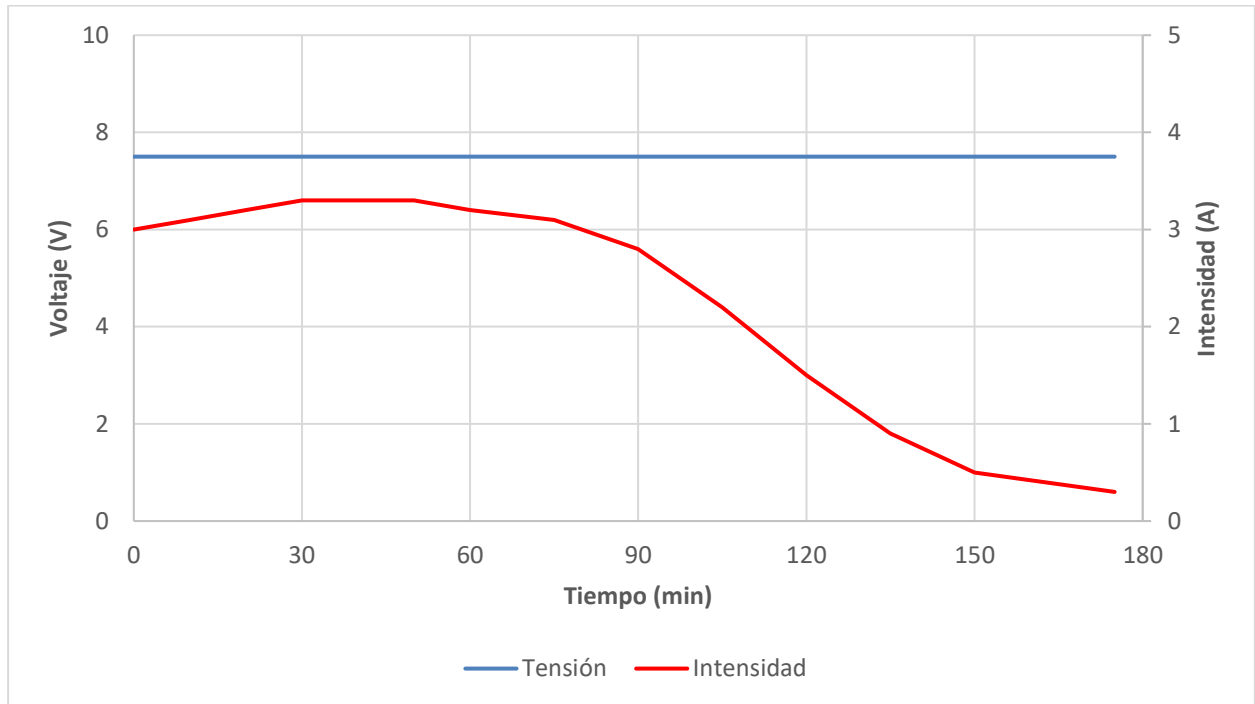


Figura 32. Intensidad y tensión eléctrica a lo largo del ensayo 4

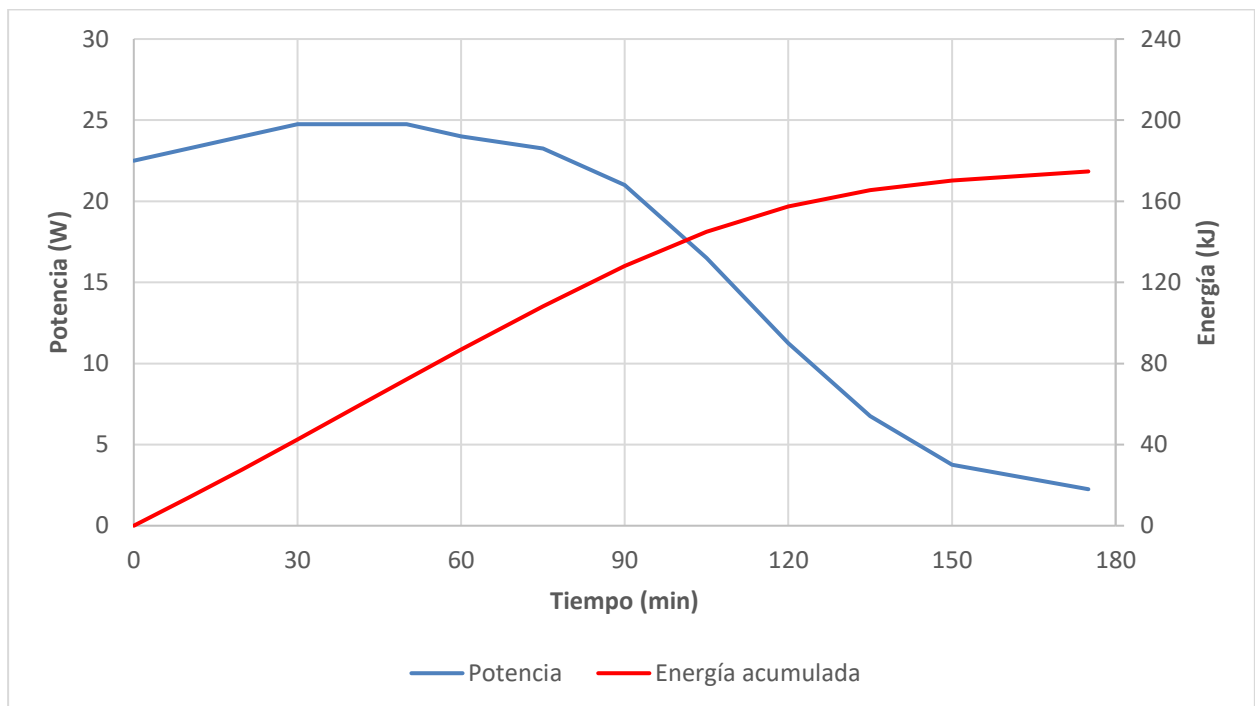


Figura 33. Potencia y energía acumulada a lo largo del ensayo 4

En este caso, se consigue también una tasa de desmineralización elevada, superior al 97%, con un comportamiento bastante parecido al del ensayo anterior, aunque de forma más lenta debido al menor diferencia de potencial eléctrico aplicado (Figura 34).

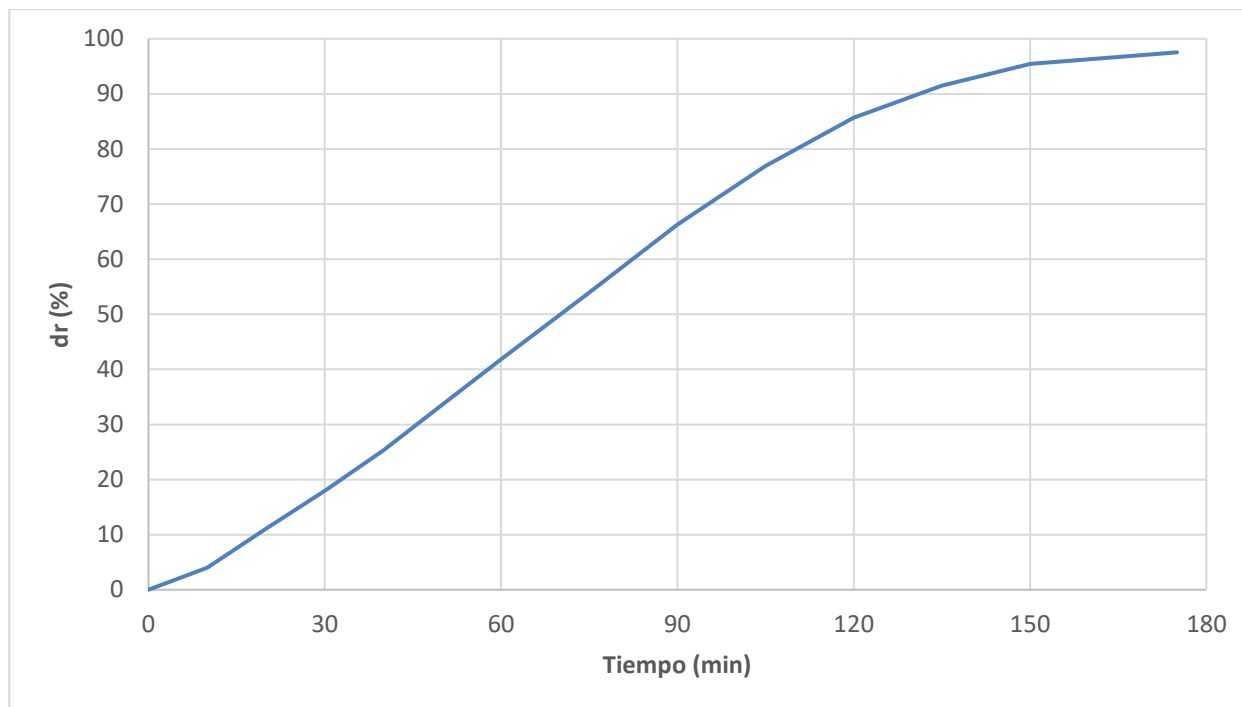


Figura 34. Tasa de desmineralización a lo largo del ensayo 4

## 4.6 Prueba 5

Para este ensayo, se decide trabajar a tensión eléctrica constante, con un valor igual al necesario para que la corriente inicial del ensayo sea de 6 A. También se aumenta al doble (1 M) la concentración inicial de NaCl en los circuitos de diluido y concentrado respecto a los ensayos anteriores. Esta concentración de sales podría ser similar a la que tendría una corriente de rechazo de una planta desaladora de agua por ósmosis inversa. Se sigue trabajando con solo un par de calles de membranas.

Por lo tanto, se tiene un ensayo en condiciones similares al número 3 pero con mayor concentración de sales. Por esto, el voltaje necesario para obtener 6 A de corriente es menor, debido a la mayor conductividad de los circuitos del sistema. En la siguiente tabla aparecen las condiciones iniciales de este ensayo:

Tabla 10. Condiciones iniciales del ensayo 5

Ensayo	Diluido	Concentrado	Electrolito	Pares de calles	Condición eléctrica
5	1 M NaCl	1 M NaCl	0,25 M Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	1	V=cte=10,7 V

Al igual que en ensayos anteriores, el final de esta prueba viene determinado por la disminución de conductividad en la corriente diluida, que provoca una caída de la corriente eléctrica y, por tanto, de la separación de sales. De nuevo se obtiene todos los datos especificados en los apartados anteriores, cada 15 minutos, que se encuentran recogidos en la siguiente tabla:

Tabla 11. Recogida de datos del ensayo 5

Conductividad (mS/cm)								
Tiempo (min)	Diluido	Concentrado	Electrolito	V (V)	I (A)	Vd (mL)	Vc (mL)	Ve (mL)
0	77,2	83,7	33,0	10,7	6,0	940	970	950
15	73,0	89,8	34,5	10,7	6,6	920	980	950
30	64,7	97,8	35,9	10,7	7,0	900	1000	950
45	57,1	104,7	36,9	10,7	7,2	870	1020	950
60	47,3	111,3	37,8	10,7	7,1	850	1050	950
75	37,7	117,0	38,8	10,7	6,8	830	1070	950
90	27,2	122,0	39,6	10,7	5,8	800	1090	950
105	18,3	125,2	39,7	10,7	4,2	790	1100	940
120	10,8	127,0	40,5	10,7	2,7	780	1120	930
135	6,5	129,2	40,7	10,7	1,6	760	1120	930
150	3,5	129,8	40,6	10,7	0,9	740	1130	930
165	1,9	129,8	40,6	10,7	0,5	740	1140	920
180	1,0	130,0	40,6	10,7	0,3	740	1140	920

La tendencia de las curvas de la conductividad y volumen de los circuitos de diluido y concentrado (Figura 35) son similares a las vistas en los ensayos anteriores, aunque necesitando unos tiempos mayores que otros ensayos de las mismas características eléctricas, lo que era esperado debido a la mayor concentración de sales, y por tanto, una necesidad de separación mayor.

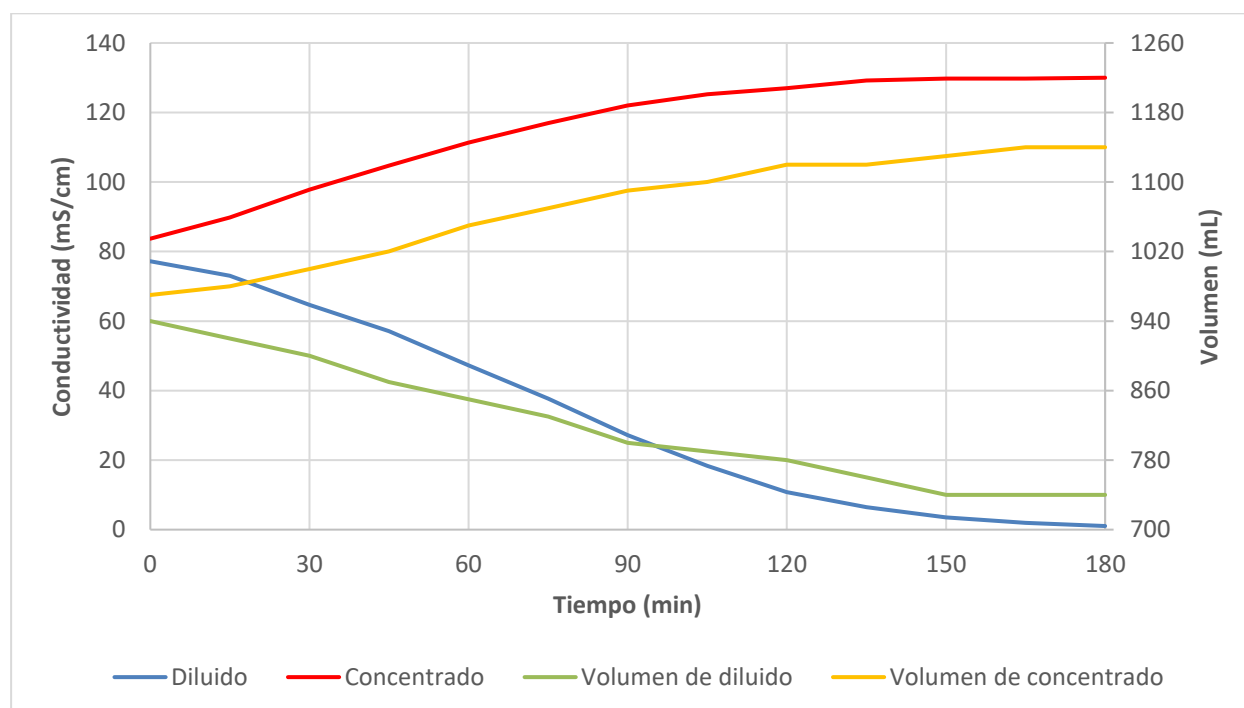


Figura 35. Conductividades y volúmenes de las corrientes de diluido y concentrado del ensayo 5

La curva de la corriente eléctrica también sigue la misma forma que en ensayos anteriores, como puede verse en la Figura 36, con una subida inicial para luego tener una bajada pronunciada en cuanto el circuito de diluido

empieza a disminuir su conductividad.

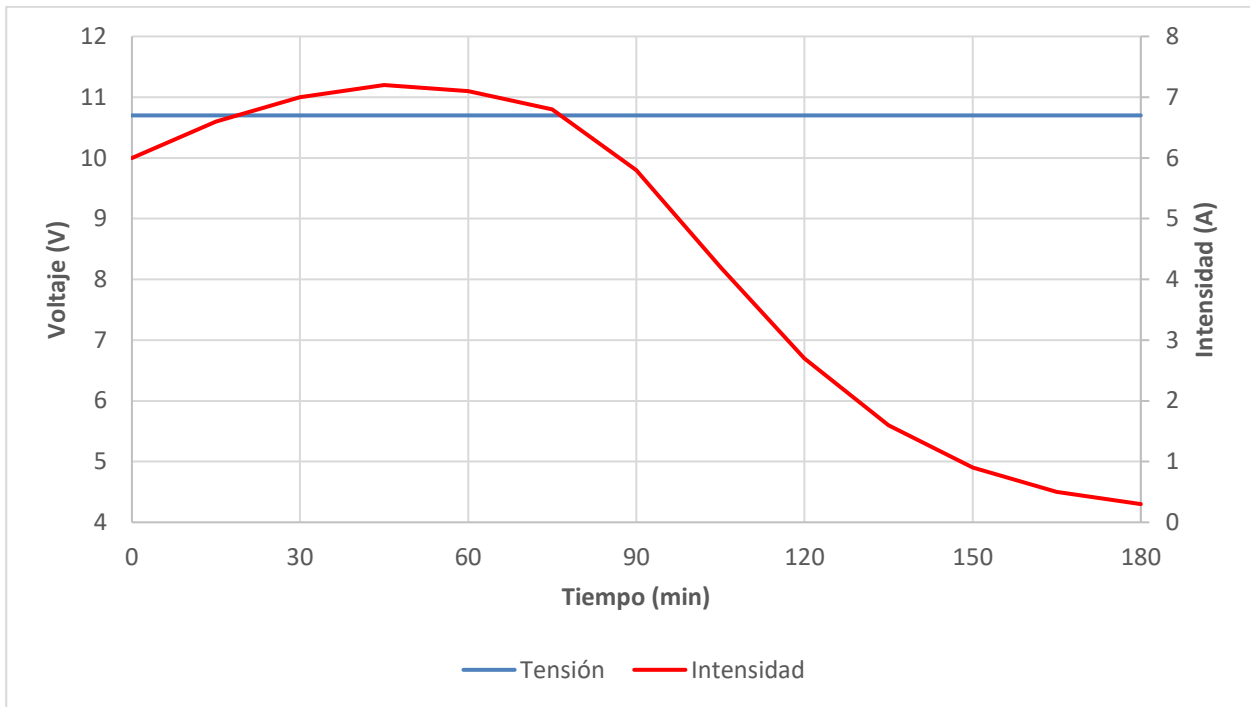


Figura 36. Intensidad y tensión eléctrica a lo largo del ensayo 5

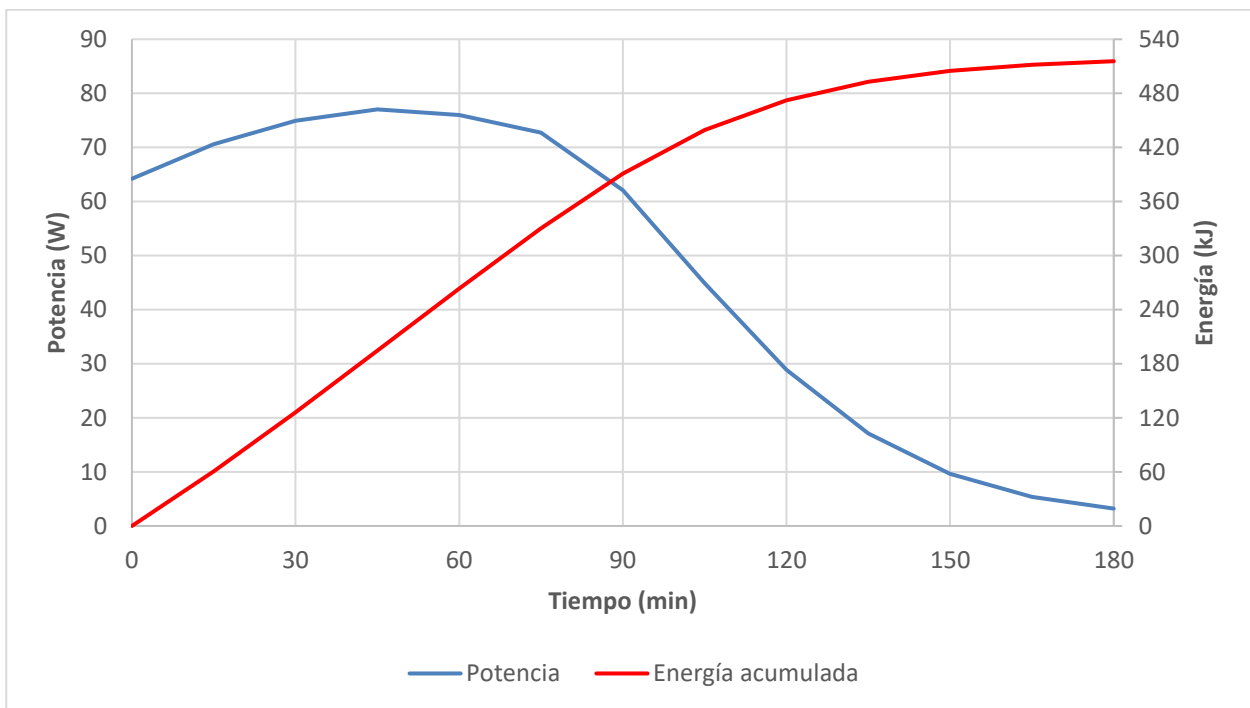


Figura 37. Potencia y energía acumulada a lo largo del ensayo 5

La potencia eléctrica, al tener el ensayo tensión eléctrica constante, sigue la forma de la intensidad (Figura 37). La energía necesaria para llevar a cabo esta separación es obviamente mayor que en ensayos anteriores, por la



mayor cantidad de sales en la corriente inicial. También se observa la disminución de la pendiente de la curva en el tramo final debido a la bajada de la intensidad, y por tanto, de la potencia eléctrica.

La tasa de desmineralización supera el 98% al final del ensayo, aun teniendo unas concentraciones iniciales más elevadas. En la siguiente figura puede apreciarse su desarrollo a lo largo de la prueba:

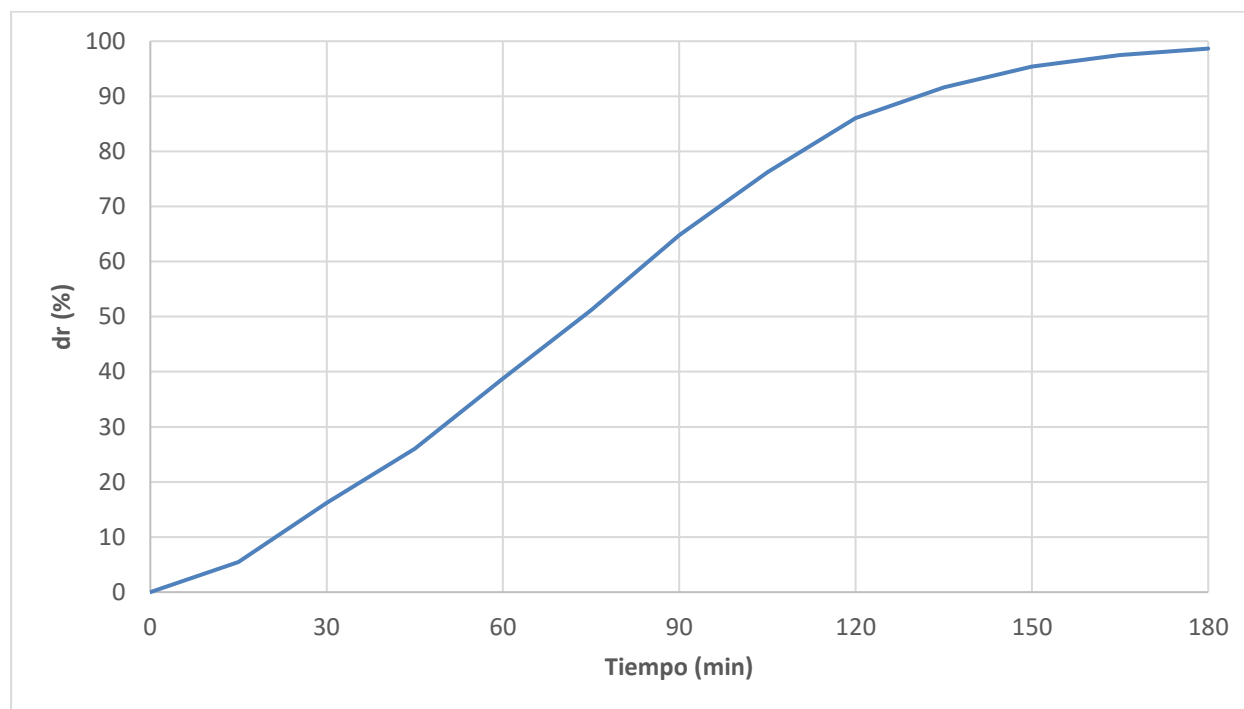


Figura 38. Tasa de desmineralización a lo largo del ensayo 5

## 4.7 Prueba 6

En este ensayo se vuelve a utilizar como alimentación para los circuitos de diluido y concentrado una solución 0,5 M de NaCl, al igual que en los 4 primeros ensayos. Se trabaja a corriente eléctrica constante de 6 A. En este caso se han montado un grupo de 10 pares de celdas de membranas, es decir, que dentro del conjunto de membranas se forman 10 calles para el circuito de diluido y otras 10 calles para el de concentrado.

Las condiciones iniciales del ensayo se encuentran resumidas en la siguiente tabla:

Tabla 12. Condiciones iniciales del ensayo 6

Ensayo	Diluido	Concentrado	Electrolito	Pares de calles	Condición eléctrica
6	0,5 M NaCl	0,5 M NaCl	0,25 M Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	10	I=cte=6 A

El final de la prueba viene determinado por la reducción de la corriente eléctrica debido, como en ensayos anteriores, a la reducción de la conductividad en el circuito de diluido. En este caso, al mantener constante la corriente con la fuente de alimentación, la tensión ha aumentado hasta el máximo permitido por la fuente (30,9 V), valor en el que se mantiene hasta el final del ensayo, pasando a disminuir la corriente. Los datos de la prueba se encuentran en la siguiente tabla, habiéndose recogido éstos cada 10 minutos:

Tabla 13. Recogida de datos del ensayo 6

Conductividad (mS/cm)								
Tiempo (min)	Diluido	Concentrado	Electrolito	V (V)	I (A)	Vd (mL)	Vc (mL)	Ve (mL)
0	42,2	42,2	31,7	25,2	6,0	920	920	900
10	25,0	58,6	32,6	21,1	6,0	880	970	900
20	6,2	69,9	32,9	30,9	6,0	840	1020	900
30	0,4	72,1	32,9	30,9	0,5	810	1030	900
40	0,1	72,4	33,0	30,9	0,3	800	1040	900
50	0,1	72,4	33,1	30,9	0,3	790	1050	890

Las curvas de conductividades y volúmenes de los circuitos de diluido y concentrado presentan la misma forma que en los ensayos anteriores, aunque los tiempos son significativamente menores (Figura 39), debido a un mayor caudal de líquidos atravesando el módulo de membranas.

En la Figura 40 puede apreciarse como la llegada de la tensión eléctrica al máximo desencadena el descenso de la corriente. Observando los tiempos se puede ver como esta disminución de la corriente también coincide con la bajada de la conductividad en el circuito de diluido.

La potencia eléctrica, como es lógico, sigue la forma de la tensión eléctrica o de la corriente eléctrica cuando no son constantes, es decir, a la tensión en los primeros 20 minutos y a la intensidad desde los 20 minutos hasta el final de la prueba (Figura 41). La energía acumulada también es inferior a la necesaria en el ensayo 1 (ensayo en las mismas condiciones pero con solo 1 par de celdas de membranas).

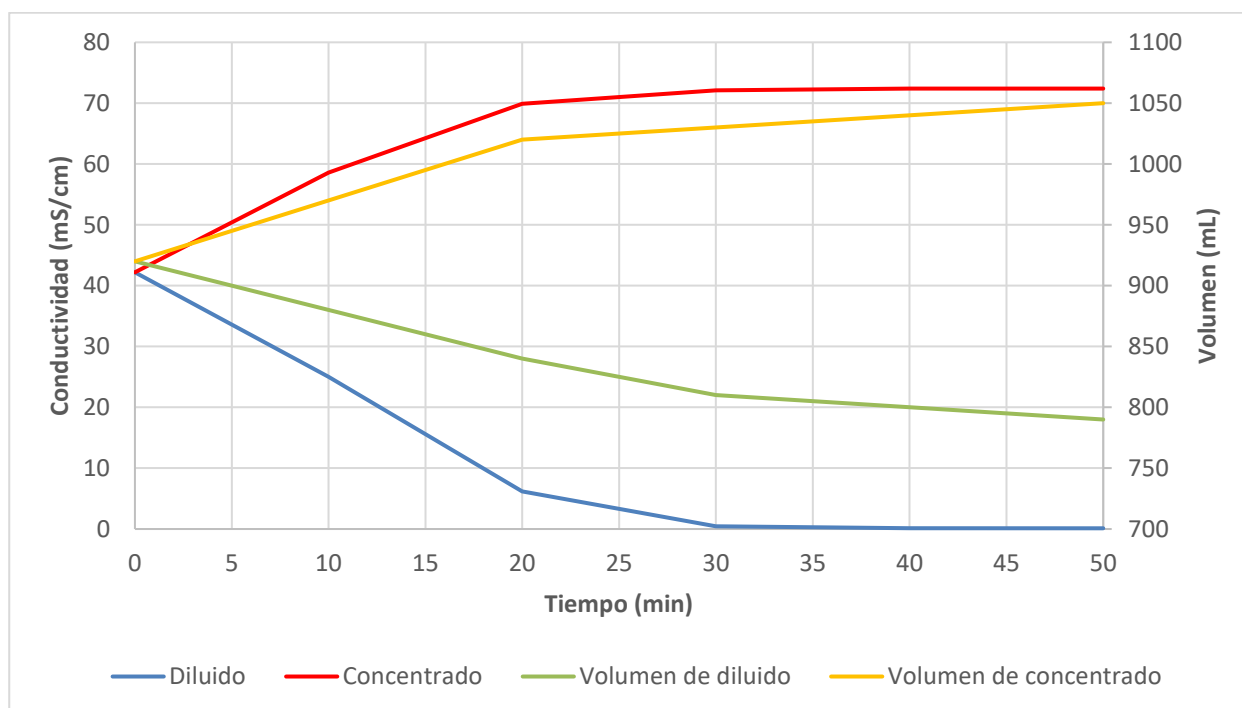


Figura 39. Conductividades y volúmenes de las corrientes de diluido y concentrado del ensayo 6

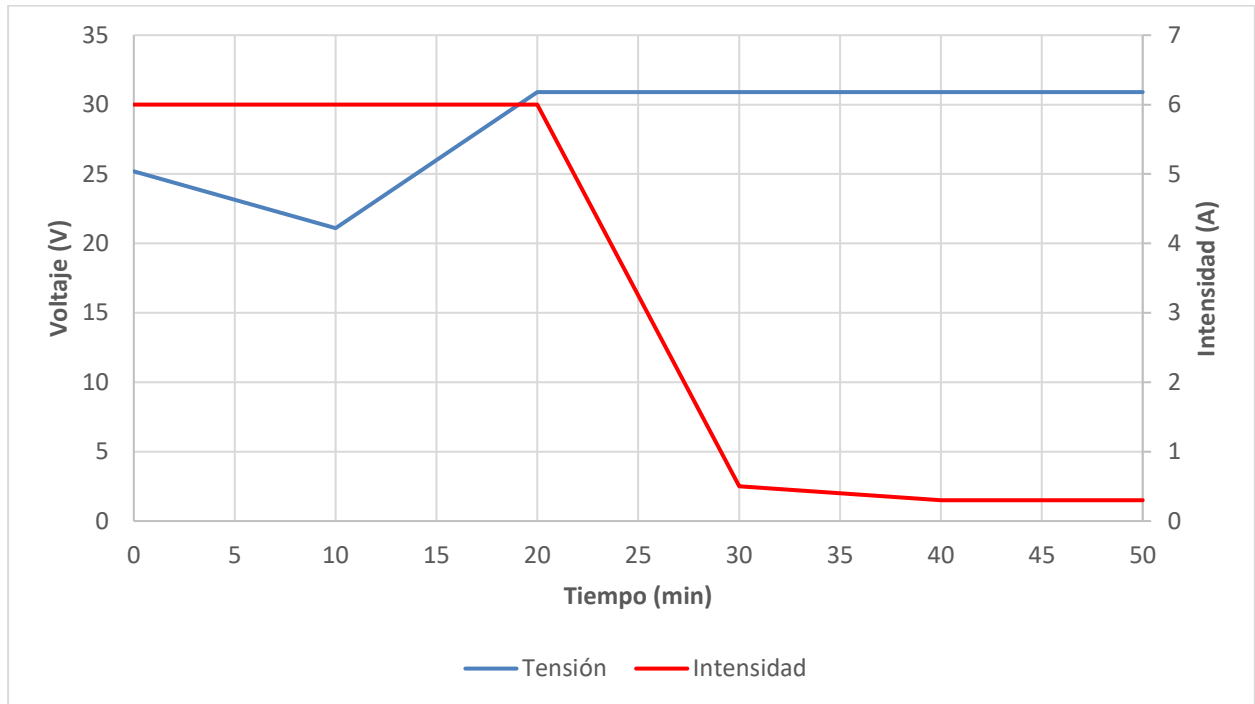


Figura 40. Intensidad y tensión eléctrica a lo largo del ensayo 6

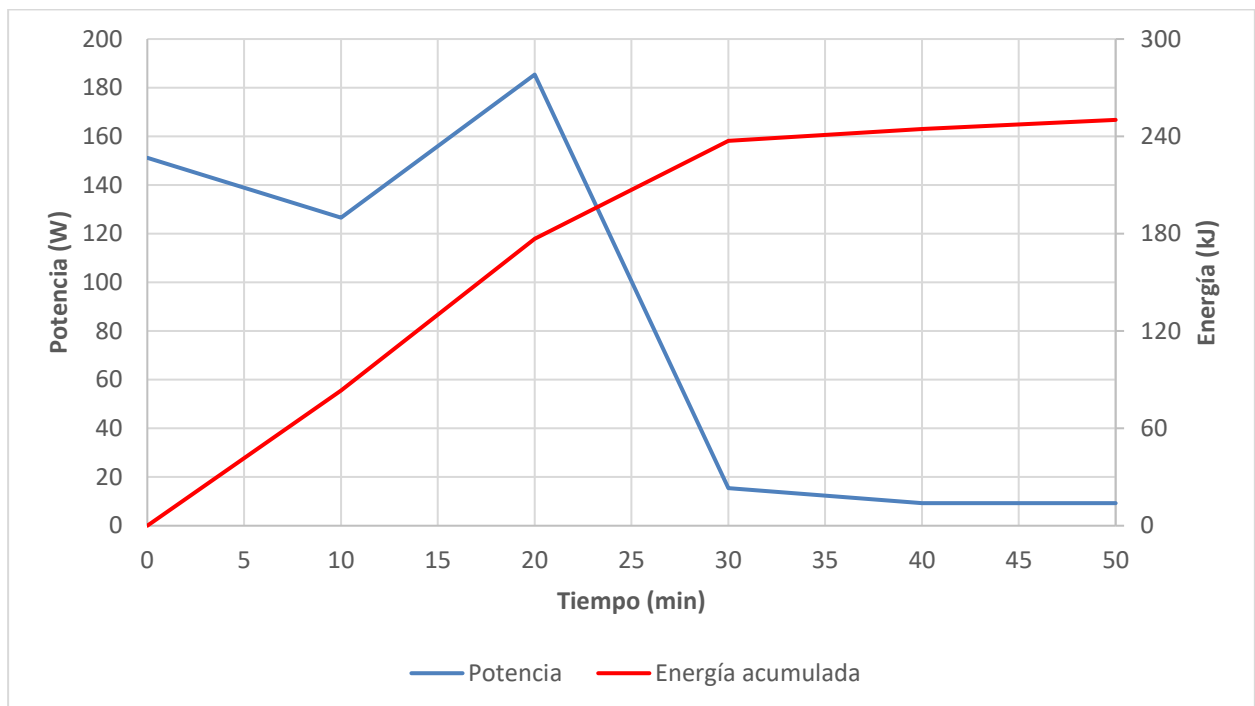


Figura 41. Potencia y energía acumulada a lo largo del ensayo 6

La tasa de desmineralización se sitúa en el 99,7% en la parte final del ensayo, manteniéndose prácticamente constante en el último tramo. En la siguiente figura puede verse como en los primeros 20 minutos ya se alcanzó una tasa superior al 85%:

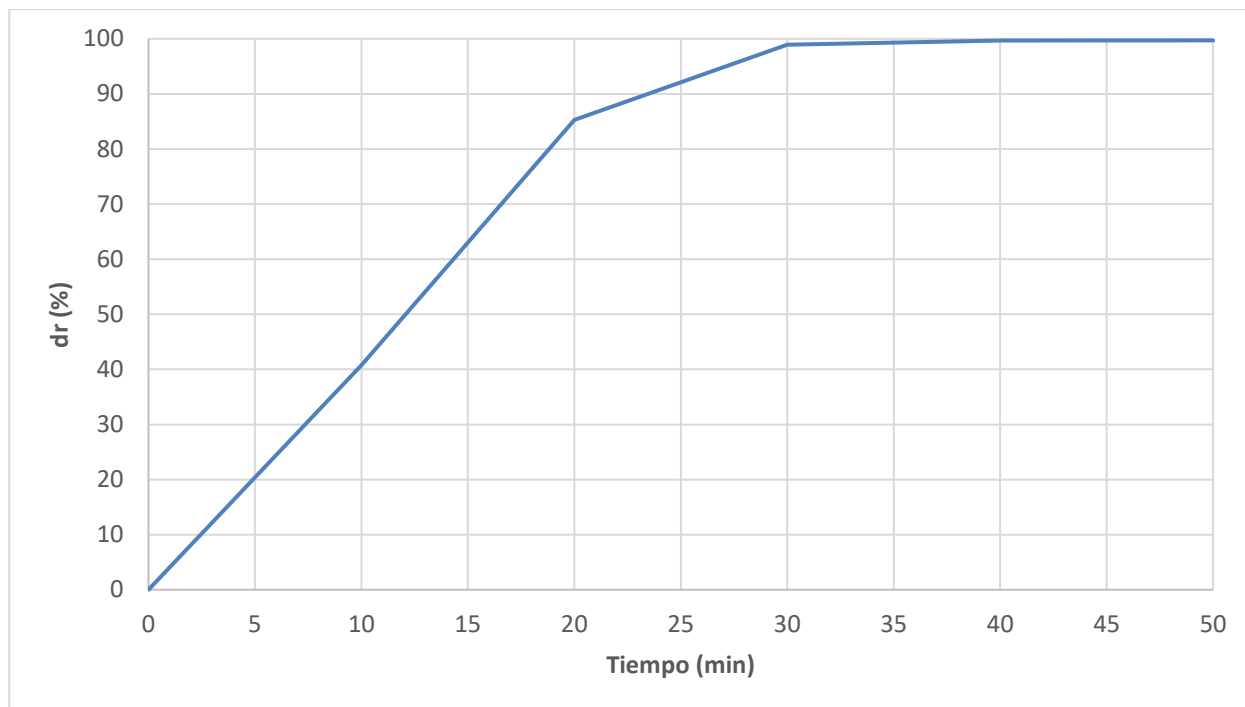


Figura 42. Tasa de desmineralización a lo largo del ensayo 6

## 4.8 Prueba 7

Este ensayo tiene unas características similares al anterior, excepto la condición eléctrica, que en este caso es un voltaje constante de 24,5 V, el necesario para que la intensidad inicial sea de 6 A. Se mantienen las concentraciones iniciales de los circuitos de diluido y concentrado y los 10 pares de celdas de membranas. En la siguiente tabla aparecen las condiciones iniciales:

Tabla 14. Condiciones iniciales del ensayo 7

Ensayo	Diluido	Concentrado	Electrolito	Pares de calles	Condición eléctrica
7	0,5 M NaCl	0,5 M NaCl	0,25 M Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	10	V=cte=24,5 V

La prueba se detuvo cuando la corriente eléctrica se redujo ostensiblemente debido a la reducción de la conductividad en el circuito de diluido. Al igual que en otros ensayos a diferencia de potencial constante, la intensidad eléctrica aumenta un poco al principio de la prueba para luego reducirse hasta el final (en este caso el aumento inicial de la corriente es de un 15%). En la siguiente tabla se recogen todos los datos de la prueba, tomados cada 10 minutos:

Tabla 15. Recogida de datos del ensayo 7

Conductividad (mS/cm)								
Tiempo (min)	Diluido	Concentrado	Electrolito	V (V)	I (A)	Vd (mL)	Vc (mL)	Ve (mL)
0	42,8	42,2	32,0	24,5	6,0	910	920	920
10	24,4	59,3	33,0	24,5	6,9	860	970	920
20	5,1	70,6	33,1	24,5	4,0	800	1020	920
30	0,3	72,5	33,2	24,5	0,3	790	1040	910
40	0,1	73,1	33,2	24,5	0,2	780	1040	900
50	0,1	73,1	33,1	24,5	0,2	760	1050	900

Nuevamente, las curvas de las conductividades y volúmenes presentan la misma forma que en los ensayos anteriores (Figura 43). Al tener 10 pares de celdas de membranas, los tiempos son también menores, al igual que ocurría en el ensayo 6.

En este caso, el incremento de la corriente al inicio de la prueba es más pequeño que en otros casos (Figura 44). Sin embargo, la mayor velocidad a la que se lleva a cabo la separación en este ensayo hace que la frecuencia de muestreo sea demasiado baja para poder comparar este efecto con el producido en ensayos más lentos. Sí se observa como se produce la caída de la corriente por la disminución de la conductividad del circuito diluido.

Como es evidente, la potencia sigue la forma de la intensidad, ya que la diferencia de potencial permanece constante todo el ensayo (Figura 45). La curva de la energía necesaria para llevar a cabo la separación se aplanan conforme ésta deja de producirse con la caída de la corriente. En este caso, la energía puesta en juego es aproximadamente un 13% menor que en el ensayo anterior, en el que se trabajaba a intensidad constante.

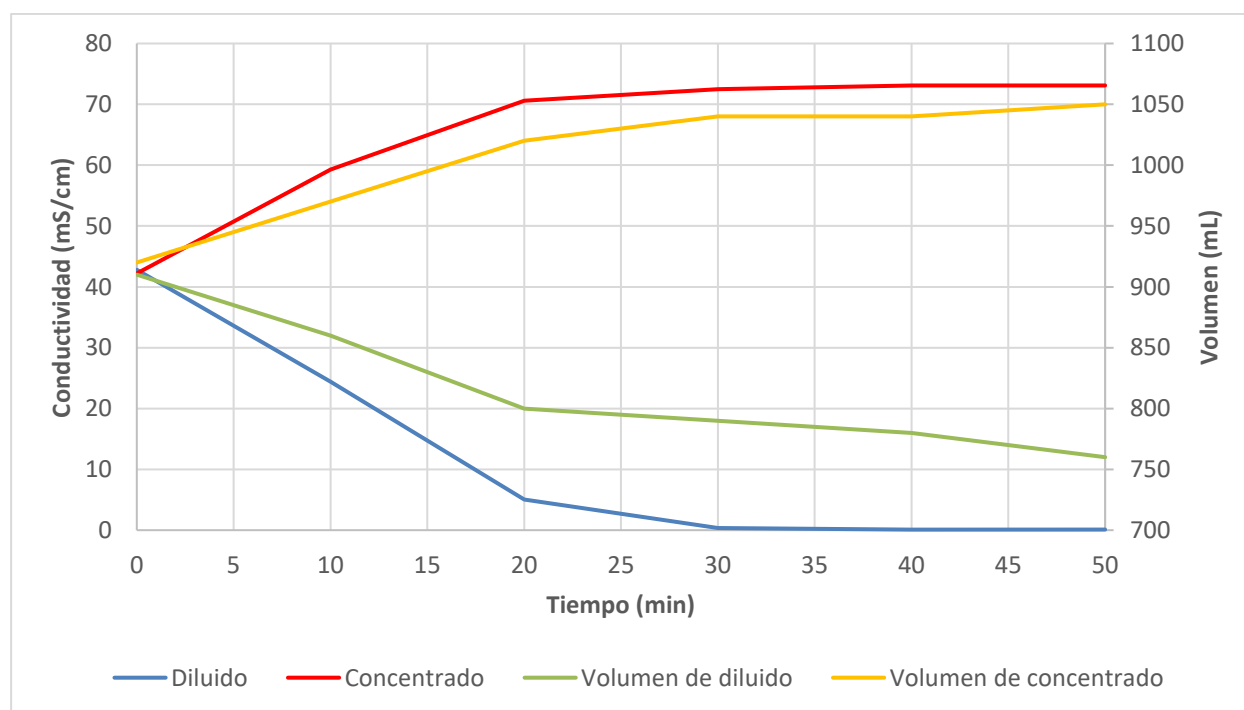


Figura 43. Conductividades y volúmenes de las corrientes de diluido y concentrado del ensayo 7

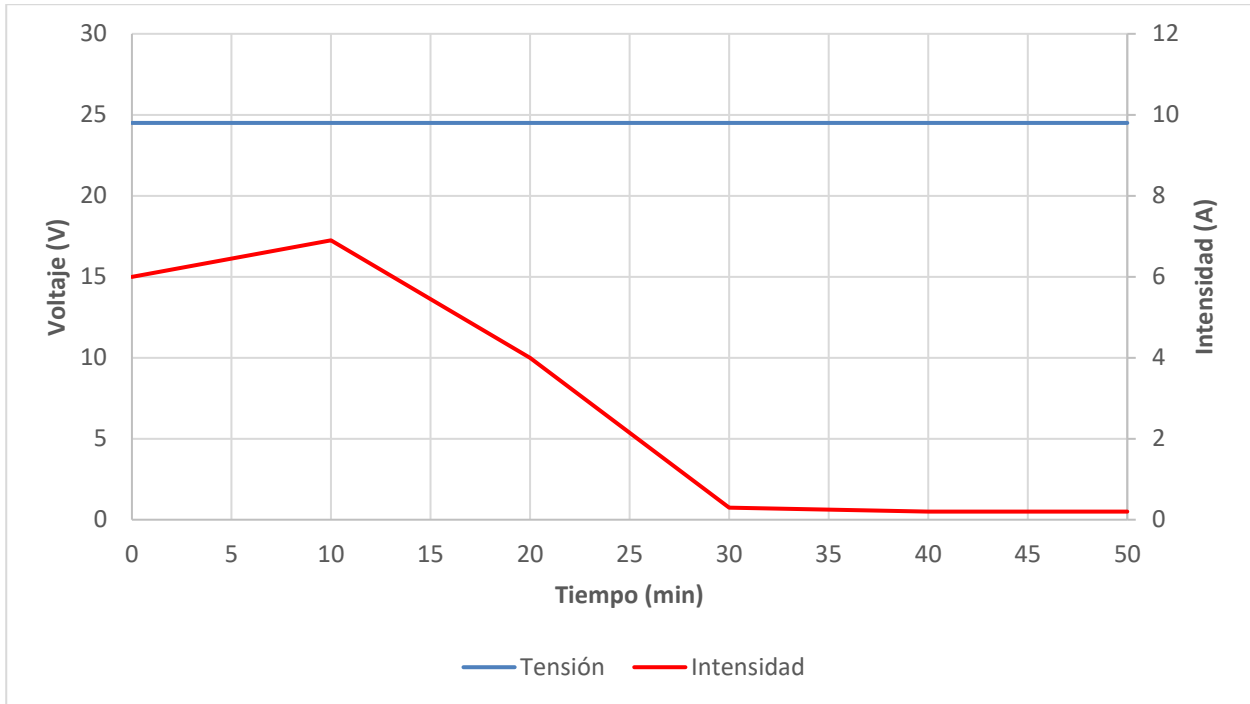


Figura 44. Intensidad y tensión eléctrica a lo largo del ensayo

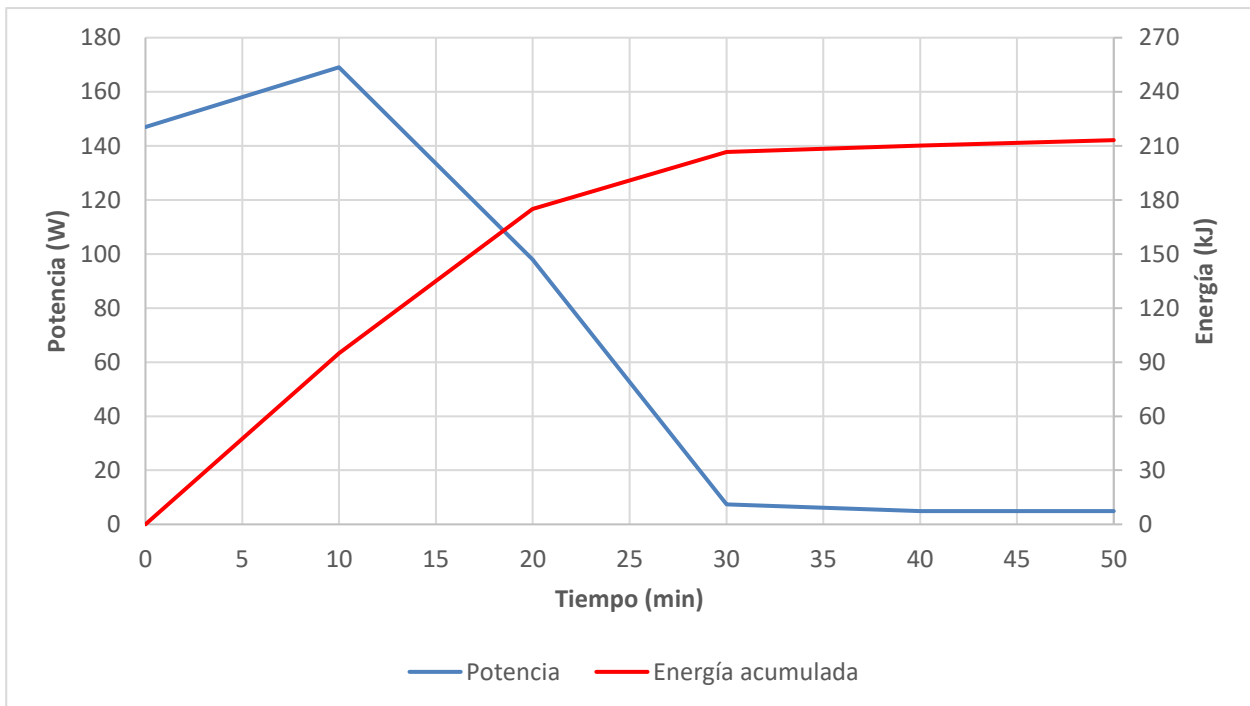


Figura 45. Potencia y energía acumulada a lo largo del ensayo 7

Al igual que en el ensayo anterior, la tasa de desmineralización se sitúa en la parte final del ensayo en un valor muy elevado, concretamente del 99,8%. También puede observarse en la siguiente figura como en los primeros 20 minutos se llega casi al 90%:

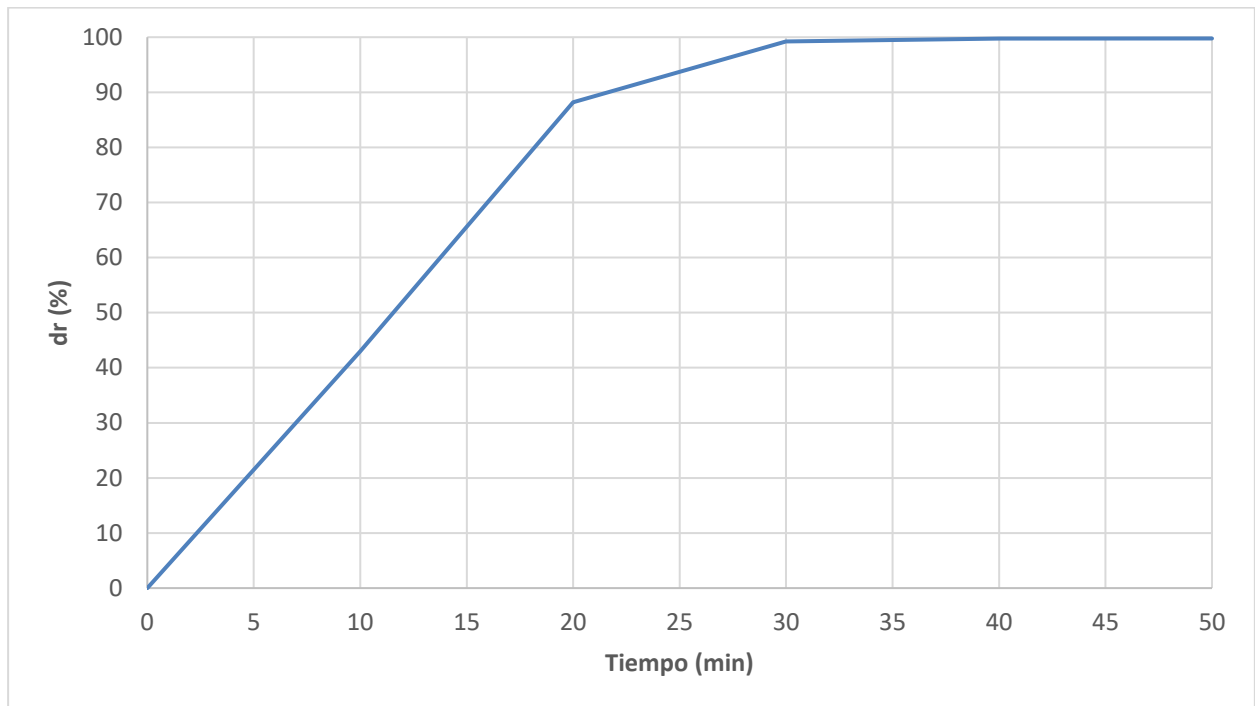


Figura 46. Tasa de desmineralización a lo largo del ensayo 7





# 5 ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

---

Los ensayos se han llevado a cabo de la manera prevista, con los valores de operación definidos por el fabricante en los manuales. Para poder analizarlos y poder comparar los resultados, conviene agrupar ensayos que comparten semejanzas. En primer lugar, se analizarán los 4 primeros ensayos, que tienen el mismo número de membranas y una concentración inicial de NaCl similar, y se varía la intensidad o la diferencia de potencial eléctrico. A continuación, se compararán los ensayos 3 y 5, similares en todas las características iniciales excepto en la concentración de sal. Posteriormente se relacionarán los ensayos 1 y 2 con el 6 y 7, que difieren en el número de membranas montadas en el módulo.

## 5.1 Comparación de los ensayos con distinta alimentación eléctrica (1, 2, 3 y 4)

Los ensayos en los que se emplea una mayor potencia eléctrica desde el principio (ensayos 1 y 3) tienen una disminución más rápida de la conductividad de la corriente de diluido (Figura 47) y un aumento más rápido de la conductividad del concentrado (Figura 48). El aumento en la conductividad de la corriente concentrada no tiene por qué ser igual a la disminución de la conductividad de la corriente diluida, ya que la relación de la conductividad con la concentración de NaCl no siempre es lineal.

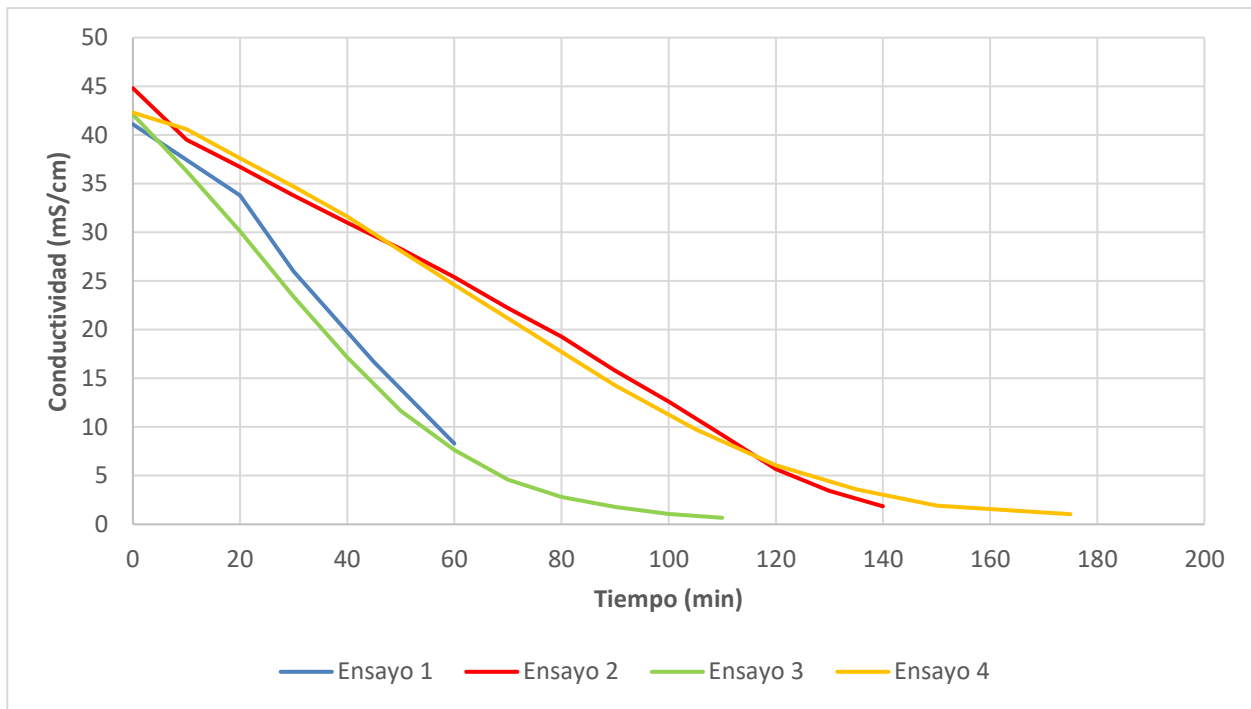


Figura 47. Conductividad de la corriente diluida en los 4 primeros ensayos

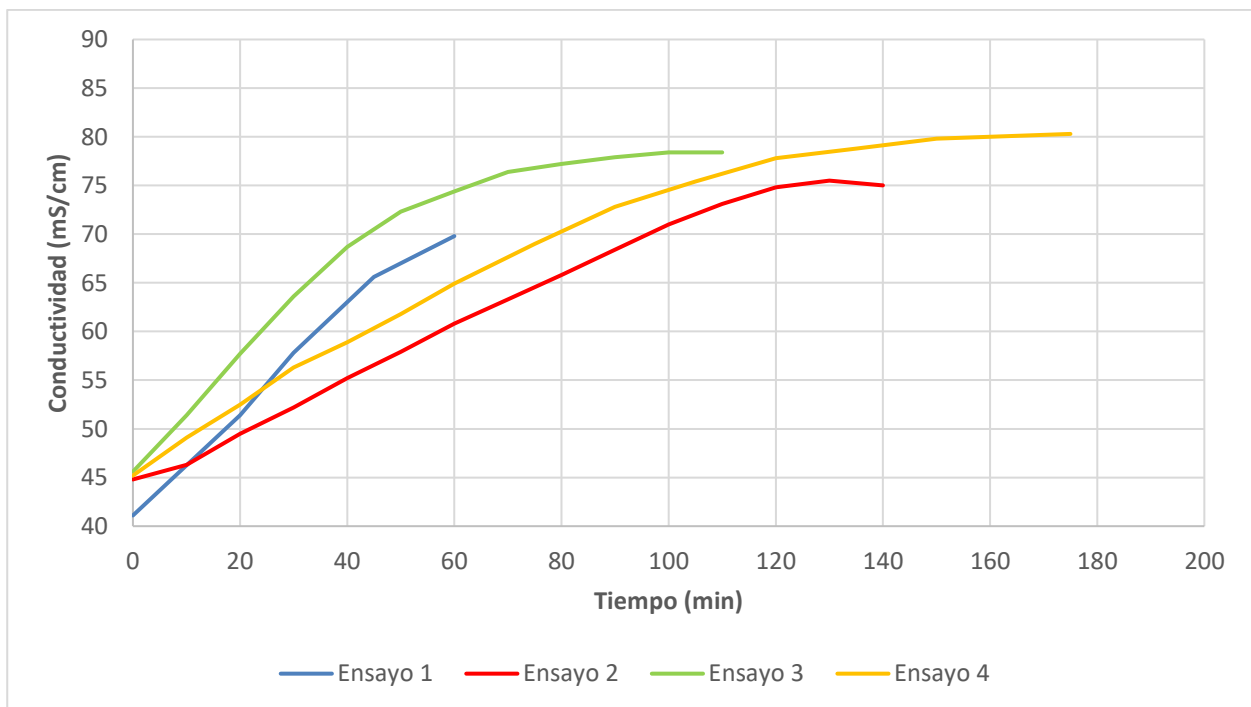


Figura 48. Conductividad de la corriente concentrada en los 4 primeros ensayos

En los ensayos a intensidad constante (1 y 2) se observa (Figura 49) como en la parte final tiene un crecimiento muy elevado de la energía necesaria, debido al incremento rápido de la tensión necesaria para mantener la intensidad. Sin embargo, en los ensayos a diferencia de potencial constante (3 y 4), la energía puesta en juego

en la parte final del ensayo es más baja que en los otros, ya que la intensidad cae considerablemente cuando la conductividad en la corriente de diluido es baja. La energía necesaria para reducir la conductividad de la corriente de diluido por debajo de aproximadamente 15 mS/cm es significativamente menor (un 45%) en el ensayo 4 que en el ensayo anterior, a costa de un mayor tiempo necesario para conseguirlo, por lo que habrá que determinar para cada aplicación cuál de estos dos factores es más importante para la correcta optimización de la operación.

Parece evidente que si se desea trabajar hasta conseguir conductividades muy bajas en el diluido (por debajo de 15 mS/cm) se debe trabajar a tensión constante, mientras que para conductividades mayores de ese valor el gasto energético es bastante similar.

Sin embargo, si se comparan los ensayos 1 y 3 (con más potencia inicial y, por tanto, más rápidos), se observa que en los 60 primeros minutos de los ensayos se necesita más energía (el doble durante bastante tiempo) para mantener la tensión constante, aunque también se produce mayor bajada de sales en el diluido. Después de ese momento, con concentraciones más bajas, ocurre igual que en el par de ensayos analizados anteriormente, y mantener constante la diferencia de potencial parece más interesante desde el punto de vista del consumo energético.

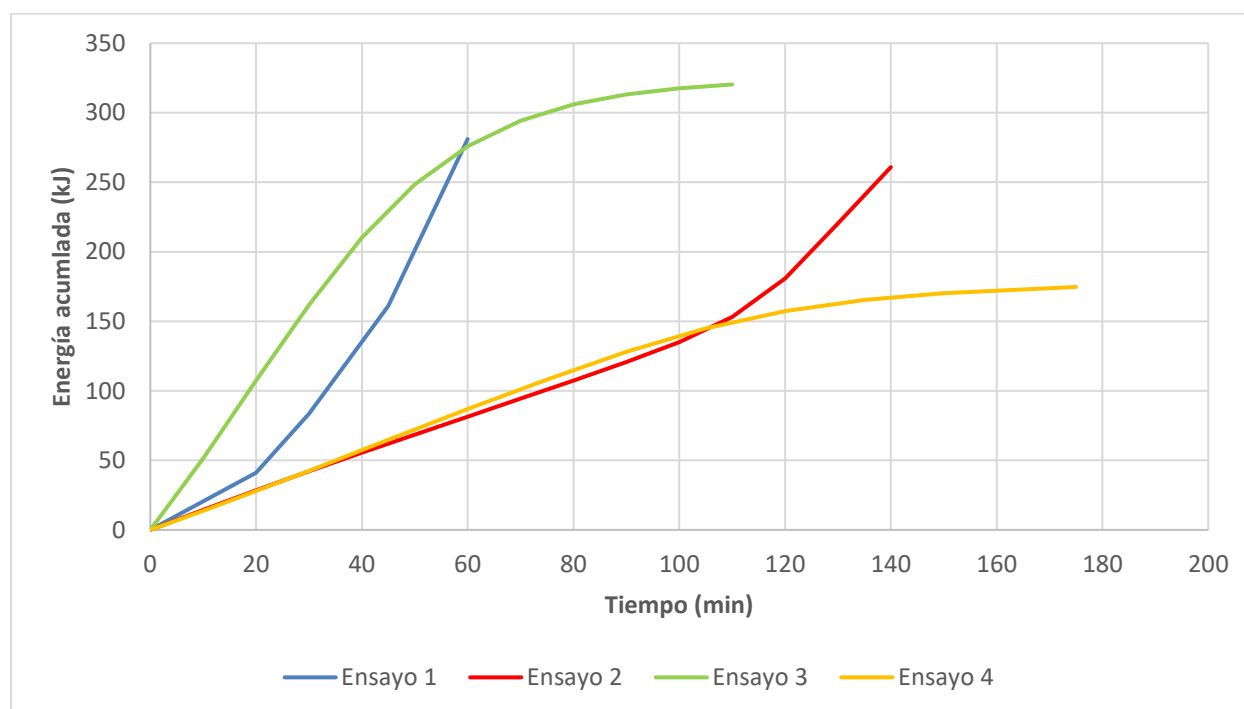


Figura 49. Energía acumulada necesaria para llevar a cabo los primeros 4 ensayos

En cuanto a la tasa de desmineralización, en la siguiente figura puede apreciarse como en los ensayos 1 y 3 en los que se pone en juego una potencia eléctrica mayor desde el principio el aumento es considerablemente más rápido, llegando a valores del 80% en casi la mitad del tiempo que en los ensayos 2 y 4:

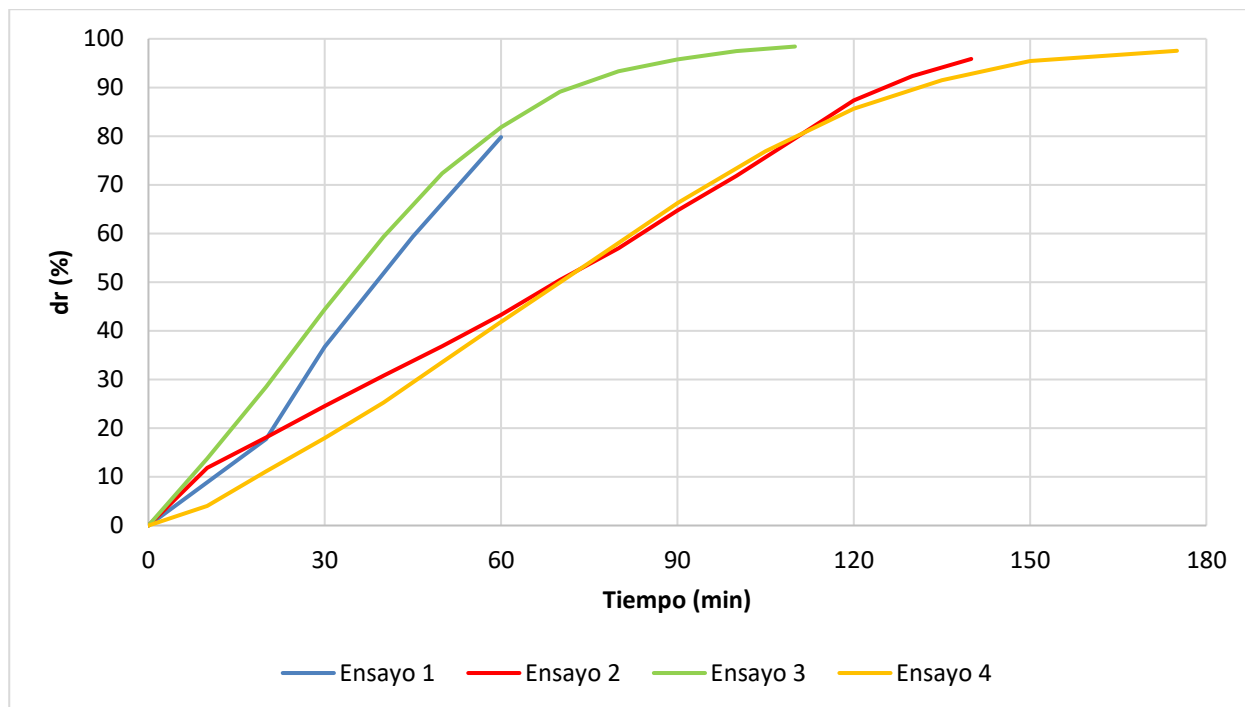


Figura 50. Tasa de desmineralización en los 4 primeros ensayos

## 5.2 Comparación de los ensayos por distinta concentración inicial (3 y 5)

En este caso, la diferencia entre ambas pruebas radica en una distinta concentración inicial de NaCl en los circuitos de diluido y concentrado, siendo la del ensayo 5 el doble que la del ensayo 3 (1 M y 0,5 M). Como cabe esperar, el tiempo necesario para poder reducir a niveles muy bajos la conductividad de la corriente diluida es mayor (aproximadamente el doble) en el caso de tener el doble de concentración (Figura 51). Sin embargo, se observa que aun con esa concentración se puede obtener una corriente de diluido con un nivel muy bajo de sales, a costa de un mayor tiempo y gasto energético, necesitando el ensayo de menor concentración aproximadamente un 40% menos de energía que en el caso de mayor concentración (Figura 52). Puede llamar la atención el hecho de que inicialmente se necesita más energía (hasta un 30% más) para la prueba en la que la concentración era menor; esto se debe a que la alimentación eléctrica se ajustó para mantener constante una diferencia de potencial eléctrico tal que la corriente inicial fuera de 6 A, por lo que la tensión necesaria para conseguir esa corriente es un 20% menor en el caso de soluciones con mayor conductividad, es decir, con mayores concentraciones, y por tanto se traduce en un mayor gasto energético.

En el caso de la tasa de desmineralización, como se esperaba, se consiguen mayores porcentajes en menos tiempo cuando las concentraciones son más bajas (por ejemplo, a los 60 minutos del inicio la tasa de desmineralización del ensayo 5 es aproximadamente el 50% de la tasa del ensayo 3). Sin embargo, la tasa final es similar en ambos casos debido a que también se consigue una retirada de sales muy elevada cuando la concentración inicial es alta (Figura 53).

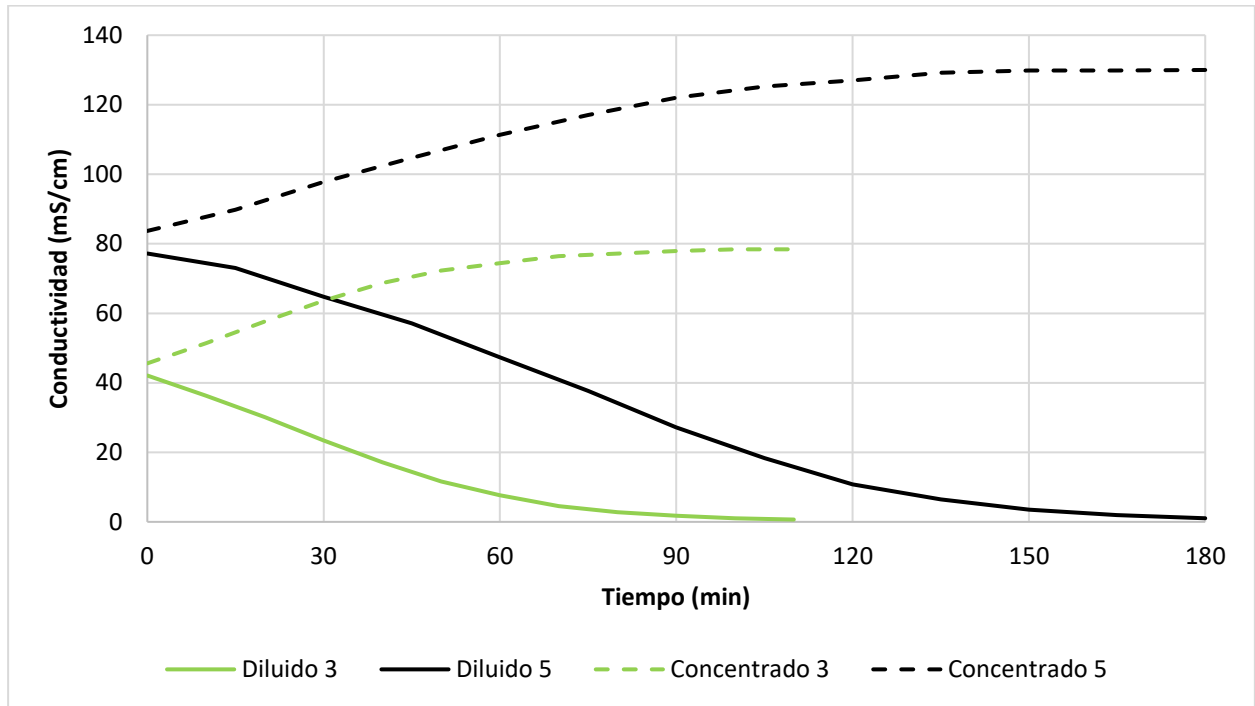


Figura 51. Conductividades de las corrientes diluida y concentrada de los ensayos 3 y 5

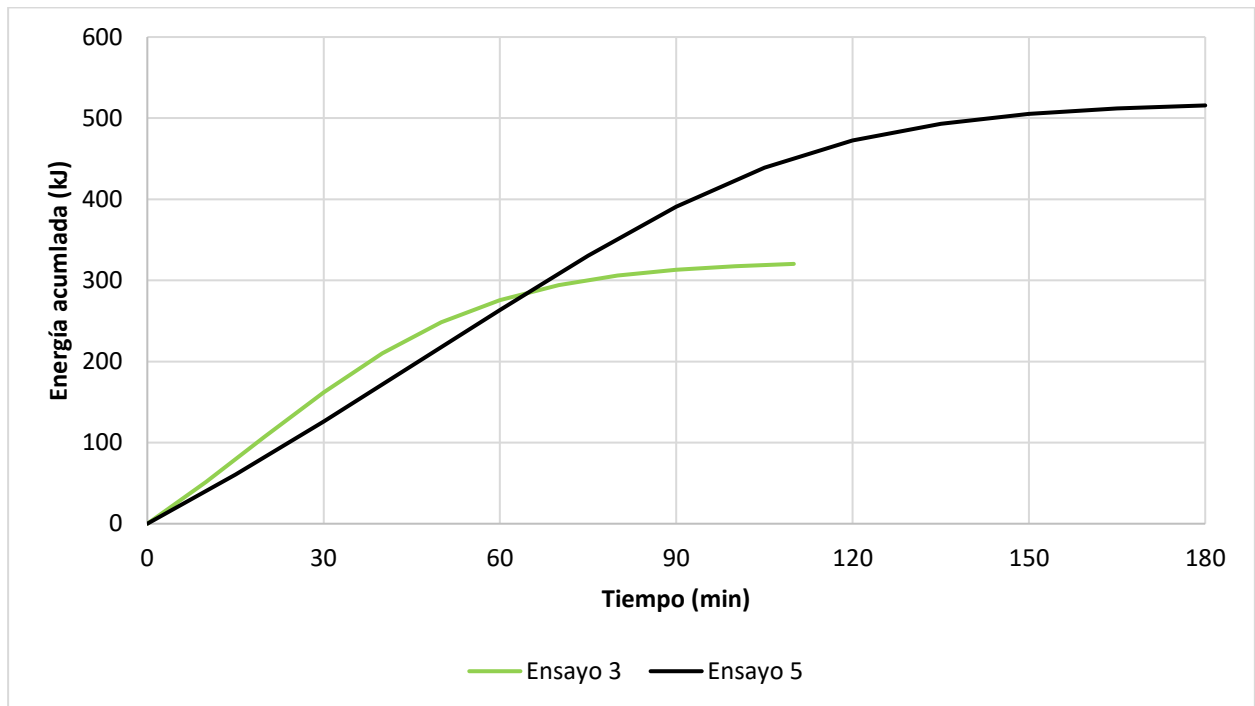


Figura 52. Energía acumulada necesaria para llevar a cabo los ensayos 3 y 5

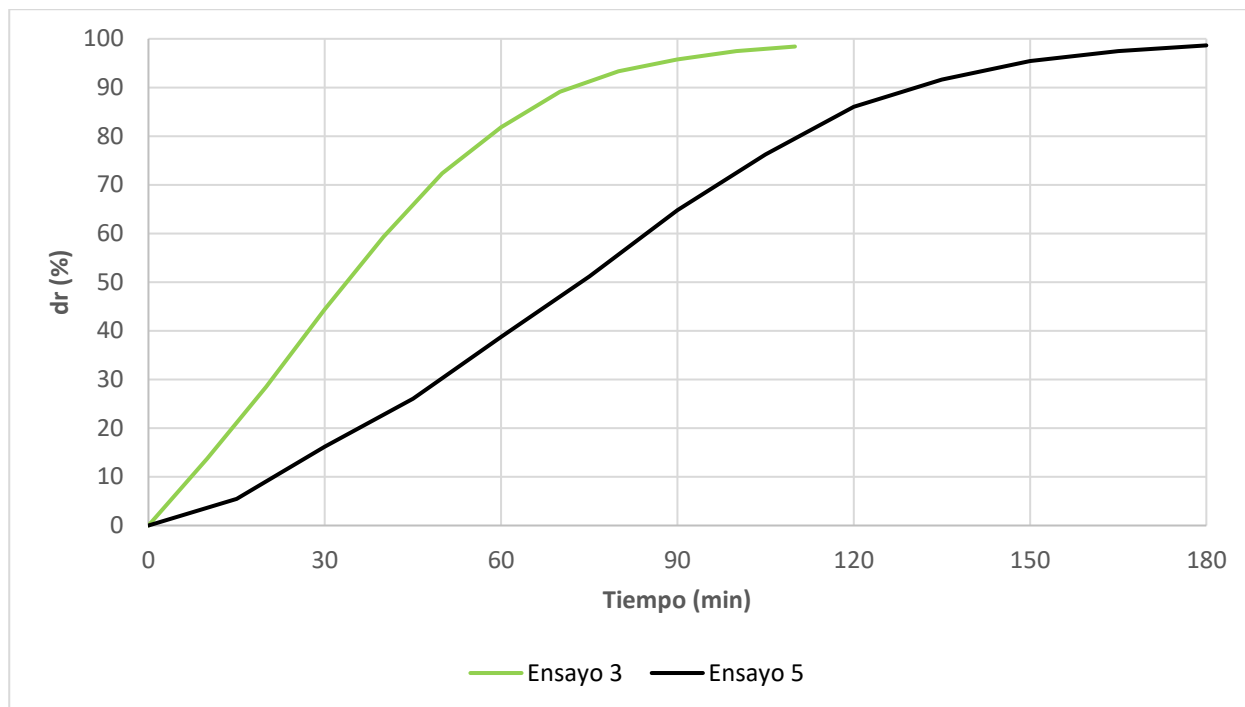


Figura 53. Tasa de desmineralización en los ensayos 3 y 5

### 5.3 Comparación de los ensayos con distinto número de membranas (1, 3, 6 y 7)

En este caso, la diferencia entre los primeros ensayos y los últimos es el número de membranas en el módulo. Esta diferencia hace que sea posible tener un mayor caudal en los circuitos de diluido y concentrado en los ensayos 6 y 7, por tanto, se ajustó un caudal 5 veces mayor.

En términos de conductividades, los ensayos con mayor caudal realizaron la separación en menos tiempo, siguiendo una curva similar en ambos, como puede observarse en la Figura 54.

En cuanto a la energía necesaria para la separación, en la Figura 55 se puede ver como los ensayos con mayor caudal necesitan una mayor cantidad de energía en los momentos iniciales, pero a lo largo del tiempo se traduce en una mejora respecto a los otros dos, que los superan y seguirían creciendo aún más. Este mayor consumo inicial se debe a la necesidad de aplicar más tensión eléctrica para obtener 6 A de intensidad, ya que al haber más celdas de membranas hay más distancia, más líquido y más membranas entre los electrodos, lo que provoca una mayor resistencia.

Comparando los ensayos 6 y 7, este último tiene un consumo menor, por lo que parece favorable trabajar a tensión constante, como ya ocurría en caudales bajos.

La evolución de la tasa de desmineralización (Figura 56) muestra cómo trabajar a caudales mayores conlleva una reducción sustancial en el tiempo necesario para llevar a cabo la separación, sin afectar aparentemente a la separación final, ya que aunque los ensayos 1 y 3 no se tuvieron en marcha el suficiente tiempo para llegar a los mismos valores que en los ensayos 6 y 7 (que obtuvieron valores similares al final de los ensayos, del 99,8%), la tendencia hace pensar que llegarían también al mismo nivel de separación.

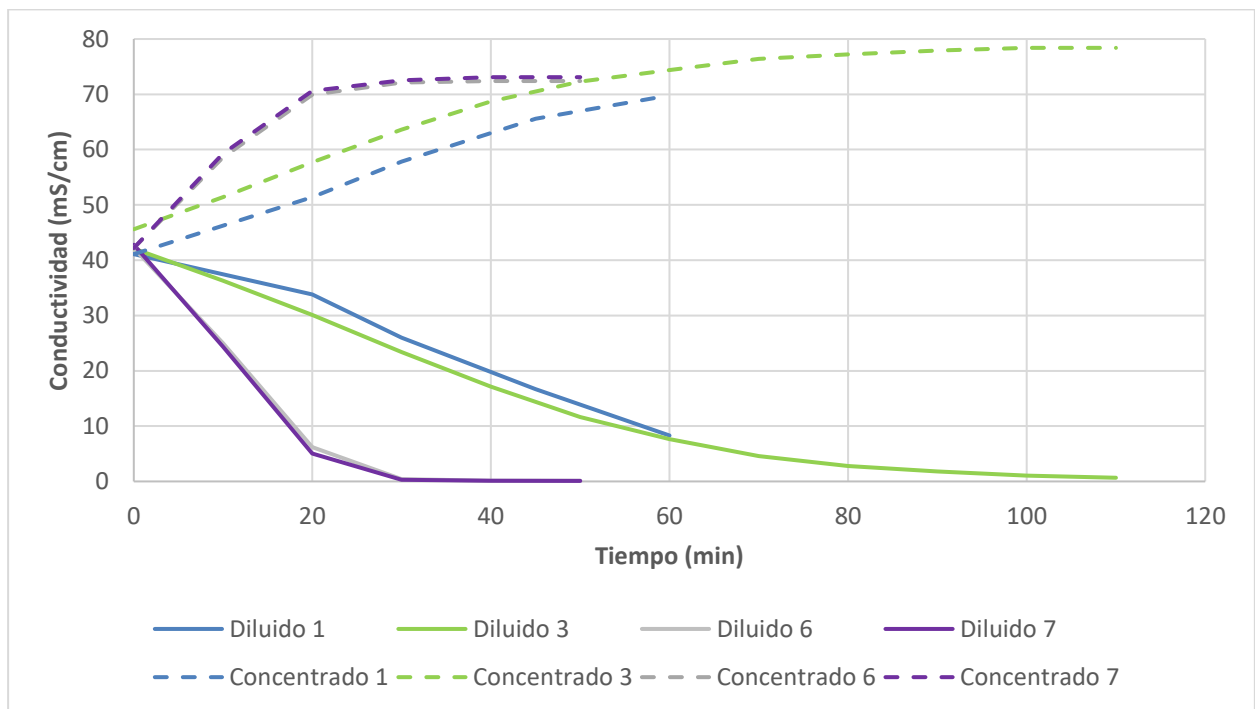


Figura 54. Conductividades de las corrientes diluida y concentrada de los ensayos 1, 3, 6 y 7

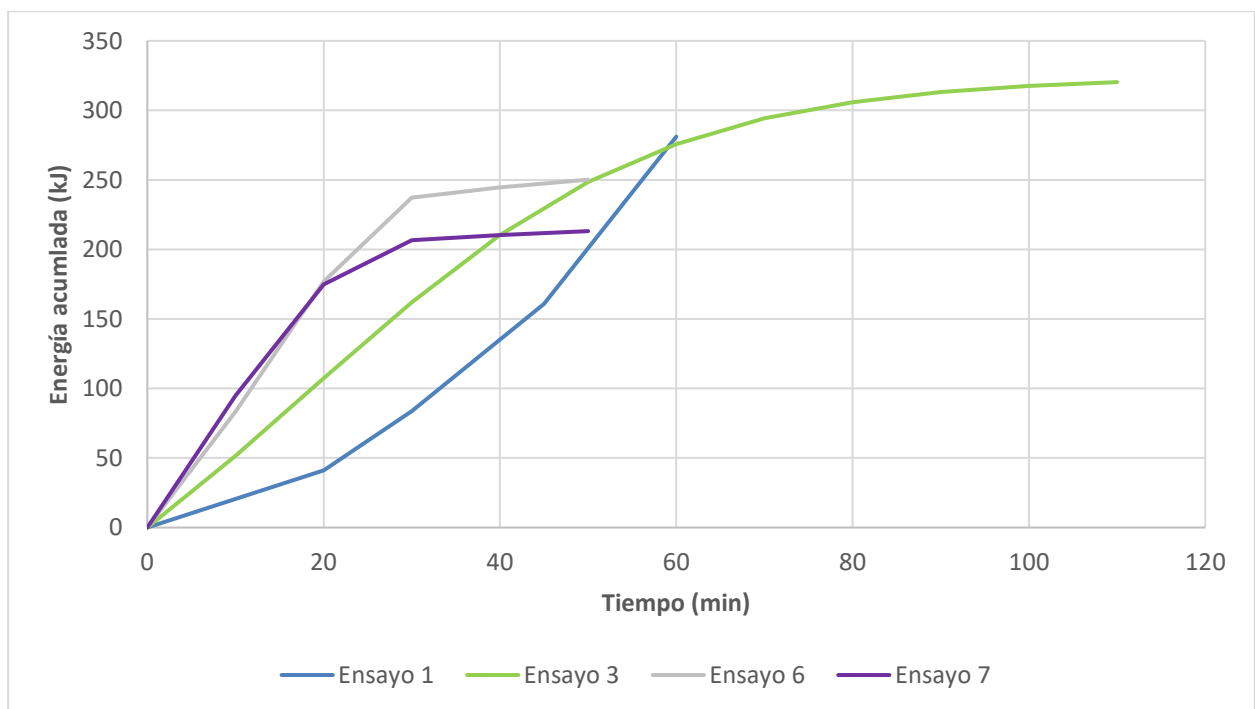


Figura 55. Energía acumulada necesaria para llevar a cabo los ensayos 1, 3, 6 y 7

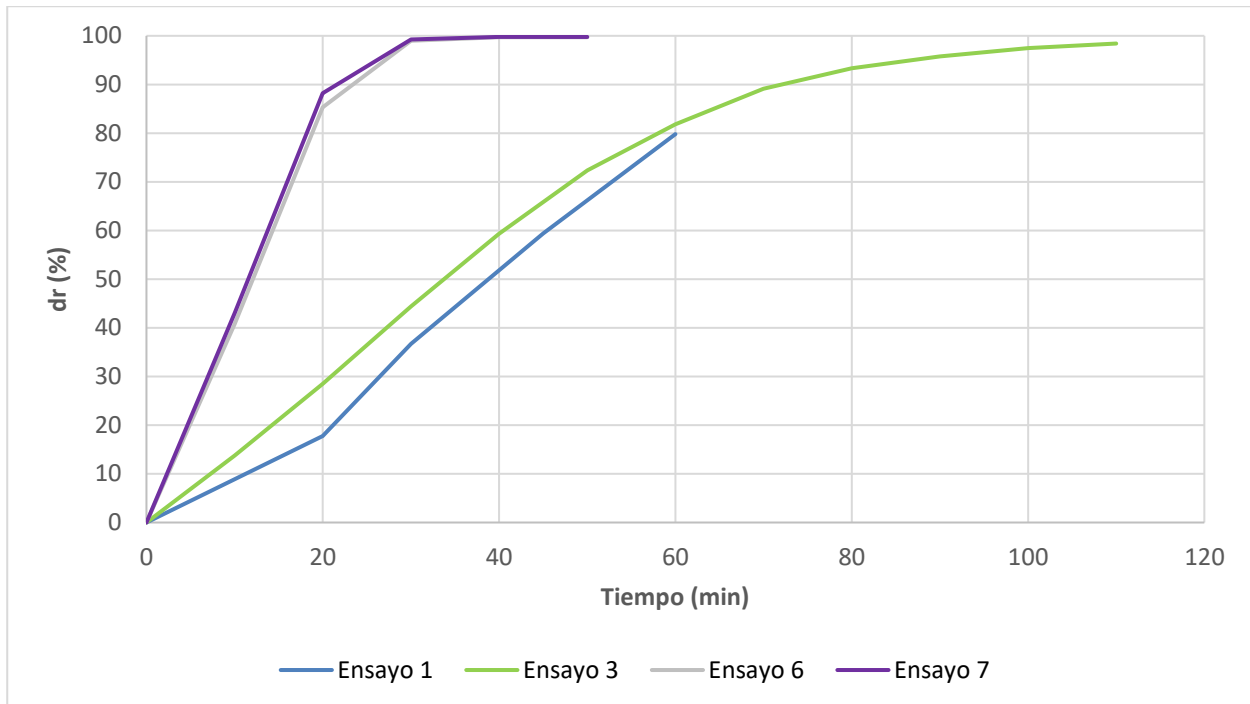


Figura 56. Tasa de desmineralización en los ensayos 1, 3, 6 y 7

## 5.4 Comparación con bibliografía

Para evaluar el funcionamiento del sistema se va a comparar uno de los ensayos realizados (ensayo 7) (ensayo propio) con un ejemplo que aparece en los manuales del módulo de membranas realizado por la empresa suministradora (PCCell) (ensayo comercial). Estos dos ensayos tienen prácticamente las mismas condiciones iniciales: mismo equipo utilizado, mismas concentraciones iniciales, mismo número de membranas y misma corriente eléctrica aplicada. Se diferencian en el volumen inicial de los circuitos de diluido y concentrado, y en que para el ensayo de la empresa disponían de una recogida de datos en continuo, mientras que en el ensayo realizado para este trabajo la recogida de datos era puntual.

Para empezar, los volúmenes iniciales en el ensayo comercial están entre 750 y 800 mL (Figura 57), mientras que en el ensayo propio los volúmenes iniciales están en torno a 915 mL (Figura 58). El volumen de concentrado y diluido en el ensayo comercial tienen un aumento y disminución respectivamente de aproximadamente el 15% en 20 minutos, mientras que en el ensayo propio estos cambios están en torno al 12%, por lo que son más o menos parecidos (teniendo en cuenta las diferencias entre ambos ensayos).



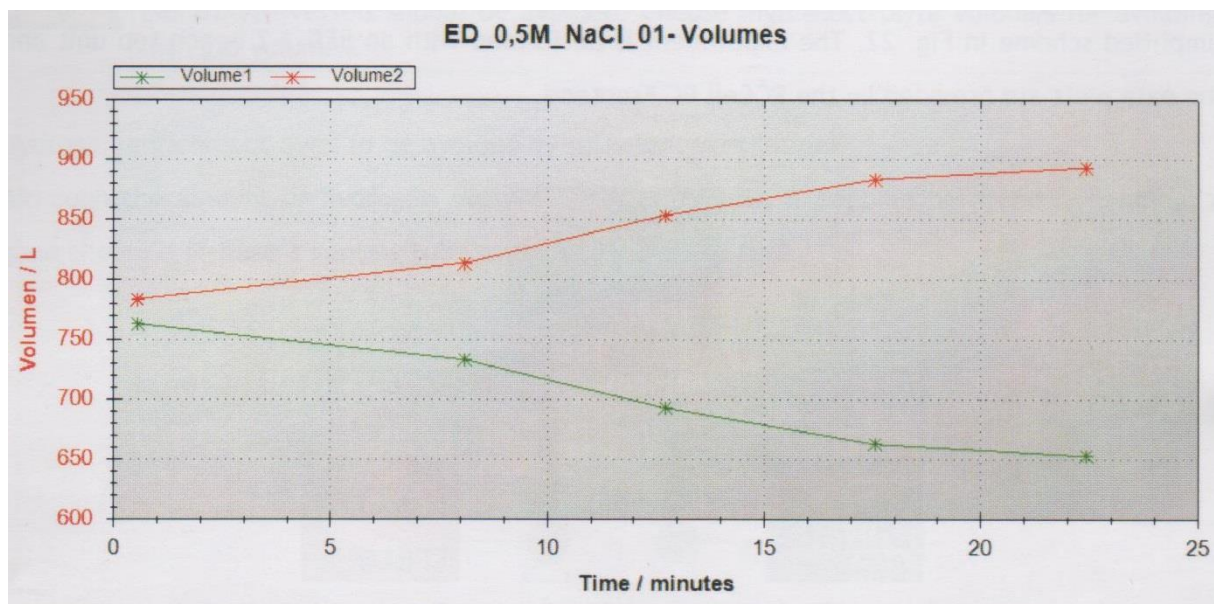


Figura 57. Volúmenes del ensayo comercial [Manual PCCell]

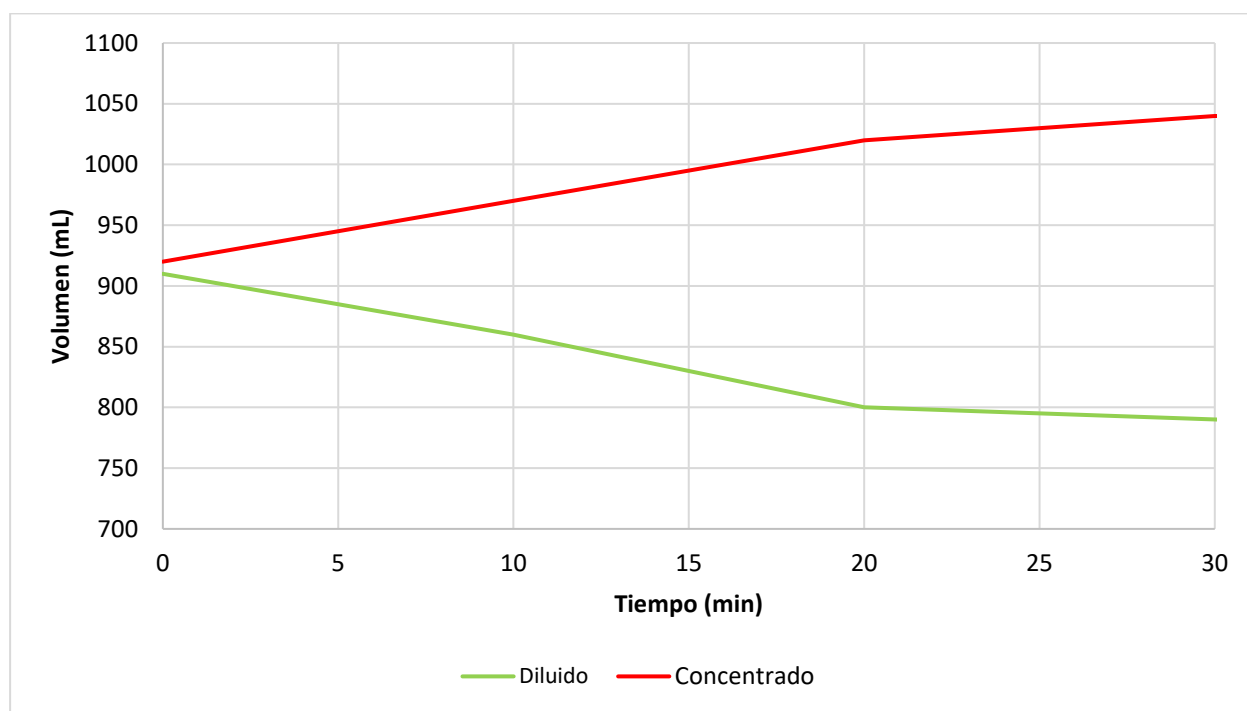


Figura 58. Volúmenes del ensayo propio

Los valores de la intensidad y la tensión eléctrica del ensayo comercial pueden verse en la Figura 59, mientras que los del ensayo propio aparecen en la Figura 60. La intensidad comienza a disminuir aproximadamente 5 minutos después en el ensayo propio, debido principalmente al mayor volumen que tienen los circuitos de este ensayo.

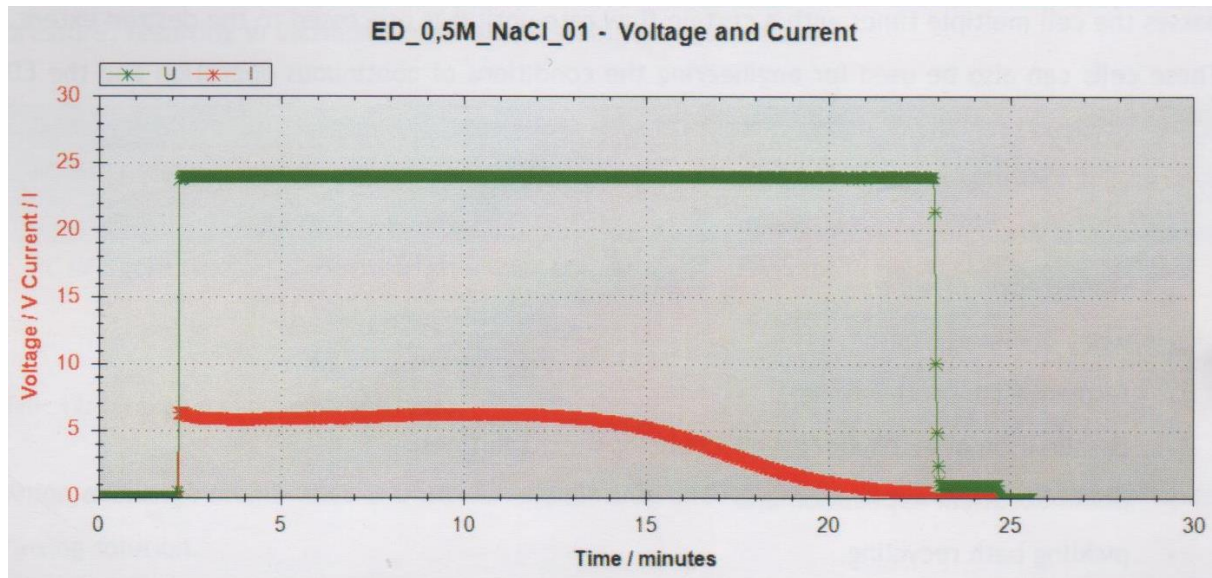


Figura 59. Intensidad y tensión eléctrica en el ensayo comercial [Manual PCCell]

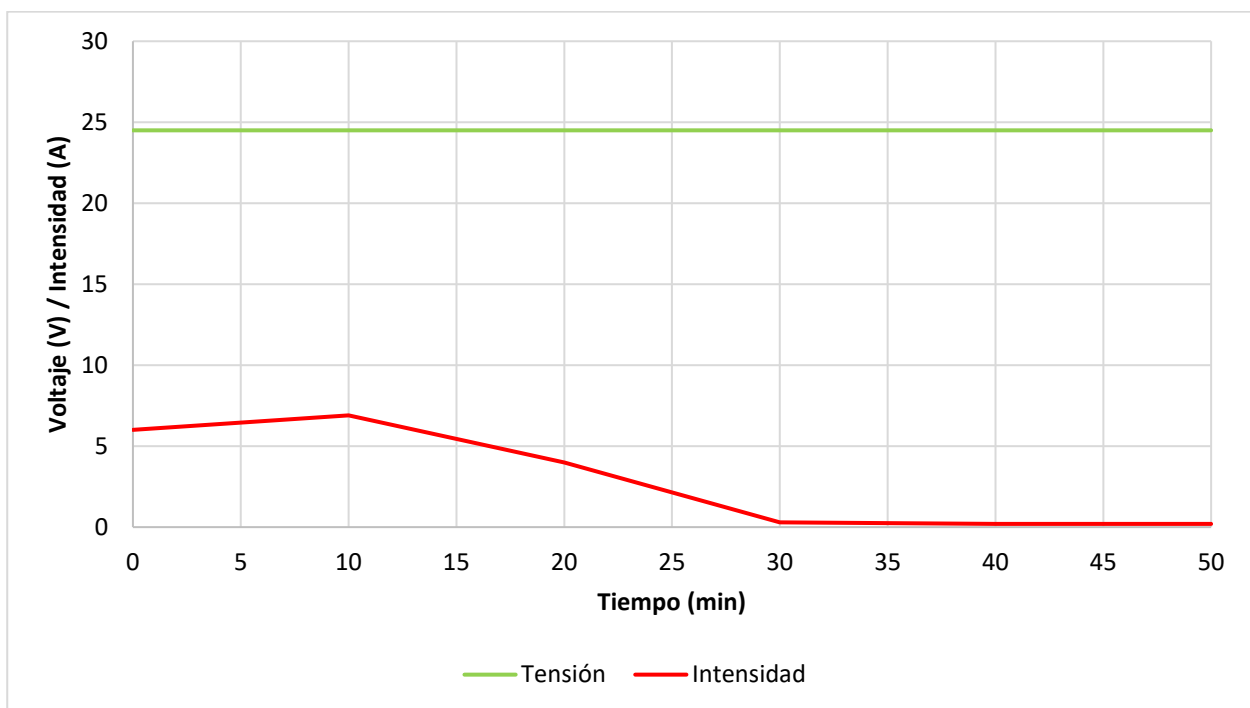


Figura 60. Intensidad y tensión eléctrica en el ensayo propio

Por último, las conductividades de los circuitos diluido y concentrado en el ensayo comercial y propio pueden verse respectivamente en la Figura 61 y en la Figura 62. Los valores que alcanzan ambas corrientes son similares en los dos ensayos, aunque ocurre después en el ensayo propio debido al mayor volumen de los circuitos. No se puede determinar exactamente en qué momento se llega esa asíntota horizontal en el ensayo propio porque no se disponen de medidas entre los 20 y 30 minutos, pero igualmente se conoce que ocurre entre esos dos valores, lo que coincide con lo visto anteriormente y es que tarda unos 5 minutos más que el ensayo comercial.

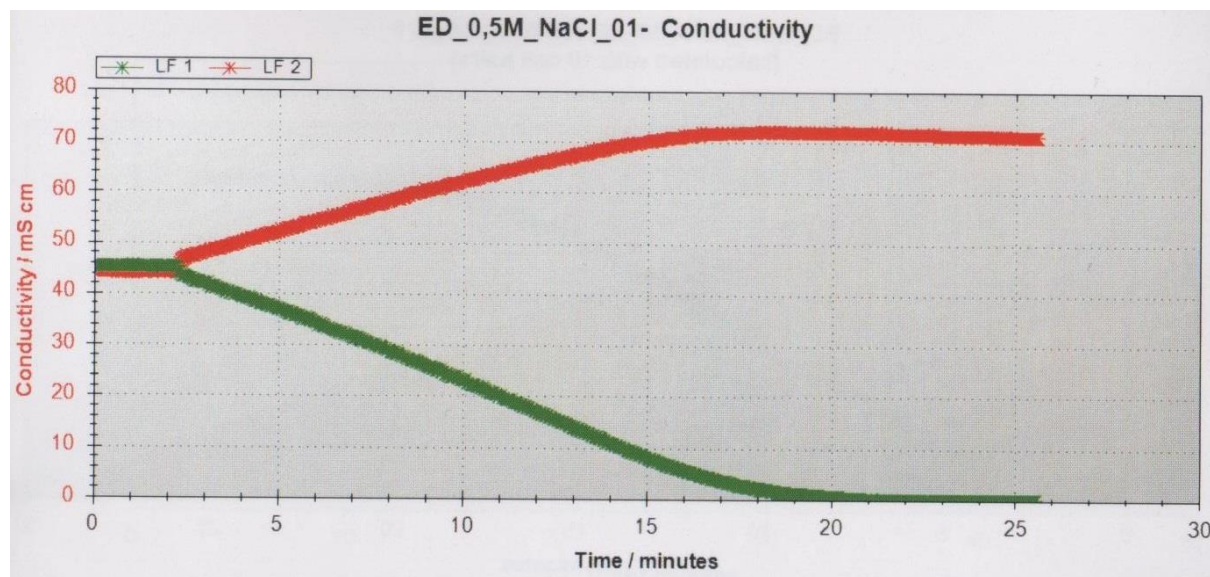


Figura 61. Conductividades en el ensayo comercial [Manual PCCell]

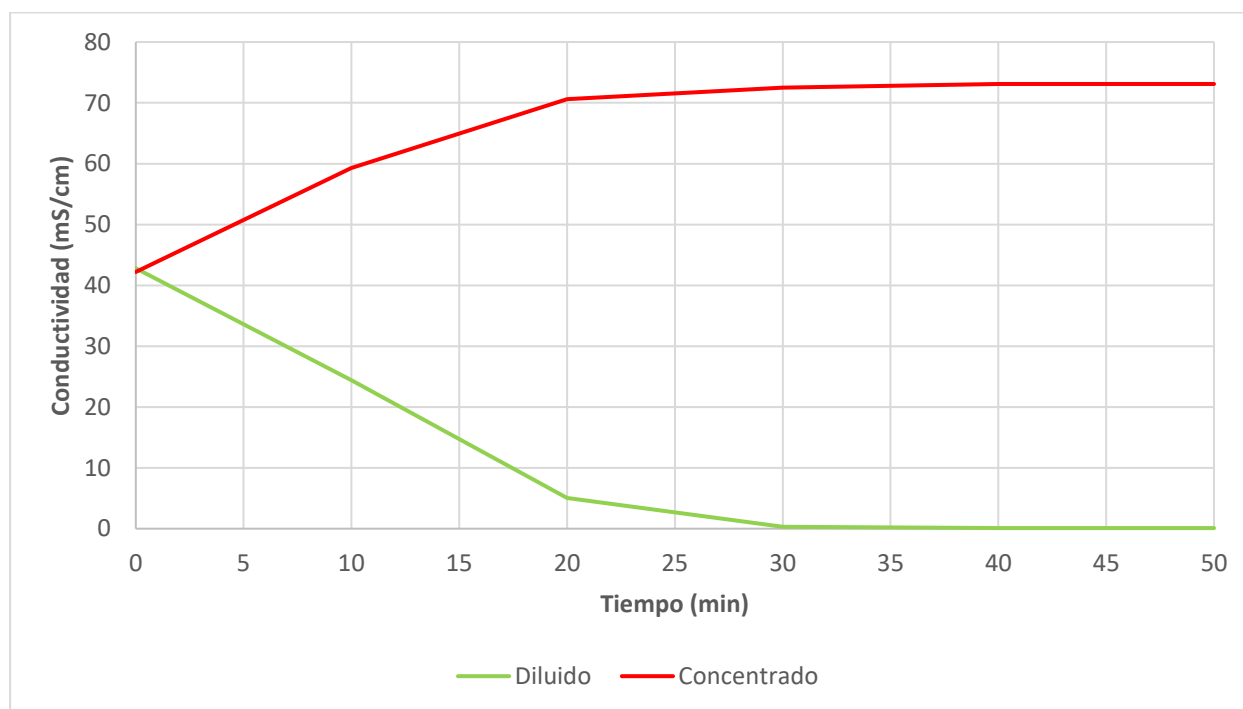


Figura 62. Conductividades en el ensayo propio



## 6 CONCLUSIONES

---

Se ha montado y puesto en marcha una instalación de laboratorio de ensayos de electrodiálisis y se ha comprobado que funciona de manera correcta, sin errores y consiguiendo una separación efectiva de sales del agua, con una tasa de desmineralización de hasta el 99,8%.

Se han elaborado protocolos de puesta en marcha, operación y apagado del sistema, comprobando su correcto desempeño en cada uno de los ensayos. También se han descrito en detalle los procedimientos para el montaje y desmontaje de la instalación, así como las condiciones de almacenamiento de las distintas partes de la instalación.

Mediante la búsqueda bibliográfica, se ha constatado la elevada cantidad de aplicaciones posibles que tiene esta tecnología, tanto actuales en un futuro próximo. Mención especial recibe la electrodiálisis con membranas bipolares, para la que se espera un gran número de aplicaciones debido a su gran versatilidad y posibilidades.

Observando los resultados obtenidos en los ensayos y los expuestos por el fabricante en sus manuales, se puede determinar que el sistema desarrollado en el presente trabajo tiene un funcionamiento adecuado y se obtienen unos resultados acordes a lo esperado.

Analizando los distintos ensayos se puede establecer que, para obtener tasas de desmineralización altas, trabajar con tensión constante requiere menor energía que hacerlo a intensidad constante.

De igual forma, según se ha visto en los ensayos trabajar con menor intensidad de corriente eléctrica se traduce en un menor consumo (en torno a un 45% menor) para obtener una tasa de desmineralización por encima del 60%, a costa de emplear alrededor del 40% más de tiempo para ello.

También se ha observado que tener una mayor concentración inicial de sales supone un mayor consumo de energía y más tiempo para conseguir tasas de desmineralización altas, pero se pueden conseguir igualmente altas (tener el doble de concentración inicial implica un aumento del consumo energético del 60% y un aumento del 65% del tiempo necesario para obtener una tasa de desmineralización del 98,5%).

Trabajar con mayor número de membranas permite tener mayores caudales entre los electrodos, lo cual influye en tener menores consumos energéticos para tasas de desmineralización altas y menores tiempos para conseguirlas. Trabajando con 10 pares de calles en lugar de 1, y aumentando en 5 veces los caudales de los circuitos de diluido y concentrado se consigue una reducción del 35% y del 70% de la energía y el tiempo necesarios respectivamente para obtener una tasa de desmineralización del 99%.



# 7 TRABAJO FUTURO

---

El presente trabajo es un acercamiento hacia la tecnología de electrodiálisis, y para la elaboración de un correcto método de trabajo. A partir de aquí, será necesario seguir ahondando en la operación en distintas condiciones iniciales.

Con un diseño de experimentos más amplio y estandarizado podrán obtenerse modelos matemáticos para predecir los resultados en la separación para distintas condiciones de operación, modelos para los flujos e incluso estimación de costes, ya sean energéticos o económicos. Todo esto permitirá realizar una optimización para las condiciones del proceso.

Se deberá seguir en el terreno de las membranas bipolares, que abren un amplio abanico de posibilidades para la investigación. Para ello será necesario modificar el sistema añadiendo un circuito adicional (serán necesarios 4 circuitos: el electrolito, el circuito de la alimentación a diluir, el circuito de la base y el circuito del ácido), y reestructurar el paquete de membranas, con la configuración descrita en el apartado de montaje (apartado 3.3.1.3).





# REFERENCIAS

---

- [1] American Water Works Association, «Electrodialysis and Electrodialysis Reversal,» de *AWWA MANUAL M38*, Denver, EEUU, 1995.
- [2] J. W. (Ed), «Demineralization by Electrodialysis,» *Butterworths Scientific Publications*, 1960.
- [3] V. Shaposhnik y K. Kesore, «An early history of electrodialysis with permselective membranes,» *Journal of Membrane Science*, vol. 136, pp. 35-39, 1997.
- [4] E. Maigrot y J. Sabates, «Apparat zur Läuterung von Zuckersäften mittels Elektrizität,» *Germ. Pat.*, nº 50443, 1890.
- [5] H. Morse y J. Pierce, *Z. Phys. Chem.*, vol. 45, nº 589, 1903.
- [6] J. Loeb y R. Beutner, *Biochem. Z.*, vol. 41, pp. 1-6, 1912.
- [7] W. Pauli y E. Yalko, «Elektrochemie der Kolloiden,» *J. Springer*, 1929.
- [8] E. Manegold y C. Kalauch, *Kolloid. Z.*, vol. 86, nº 93, 1939.
- [9] K. Meyer y W. Strauss, «La perméabilité des membranes VI, Sur la passage du courant électrique à travers des membranes sélectives,» *Helv. Chim. Acta*, vol. 23, pp. 795-800, 1940.
- [10] B. Van der Bruggen, «Advances in electrodialysis for water treatment,» *Materials, Processes and Applications*, pp. 185-203, 2015.
- [11] C. X. Jiang, Y. M. Wang, Z. H. Zhang y T. W. & Xu, «Electrodialysis of concentrated brine from RO plant to produce coarse salt and freshwater,» *Journal of Membrane Science*, vol. 450, pp. 323-330, 2014.
- [12] Y. Zhang, K. Ghyselbrecht, B. Meesschaert, L. Pinoy y B. Van der Bruggen, «Electrodialysis on RO concentrate to improve water recovery in wastewater reclamation,» *Journal of Membrane Science*, vol. 378, pp. 101-110, 2011.
- [13] V. Silva, E. Poiesz y P. van der Heijden, «Industrial wastewater desalination using electrodialysis: Evaluation and plant design,» *Journal of Applied Electrochemistry*, vol. 43, nº 11, pp. 1057-1067, 2013.
- [14] S. Tsukahara, B. Nanzai y M. Igawa, «Selective transport of amino acids across a double membrane system composed of a cation- and an anion-exchange membrane,» *Journal of Membrane Science*, vol. 448, pp. 300-307, 2013.
- [15] O. M. K. Read, M. Girones, W. Wiratha y K. Nijmeijer, «On the isolation of single basic amino acids with electrodialysis for the production of biobased chemicals,» *Industrial and Engineering Chemistry*

- Research*, vol. 52, n° 3, pp. 1069-1078, 2013.
- [16] C. Roblet, A. Doyen, J. Amiot y L. Bazinet, «Impact of pH on ultrafiltration membrane selectivity during electrodialysis with ultrafiltration membrane (EDUF) purification of soy peptides from a complex matrix,» *Journal of Membrane Science*, vol. 435, pp. 207-217, 2013.
- [17] A. Doyen, L. Saucier, L. Beaulieu, Y. Pouliot y L. Bazinet, «Electro separation of an antibacterial peptide fraction from snow crab by-products hydrolysate by electrodialysis with ultrafiltration membranes,» *Food Chemistry*, vol. 132, n° 3, pp. 1177-1184, 2012.
- [18] P. Xu, M. Capito y T. Y. Cath, «Selective removal of arsenic and monovalent ions from brackish water reverse osmosis concentrate,» *Journal of Hazardous Materials*, vol. 260, pp. 885-891, 2013.
- [19] L. Alvarado y A. Chen, «Electrodeionization: Principles, Strategies and Applications,» *Electrochimica Acta*, vol. 132, p. 583-597, 2014.
- [20] B. S. Rathi y P. S. Kumar, «Electrodeionization theory, mechanism and environmental applications. A review,» *Environmental Chemistry Letters*, vol. 18, p. 1209-1227, 2020.
- [21] A. Bethe y T. Toropoff, «Über elektrolytische Vorgänge an diaphragmen (Teil I),» *Z. Phys. Chem.*, vol. 88, p. 686-742, 1914.
- [22] A. Bethe y T. Toropoff, «Über elektrolytische Vorgänge an diaphragmen (Teil II),» *Z. Phys. Chem.*, vol. 89, p. 597-637, 1914.
- [23] T. Kressman y F. Tye, «The effect of current density on the transport of ions through ion-selective membranes, Discuss,» *Faraday Soc.*, vol. 21, n° 185, 1956.
- [24] K. Sollner, S. Dray, E. Grim y R. Neihof, «Electrochemical Studies with Model Membranes,» *Ion Transp. Across Membr., Revised, Academic Press*, pp. 144-188, 2013.
- [25] V. Frilette, «Preparation and characterization of bipolar ion exchange membranes,» *J. Phys. Chem.*, vol. 60, pp. 435-439, 1956.
- [26] F. D. Körösy y J. Shorr, «Process for the production of permselective membranes». Washington DC, EE.UU. Patente 3.388.080, 11 Junio 1966.
- [27] F. P. Chlanda, L. T. Lee y K. J. Liu, «Bipolar membranes and method of making same». Washington DC, EE.UU. Patente 4.116.889, 26 Septiembre 1978.
- [28] L. T. Lee y K. J. Liu, «Stable high performance bipolar membrane with cross-linked functional groups». Washington DC, EE.UU. Patente 4.355.116, 19 Octubre 1982.
- [29] K. Mani, F. Chlanda y C. Byszewski, «Aquatech membrane technology for recovery of acid/base values for salt streams,» *Desalination*, vol. 68, p. 149-166, 1988.

- [30] R. Pärnamäe, S. Mareev, V. Nikonenko, S. Melnikov, N. Sheldeshov, V. Zabolotskii, H. M. Hamelers y M. Tedesco, «Bipolar membranes: A review on principles, latest developments, and applications,» *Journal of Membrane Science*, vol. 617, p. 118538, 2021.
- [31] J. N. Shen, J. Huang, L. F. Liu, W. Y. Ye, J. Y. Lin y B. Van der Bruggen, «The use of BMED for glyphosate recovery from glyphosate neutralization liquor in view of zero discharge,» *Journal of Hazardous Materials*, vol. 260, pp. 660-667, 2013.
- [32] K. H. M. Ghyselbrecht, B. Van der Bruggen, R. Ballet, B. Meesschaert y L. Pinoy, «Desalination of an industrial saline water with conventional and bipolar membrane electro dialysis,» *Desalination*, vol. 318, pp. 9-18, 2013.
- [33] S. Asensio, A. Diaz, R. Alonso, I. Hurtado y E. Vandervorst, «Process for producing ammonia». Patente EP3006400B1, 2014.
- [34] M. Ali, M. Rakib, S. Laborie, P. Viers y G. Durand, «Coupling of bipolar membrane electro dialysis and ammonia stripping for direct treatment of wastewaters containing ammonium nitrate,» *Journal of Membrane Science*, vol. 244, p. 89-96, 2004.
- [35] K. A. Littau y F. E. Torres, «System and method for recovery of CO<sub>2</sub> by aqueous carbonate flue gas capture and high efficiency bipolar membrane electro dialysis». Washington DC, EE.UU. Patente 8.535.502, 17 Septiembre 2013.
- [36] Y. J. Lin, S. W. Snyder, M. C. Trachtenberg, R. M. Cowan y S. Datta, «Carbon dioxide capture using resin-wafer electrodeionization». Washington DC, EE.UU. Patente 8.506.784, 13 Agosto 2013.
- [37] M. Eisaman, D. Schwartz, S. Amic, D. Lerner, J. Zesch, F. Torres y K. Littau, «Energy-efficient electrochemical CO<sub>2</sub> capture from the atmosphere,» *Clean Technology*, pp. 175-178, 2009.
- [38] M. Eisaman, A. T. K. Parajuly, C. Eldershaw, N. Chang y K. Littau, «CO<sub>2</sub> extraction from seawater using bipolar membrane electro dialysis,» *Energy & Environmental Science*, vol. 5, p. 7346-7352, 2012.
- [39] A. Iizuka, Y. Yamashita, H. Nagasawa, A. Yamasaki y Y. Yanagisawa, «Separation of lithium and cobalt from waste lithium-ion batteries via bipolar membrane electro dialysis coupled with chelation,» *Separation and Purification Technology*, vol. 113, pp. 33-41, 2013.
- [40] E. H. Rotta, C. S. Bitencourt, L. Marder y A. M. Bernardes, «Phosphorus recovery from low phosphate-containing solution by electro dialysis,» *Journal of Membrane Science*, vol. 573, pp. 293-300, 2019.




# ANEXO I: HOJAS DE DATOS

Hoja de datos 1. Propiedades de las membranas [Manual PCCell]

<b>Membrana</b>	<b>PC SA</b>	<b>PC SK</b>	<b>PC MTE</b>
<b>Uso general</b>	Estándar	Estándar	Membrana final
<b>Tipo de membrana</b>	Aniónica	Catiónica	Catiónica
<b>Número de transferencia</b>	>0,95	>0,95	>0,94
<b>Coefficiente de resistividad (<math>\Omega \cdot \text{cm}^2</math>)</b>	~1,8	~2,5	~4,5
<b>Contenido en agua (%p)</b>	~14	~9	-
<b>Capacidad intercambio iónico</b>			
<b>Base fuerte (<math>\text{meq} \cdot \text{g}^{-1}</math>)</b>	ca 1,2	3	1,8
<b>Base débil (<math>\text{meq} \cdot \text{g}^{-1}</math>)</b>	ca 0,7	n/a	
<b>Temperatura máxima (<math>^{\circ}\text{C}</math>)</b>	60	50	40
<b>Estabilidad pH</b>	0 a 9	0 a 11	1 a 13
<b>Grosor (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	100 a 110	100 a 110	220
<b>Refuerzo</b>	Poliéster	Poliéster	Polietileno
<b>Forma iónica</b>	$\text{Cl}^-$	$\text{Na}^+$	$\text{Na}^+$


## Hoja de datos 2. Fuente de alimentación [Manual elc]

<b>Modelo AL 924A</b>	
	
<b>Fabricante</b>	elc
<b>Características</b>	
<b>Tensión</b>	Reglable de 0 a 30 V $\pm 3$ mV Reglaje fino $\sim 2,5$ V Reglaje $< 40$ mV variación carga 0 a 100% Reglaje $< 25$ mV variación de carga -5 a 5% Resistencia interna $< 4$ m $\Omega$ Ondulación residual $< 1,8$ mV eficaz Resolución 100 mV
<b>Intensidad</b>	Reglabes de 0 a 1 A ó de 0 a 10 A Regulación $< 20$ mA en función de la carga Regulación $< 50$ mA variación sector -10 a 5% Ondulación residual $< 10$ mA Resolución en 1 A: 10 mA Resolución en 10 <sup>a</sup> : 100 mA
<b>Alimentación</b>	230 V $\pm 10\%$ 50/60 Hz
<b>Consumo</b>	620 VA
<b>Nivel de ruido máximo</b>	52 dB (A)
<b>Dimensiones</b>	285x151x215 mm
<b>Peso</b>	10 kg
<b>Temperatura de uso / de almacenamiento</b>	5 a 40 °C / -10 a 50 °C

Hoja de datos 3. Bombas [Manual PCCell]

<b>Modelo NDP 25/4</b>	
	
<b>Fabricante</b>	ITS-BETZEL
<b>Características</b>	
<b>Caudal máximo</b>	25 L/min
<b>Altura máxima</b>	6,9 m
<b>Presión máxima</b>	2,5 bar
<b>Dimensiones</b>	300x380x160 mm
<b>Peso</b>	4 kg
<b>Grado de protección</b>	IP 42
<b>Temperatura de trabajo</b>	5 a 50 °C
<b>Alimentación</b>	230 V 50/60 Hz
<b>Consumo máximo</b>	150 W

## Hoja de datos 4. Balanza de precisión [Catálogo RADWAG]

<b>Modelo WLC 2/A2</b>	
	
<b>Fabricante</b>	RADWAG
<b>Características</b>	
<b>Máxima capacidad</b>	2 kg
<b>Legibilidad</b>	0,01 g
<b>Rango de tara</b>	-2 kg
<b>Repetibilidad</b>	0,01 g
<b>Linealidad</b>	±0,03 g
<b>Tiempo de estabilización</b>	3 s
<b>Calibración</b>	Externa
<b>Pantalla</b>	LCD (con retroiluminación)
<b>Dimensiones del platillo / del embalaje</b>	195x195 mm / 470x380x336 mm
<b>Masa neto / bruto</b>	2,8 / 4,3 kg
<b>Grado de protección</b>	IP 43
<b>Conectividad</b>	2xRS232, USB-A, USB-B
<b>Alimentación</b>	100-240 V AC 50/60 Hz + batería (15 h)
<b>Temperatura de trabajo</b>	15 a 30 °C
<b>Humedad relativa del aire</b>	10 a 85% sin condensación



Hoja de datos 5. Conductímetro [Catálogo WTW]

<b>Modelo LF 340i</b>	
	
<b>Fabricante</b>	WTW
<b>Características</b>	
<b>Rango conductividad</b>	0,0 $\mu$ S a 500 mS/cm
<b>Precisión</b>	$\pm$ 0,5%
<b>Sólidos disueltos totales</b>	0 a 1999 mg/L
<b>Salinidad</b>	0,0 a 70,0
<b>Temperatura</b>	-5,0 a 105,0 °C $\pm$ 0,1°C
<b>Resistividad</b>	0,000 a 1999 M $\Omega$ cm
<b>Alimentación</b>	Batería recargable
<b>Dimensiones</b>	172 x 80 x 37 mm
<b>Peso</b>	300 g aproximadamente

**Hoja de recogida de datos**

Nº de prueba:

Fecha:

**Condiciones iniciales**

Diluido	
Concentrado	
Electrolito	

Condición eléctrica:

Número de membranas:

**Datos**

Tiempo (min)	Diluido (mS/cm)	Concentrado (mS/cm)	Electrolito (mS/cm)	Voltaje (V)	Intensidad (A)	Vd (mL)	Vc (mL)	Ve (mL)

Comentarios:



