

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 389 171**

51 Int. Cl.:
B01D 65/10 (2006.01)
B01D 63/10 (2006.01)
B01D 61/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **11150429 .6**
- 96 Fecha de presentación: **29.07.2005**
- 97 Número de publicación de la solicitud: **2319612**
- 97 Fecha de publicación de la solicitud: **11.05.2011**

54 Título: **Método de ensayo de módulos de separación de membrana**

30 Prioridad:
31.08.2004 US 606065 P

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
23.10.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
23.10.2012

73 Titular/es:
DOW GLOBAL TECHNOLOGIES LLC (50.0%)
2040 Dow Center
Midland, MI 48674, US y
FILMTEC CORPORATION (50.0%)

72 Inventor/es:
JONS, STEVEN D.;
JOHNSON, JON E. y
FIALKOWSKI, MICHAEL A.

74 Agente/Representante:
DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 389 171 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Método de ensayo de módulos de separación de membrana.

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere a un método y a un dispositivo para evaluar la integridad de un módulo de separación o sistema de filtración. El método de esta invención es particularmente útil para módulos de hiperfiltración de arrollamiento en espiral y los sistemas que comprenden estos módulos. Los métodos de prueba rápidos de la invención mejoran la capacidad de detectar fugas y son útiles para comprobar la calidad por los fabricantes de módulos. Una realización también permite localizar las fugas en un sistema en funcionamiento sin interrupción del servicio. Una realización preferente determina la localización de fugas en un módulo o en un sistema de filtración, utilizando un ensayo no destructivo.

Antecedentes

15 La hiperfiltración es un proceso a través del cual se aplica una presión a un lado de una membrana semipermeable, provocando que un disolvente (normalmente agua) pase a través de la membrana mientras que un soluto (a menudo una sal) se retiene. Para superar la tendencia natural del disolvente a moverse de la baja concentración a la alta concentración, la presión aplicada debe superar la presión osmótica. Por esta razón, el término "hiperfiltración" se utiliza a menudo de forma intercambiable con el de "ósmosis inversa". A los efectos de la presente memoria, la hiperfiltración abarca tanto la ósmosis inversa (OI) como los procesos de nanofiltración (NF).

20 Las membranas de hiperfiltración más utilizadas habitualmente son las de una configuración de arrollamiento en espiral, ya que esta configuración permite empaquetar en un pequeño volumen una gran cantidad de superficie de membrana. En la figura 1 se ilustra un módulo (2) de arrollamiento en espiral típico. Una o más envolventes (4) de membrana y láminas (6) espaciadoras de alimentación se enrollan alrededor de un tubo (8) central de recogida de permeado. Las envolventes (4) constan de dos láminas (10) de membrana normalmente rectangulares alrededor de una lámina (12) de soporte de permeado. Lo habitual es que esta estructura de "sándwich" se mantenga unida mediante líneas (14) de encolado a lo largo de tres bordes (16, 18, 20) mientras que el cuarto borde (22) de la envoltura (4) linda con el tubo (8) de recogida de permeado de manera que la lámina (12) soporte de permeado esté en contacto de fluido con los pequeños orificios (24) que atraviesan el tubo (8) de recogida de permeado. La construcción de módulos de arrollamiento en espiral se describe más detalladamente en las patentes de EE UU números 5,538,642, 5,681,467 y 6,632,356, que se incluyen como referencia.

30 Las flechas grandes de la figura 1 representan las direcciones (26, 28) de flujo aproximadas en funcionamiento de la alimentación y el permeado. La dirección del flujo (26) de alimentación es desde el extremo (30) de entrada al extremo (32) de salida (rechazo) a través de la superficie frontal de la membrana (34). La dirección (28) del flujo de permeado es aproximadamente perpendicular a la dirección (26) del flujo de alimentación. Las vías y las velocidades de flujo reales varían de acuerdo con los detalles de construcción y las condiciones de funcionamiento. En condiciones típicas de operación, un módulo podría presentar velocidades de alimentación de 0,15 m/seg y velocidades de permeado cerca del tubo de 0,04 m/seg. Las velocidades de alimentación disminuyen desde el extremo (30) de entrada al extremo (32) de salida porque se pierde un poco de líquido de alimentación en el lado del permeado. En un módulo bien construido, las velocidades de permeado se incrementan de forma similar desde la línea de encolado trasera, donde se acercan a cero, hasta una velocidad máxima en el tubo de permeado.

40 Los módulos de arrollamiento en espiral se colocan generalmente en el interior de un recipiente a presión cilíndrico para la operación, como se ilustra en la figura 2. Es normal que se puedan combinar en serie hasta ocho módulos (2) de arrollamiento en espiral dentro de un recipiente (40) a presión. Los recipientes (40) a presión tienen orificios (42, 43) en ambos extremos para pasar alimentación axial a través de cada uno de los módulos (2) en serie y al menos un orificio (44) adicional para eliminar las soluciones de permeado. Los tubos (8) de recogida de permeado de los módulos (2) adyacentes están unidos por interconexiones (46) que tienen al menos un cierre (48) de permeado y el efecto es aproximadamente el de un módulo largo dentro de un recipiente (40). A los efectos de la presente memoria, la zona (50) de recogida de permeado del recipiente incluye el volumen rodeado por los tubos (8) en serie de recogida de permeado, sus interconexiones (46) y sus adaptadores (52) de los extremos del recipiente. (Los adaptadores (52) del recipiente se suelen unir al tubo (8) de recogida de permeado y a la tapa (54) del extremo del recipiente para permitir la salida de permeado del recipiente). Un recipiente a presión puede combinarse además en serie o en paralelo con otros recipientes a presión para crear un sistema de filtración de membrana.

55 Es típico que los fabricantes de módulos de hiperfiltración de arrollamiento en espiral ensayen los módulos individualmente y especifiquen un rechazo de sales al cabo de 20-30 minutos. Mientras que los pequeños cambios en el rendimiento realmente pueden continuar durante días o meses, los 20-30 minutos permiten realizar mediciones en condiciones que se aproximan a un estado estacionario. Para los módulos de agua salobre, un prueba común utiliza 2000 ppm de NaCl y aplica una presión de 225 psi. Los productos con agua de mar suelen probarse con 32000 ppm de NaCl y se aplica una presión de 800 psi. El módulo NF270 de Film Tec se prueba a 70 psi con 2000 ppm de MgSO₄. Un módulo "intacto", sin defectos de membrana o de construcción, suele presentar entre 0,3% y 3% de paso máximo de sal en estas pruebas estándar. Como quiera que la hiperfiltración permite algún paso de sal a

través incluso de membranas intactas, estas pruebas no son especialmente sensibles a los defectos macroscópicos que pueden derivarse de problemas en la construcción del módulo. Además, incluso cuando se observa un paso de sal elevado, estas pruebas estándar no proporcionan ninguna información sobre el tipo o el origen de un defecto.

5 Como indican las flechas de la figura 3, hay varias zonas particularmente propensas a fugas en la trayectoria del flujo de permeado. Las zonas de la parte posterior (60) y laterales (62, 64) de la lámina (12) soporte del permeado corresponden a líneas (14) de encolado defectuosas, lo que permite un camino de entrada directo de la alimentación al permeado. Una zona (66) cerca del borde colindante con el tubo (8) de recogida de permeado corresponde a la membrana doble y ha sido una fuente común de fugas, sobre todo en los módulos sometidos a ciclos de limpieza muy rigurosos y frecuentes. En los extremos de entrada y salida del módulo, cerca del tubo de permeado (8), las zonas (68, 70) que corresponden a inserción de fugas (donde una lámina se separa del módulo en construcción) pueden ocasionar el paso elevado de sal. La membrana en sí misma también puede tener normalmente un paso elevado de sal o puede tener defectos localizados como arañazos y pequeños agujeros, que pueden ocasionar el paso de líquido de alimentación a la zona (72) central de gran tamaño del canal de permeado.

15 La localización de defectos dentro de un módulo de arrollamiento en espiral puede ser difícil de discernir. En algunos casos, la autopsia y la muerte pueden revelar la posición de los defectos ("Manual de la autopsia de un elemento de membrana", Informe nº 17 del programa de la tecnología del tratamiento del agua, Oficina de reclamación EE UU, 1996). Sin embargo, la autopsia es un procedimiento destructivo y que consume tiempo, y el retraso asociado a la obtención de resultados significa que rara vez se concreta en información que se pueda utilizar para corregir un problema existente en la fabricación.

20 Los módulos de hiperfiltración son los más comúnmente utilizados para eliminar las sales del agua. Estas membranas eliminan también las impurezas específicas de mayor interés (por ejemplo Giardia, Cryptosporidium, virus). Por lo tanto, la hiperfiltración puede producir agua potable de las aguas superficiales al tiempo que limita la necesidad de desinfectantes. Estas membranas también se utilizan en el tratamiento de aguas residuales municipales para su reutilización potable directa e indirecta. Sin embargo, debido a los problemas sobre la integridad, la hiperfiltración es siempre una de las varias etapas utilizadas en el tratamiento de estas aguas y su impacto real en la eficiencia para eliminar partículas de mayor tamaño por lo general no está determinado.

25 La eliminación completa de cualquier sustancia mediante membranas requiere que toda el agua del producto pase a través del lecho de barrera y que el lecho de barrera está libre de defectos. J. Lozier et al. enseñan las zonas clave de paso de virus y quistes dentro de un módulo de hiperfiltración así como las imperfecciones en la lámina de la membrana, imperfecciones en el encolado o en los sellos en caliente de la lámina de la membrana y las imperfecciones en la membrana en la zona de unión al tubo de agua del producto. (J. Lozier, et al., "Eliminación de microbios y control de la integridad de membranas de alta presión", AWWA Fundación de investigación, 2003). La prueba de rechazo de sal estándar utilizada por los fabricantes no tiene la sensibilidad para detectar los defectos que son más propensos a pasar las partículas más grandes. Además, varias causas principales de fugas son externas a los módulos, en especial los conectores que unen los módulos adyacentes y que conectan los módulos a las tuberías externas. Se necesitaría un método de prueba efectivo a utilizar en sistemas para evaluar el módulo y todos los componentes que lo rodean. También sería ideal que la prueba no interrumpiera las operaciones del sistema, no solo porque resultaría una disminución de la productividad sino también porque los módulos de arrollamiento en espiral son más fiables cuando operan de forma continua.

30 En los últimos años, se han propuesto y demostrado una serie de métodos para probar la integridad de sistemas de UF, MF y OI, y se han revisado en varias publicaciones. Véase, por ejemplo, Lozier et al., op. cit.; M.M. Nederlof, et al., "La integridad de los elementos de membrana, recipientes a presión y sistemas", Desalinización, 113 (1997), 179-181; M. W. Chapman, et al., "Métodos de control de la integridad de sistemas de membrana de ósmosis inversa y nanofiltración", Informe de investigación 55 de desalinización y purificación de agua, Oficina de reclamación; y S. Adham, et al., "Control de la integridad de membranas de ósmosis inversa" Desalinización 119, (1998), 143-150.

35 La integridad de los módulos se evalúa con frecuencia mediante mediciones de flujo de aire. Estas pruebas de flujo de aire se basan normalmente en el método de punto de burbuja y las variaciones se han descrito en varias patentes. Véanse, por ejemplo, las patentes de EEUU números 6,202,475, 6,228,271, 6,324,898. Se aplica presión o vacío a un lado de la membrana, provocando que el aire fluya libremente a través de los agujeros grandes. Con los módulos de hiperfiltración, un método de prueba estándar es aplicar vacío en el lado del permeado de la membrana y observar cómo disminuye el paso de aire en este vacío con el tiempo. (ASTM D6908-03, "Práctica estándar para pruebas de integridad de sistemas de membrana para filtración de agua", ASTM internacional, West Conshohocken, PA, (junio 2003), 1-3). Esto puede hacerse con módulos mojados o secos. Sin embargo, este método estándar se limita generalmente a detectar agujeros de más de alrededor de 2 micras y debe dejarse temporalmente el sistema fuera de servicio para probarse. En algunos casos, las pruebas de flujo de aire pueden proporcionar información sobre la ubicación aproximada de fugas dentro de un sistema e incluso dentro de un módulo. Por ejemplo, presurizar el tubo de permeado de un módulo de hiperfiltración de arrollamiento en espiral húmedo puede dar lugar a burbujas en el extremo del rollo con posiciones indicativas de ciertos tipos de fugas. Sin embargo, este método requiere mucho tiempo y es difícil de automatizar y su sensibilidad es muy limitada por las bajas presiones requeridas para evitar la exfoliación de la membrana.

El documento US 20004/0104171 describe entre otros el uso de microesferas fluorescentes para monitorizar la integridad del módulo de membrana.

Laine et al. enseñan el uso de un sensor acústico para detectar fibras cortadas en sistemas UF. (Laine, J.M. et al., "Sensor acústico: una nueva técnica para controlar la integridad de la membrana de baja presión", Desalinización 119 (1998), 73-77). Una ventaja de esta prueba es que un sistema pueda continuar la producción de agua tratada mientras que el sistema se evalúa. Se pueden detectar agujeros de 0,5 mm de diámetro, pero la sensibilidad depende en gran medida del ruido de fondo ambiental; además, el proceso solo funciona durante la fase final de la filtración. Además, el método de Laine et al. proporciona alguna información de la ubicación aproximada de la fuga utilizando un sensor independiente en cada módulo. Sin embargo, no está claro que la percepción acústica pueda adaptarse eficazmente a atravesar los módulos de arrollamiento en espiral; sin duda no detectaría la amplia gama de tipos y tamaños de agujeros que están presentes en los módulos de filtración.

Se han utilizado una variedad de componentes naturales del agua de alimentación para controlar de forma continua anomalías en sistemas de membrana. Chapman et al. enseñan nuevos sistemas de indicadores de fugas que incluyen un mayor nivel de conteo de partículas, TOC, turbidez, TDS, aniones o cationes bivalentes, sustancias coloreadas detectadas a 455 nm y sustancias detectadas a 254 nm (orgánicas, ácidos húmico y fúlvico). El conteo de partículas es uno de los métodos más comunes empleados en sistemas de MF/UF, pero éste no sería tan apropiado para hiperfiltración cuando el agua de alimentación se ha pre-tratado. Para cada uno de estos métodos, la sensibilidad depende de los componentes en el agua de alimentación natural y su consistencia a lo largo del tiempo. Debido al cambio de membrana, el cambio de alimentación o el cambio de las condiciones del proceso, los pequeños cambios en el rendimiento son difíciles de percibir.

El estándar (D 6908-03) de la ASTM incorpora las enseñanzas de Chapman et al. y Lozier et al., en las que un aditivo bien rechazado, que se detecta fácilmente también en el permeado, se añade en la alimentación. Chapman probó las membranas de ósmosis inversa con Allura Red (FD&C#40). Lozier mezcló Rhodamine WT y microesferas fluorescentes de 0,02 micras en el sistema de alimentación. Como se recomienda en la norma ASTM, las muestras de permeado se recogieron después de que los módulos hubieran funcionado con alimentación probada durante un tiempo considerable para obtener condiciones relativamente estables. Las fugas del sistema fueron indicadas por una elevada proporción de permeado en la concentración de la alimentación. Chapman y Lozier encontraron ambos que las pruebas de colorante eran capaces de detectar algunas fugas grandes pero las pruebas no eran suficientemente sensibles para detectar todos los defectos de forma inequívoca. Para las membranas de hiperfiltración la sensibilidad de las pruebas de colorante está limitada por la difusión del colorante a través de la membrana y por problemas con los vertidos de alta concentración de la solución de rechazo. El uso de microesferas fluorescentes es prohibitivamente costoso en la actualidad. Estas pruebas de aditivación proporcionan un valor único para indicar el fallo y este número no da información sobre la ubicación de la fuga.

Particularmente cuando otras mediciones sugieren que hay razones para sospechar que un recipiente determinado de módulos de arrollamiento en espiral tiene problemas de integridad, un conducto de sondeo puede proporcionar un medio para localizar un problema en un módulo determinado. Una publicación ("FILMTEC Membranas: sondeo de sistemas de ósmosis inversa," DOW documento nº 609-00235-0404, Dow Chemical, Midland, MI, (nov, 1997), describe cómo se puede insertar un tubo en el recipiente, mediante una serie de tubos de permeado conectados, de manera que el agua se puede desviar y analizar a partir de una determinada sección de la zona de recogida de permeado del recipiente. Lamentablemente, el proceso es lento y requiere poner el sistema fuera de servicio si los adaptadores para el sondeo no están presentes.

Roth et al. "Sodium chloride stimulus response experiments in spiral wound reverse osmosis membranes: a new method to detect fouling", Desalination, 121 (1999) 183-193, sugieren usar pulsos de prueba de cloruro sódico, pero sólo para la detección de contaminación.

Existe la necesidad de un método mejorado de detección de fugas en módulos individuales de hiperfiltración de arrollamiento en espiral. Esta prueba debería ser especialmente sensible a los defectos de construcción de módulos macroscópicos que permiten el paso de virus y bacterias, pero también suficientemente sensibles para detectar pequeños agujeros que podrían incrementar el paso de sal. También existe una necesidad de un método que verifique la integridad de un sistema de hiperfiltración en campo, sin interrumpir la producción de agua. Para ambos casos, se desea que las pruebas sean más rápidas y tengan mayor sensibilidad que las opciones existentes. Preferiblemente, las pruebas deberían indicar la existencia de una fuga y también proporcionar información relativa a la ubicación y la causa de esta fuga.

Sumario de la invención

La presente invención proporciona un método y un aparato mejorados para evaluar rápidamente la integridad de un sistema de filtración. El método de esta invención se puede aplicar para probar ya sea un módulo único o un sistema de módulos y los métodos descritos se pueden realizar sin despresurizar un sistema. En una realización, se puede continuar la producción de agua potable durante el proceso de prueba.

Se ha descubierto que una mayor sensibilidad hacia los defectos es el resultado de las pruebas de los módulos de

arrollamiento en espiral mediante la introducción a la corriente de alimentación de un módulo de un pulso corto de un aditivo que es bien rechazado por la membrana y midiendo la concentración en función del tiempo del aditivo que resulta en la corriente de permeado. El resultado de la señal del permeado en función del tiempo se puede detectar, registrar y comparar con una referencia. En comparación con las pruebas de integridad convencionales realizadas cuando la concentración de permeado se encuentra en un estado casi estacionario, esta dependencia del tiempo de la señal del permeado puede proporcionar mejor diferenciación, permitiendo descubrir fugas más fácilmente. El método es aplicable para alimentar pulsos de aditivos añadidos durante un período de hasta cuatro minutos pero utiliza más preferiblemente duraciones de pulso sustancialmente más cortas de igual o inferior a dos minutos o incluso más preferiblemente igual o inferior a 40 segundos o igual o inferior a 5 segundos, para obtener las respuestas características del permeado de "intacto" y fuga de los sistemas de filtración. Utilizando una concentración de permeado de estado no estacionario se aumenta la señal de permeado frente a un contexto variable debido al corto intervalo de tiempo de medida y también se aumenta la señal porque la respuesta de los defectos se puede concentrar en un corto espacio de tiempo comparado con el paso de los aditivos a través de la membrana "buena". Además, un estado no estacionario permite altas concentraciones de aditivos para utilizarse en el pulso, incluso en los casos en donde la presión osmótica se aproxima o excede la presión aplicada. El método de esta invención tiene la ventaja adicional de permitir la recogida y reutilización de una fracción sustancial del aditivo rechazado.

Además se ha encontrado que la medición de la concentración de aditivo en varias posiciones a lo largo del tubo de permeado en el módulo proporciona una mayor sensibilidad a los defectos. La concentración en cada punto de medida a lo largo del tubo de permeado varía en función del tiempo, a medida que la alimentación con aditivo concentrada atraviesa la longitud del módulo y el permeado se desplaza hacia abajo por la lámina de soporte del permeado. Especialmente en combinación con un pulso corto de los aditivos, el dispositivo reivindicado puede proporcionar una sensibilidad sustancialmente mejorada a los defectos y puede permitir la localización y en algunos casos incluso la causa de defectos a comprobar en un ensayo no destructivo. Cuando se utiliza ya sea en un único módulo o en módulos múltiples en un recipiente, el dispositivo de sondeo se adapta preferiblemente para detectar fugas en los sellos de interconexión aguas arriba de un módulo. Cuando se utiliza en módulos múltiples dentro de un recipiente, la sonda se combina de forma más ventajosa con las interconexiones que impiden la constricción del diámetro interior de la zona de recogida del permeado del recipiente.

Breve descripción de las figuras

Los números de referencia en las figuras corresponden a los mismos números entre paréntesis en el texto de esta memoria.

La figura 1 es una vista en perspectiva de una sección parcial de un módulo de arrollamiento en espiral típico.

La figura 2 es una sección transversal parcial de un recipiente típico que contiene módulos en serie.

La figura 3 muestra una lámina soporte de permeado y un tubo colector de permeado, y las zonas comunes de fugas en la trayectoria del flujo de permeado están indicadas mediante flechas.

La figura 4 muestra un gráfico de concentración relativa de aditivo en la alimentación versus el tiempo e ilustra cómo se puede calcular la FWHM (anchura total a la mitad del máximo) de un pulso.

La figura 5 ilustra un recipiente que contiene tres módulos con áreas de sección transversal decreciente del espaciador de alimentación.

La figura 6 es un gráfico que muestra el cambio de la concentración del aditivo con el tiempo en la alimentación y permeado. Se han tomado muestras del líquido permeado en cuatro zonas diferentes dentro de un tubo (#1, #2, #6 y #7) colector de permeado del módulo. La concentración (#0) de la alimentación en función del tiempo se ha reducido en magnitud para aparecer a escala similar. Del mismo modo, con el fin de comparar las concentraciones relativas de las otras tres posiciones de permeado, las concentraciones relativas de la posición #1 se han reducido mediante un factor de 20.

La figura 7 muestra los perfiles de concentración de permeado de dos módulos. El módulo (A) con una fuga conocida manifestada por un pico de concentración más alto y un tiempo de elución máximo previo, comparado con un módulo (B) típico intacto.

La figura 8 compara los perfiles de concentración normalizada de permeado de dos módulos de NF, un módulo (C) "intacto" y uno con una fuga (D). Las pruebas de pulsos se han hecho con dos concentraciones, 0,7% y 1,5% de sulfato de sodio, y se han calculado las concentraciones relativas normalizadas de los permeados dividiendo las concentraciones medidas por la concentración máxima de alimentación para cada prueba.

La figura 9 muestra la superficie externa de un dispositivo con una sonda, que no es según la invención, que se puede usar para medir la concentración de aditivo en diversos puntos dentro de la zona de recogida de permeado del recipiente.

La figura 10 y la figura 11 son vistas de secciones que muestran un dispositivo con una sonda, que no es según la invención, que puede medir la conductividad en múltiples posiciones dentro de la zona de recogida de permeado del recipiente.

5 La figura 12 muestra los perfiles de concentración de permeado de un recipiente que contiene tres módulos de agua salobre, uno de los cuales tiene una fuga en un extremo, cerca de la superficie de sellado de una junta tórica. Durante el tiempo máximo de elución se ponen de manifiesto orientaciones diferentes y el orden de los módulos dentro del recipiente.

10 La figura 13 muestra los perfiles de concentración de permeado de un recipiente que contiene tres módulos de nanofiltración, antes y después de que fueran inducidas fugas en un módulo. Resultó un pulso de cinco segundos en respuesta a las fugas que estaban más concentradas en el tiempo que la respuesta observada en un sistema intacto.

15 La figura 14 muestra un gráfico de concentración relativa de aditivo en la alimentación versus el tiempo y el perfil resultante de la concentración en función del tiempo del permeado de un módulo. Aunque el paso total de $MgSO_4$ o $NaCl$ podría no haber sugerido un defecto, se descubrió una fuga accidental cerca de la parte trasera de una lámina de la membrana debido al perfil resultante de doble joroba del permeado.

Invención detallada

Esta invención proporciona un procedimiento para detectar defectos en un sistema de filtración de membrana que tiene al menos un módulo de hiperfiltración de arrollamiento en espiral en un recipiente, que comprende las tres etapas sucesivas de:

20 a. pasar un primer líquido de alimentación a través de la superficie de una membrana mientras se aplica una presión al citado primer líquido de alimentación de manera que se producen una solución de permeado y una solución de rechazo;

25 b. introducir un segundo líquido de alimentación bajo presión, conteniendo el citado segundo líquido un aditivo, siendo la concentración del citado aditivo al menos dos veces más alta en el citado segundo líquido comparada con la del citado primer líquido, y en el que el citado aditivo es una partícula fluorescente con un diámetro superior a 0,005 micrómetros y se caracteriza por que es rechazado al menos un 97% en las zonas de la membrana intacta;

30 c. introducir un tercer líquido de alimentación bajo presión, en el que la sucesiva introducción del citado segundo y tercer líquidos de alimentación da como resultado un pulso de aditivo, **caracterizado por** un perfil de la concentración en el tiempo para el citado aditivo que tiene una anchura total a mitad de máximo (FWHM) de menos de cuatro minutos, en donde FWHM es el espacio de tiempo que separa los extremos de subida y bajada de un pico de concentración de aditivo que están en la mitad del aumento máximo desde el pico hasta la línea base;

y que comprende además:

35 d. detectar y registrar la concentración relativa del citado aditivo dentro de la citada solución de permeado como una función del tiempo, y

e. evaluar la integridad del citado sistema de filtración mediante la comparación de la concentración registrada en función del tiempo del citado aditivo en la citada solución de permeado con una referencia.

40 Un aspecto de esta invención trata de que la integridad de un sistema de filtración que comprende al menos un módulo de arrollamiento en espiral sea evaluada mediante la operación del sistema bajo líquido a presión, como en la filtración, y haciendo que un pulso corto de un aditivo bien rechazado pase a través de la membrana. Este pulso se puede generar mediante el cambio entre las fuentes de alimentación líquida o mediante la inyección de una solución concentrada de aditivo en una solución de alimentación continua. En cualquier caso, un primer líquido de alimentación se sustituye por un segundo líquido de alimentación de concentración de aditivo más alta y el segundo
45 líquido de alimentación se sustituye por un tercer líquido de alimentación. (En la presente invención, sustituir el líquido de alimentación no requiere un flujo tipo pistón. Está, por ejemplo, dentro del alcance de esta invención que el líquido de alimentación dentro de un módulo puede contener componentes residuales procedentes de un líquido de alimentación anterior. También, el primer y tercer líquidos de alimentación pueden ser la misma solución). La duración del pulso resultante podría caracterizarse mediante un número cualquiera de maneras; se ha elegido la FWHM (anchura total a la mitad del máximo). Como se ve en la figura 4, esta FWHM es el intervalo de tiempo (80) que separa los bordes de la curva ascendente (82) y la descendente (84) de un pico de concentración de aditivo, medido entre los tiempos (86, 88) que corresponden a una concentración de aditivo que es la mitad (90) del incremento (92) máximo del pico (94) respecto a la línea base (96). En la mayoría de los sistemas, esta FWHM
50 corresponderá aproximadamente a la diferencia de tiempos entre eventos (por ejemplo, apertura/cierre de válvulas o arranque/paro de la bomba de inyección) que define la segunda alimentación.
55

- En una realización preferente la concentración máxima de aditivo en contacto con la membrana durante el pulso debería ser al menos el doble que la de los líquidos de alimentación original y final, aunque se prefiere mayoritariamente que el líquido de alimentación original no contenga ningún aditivo. Los promedios de aditivo al menos en el 97% de rechazo en zonas de membrana intacta durante la prueba corresponden aproximadamente al máximo del 3% de paso de sal en las pruebas estándar previamente mencionadas. Sin embargo, un rechazo mucho más alto (superior al 99%) proporcionaría mejor sensibilidad. Debido a que la polarización de la concentración del aditivo puede ser difícil de estimar con exactitud dentro de un módulo, este promedio de rechazo en la superficie de la membrana intacta se especifica como un rechazo aparente que cuenta para la concentración de la alimentación incrementada debido a la recuperación pero que no tiene en cuenta la polarización.
- Se ha descubierto que un pulso corto permite la oportunidad de distinguir entre algunos tipos de defectos. Cualquiera de los defectos en las zonas descritas en la figura 3 pueden alterar el flujo y la concentración de aditivo dentro del canal de permeado. Sin embargo, una prueba estándar combina el permeado de todas las zonas, por lo que todos los defectos se evidencian ellos mismos solamente como un incremento en el paso promedio de sal. Por el contrario, el perfil de elución después de un pulso corto puede diferenciar entre las zonas de fugas. Por ejemplo, las fugas en la línea de encolado trasera se tomarán bastante más tiempo para eluir desde el módulo que las fugas cerca del tubo de permeado. (El tiempo real de una fuga en la línea de encolado trasera para eluir depende de su tamaño, ya que su presencia modifica las trayectorias de flujo y las velocidades dentro del canal de permeado). Del mismo modo, se puede ver una diferencia en los perfiles de tiempo en las pérdidas que se originan cerca de los extremos de entrada y salida del módulo. Esta diferencia está provocada por el tiempo necesario para desplazar el líquido de alimentación a través del módulo y el tiempo necesario para que el líquido permeado salga del módulo por un extremo. En operación normal, domina este último efecto, pero sus impactos se pueden combinar mediante la eliminación del permeado por el lado de entrada del módulo. Los ejemplos muestran cómo los defectos localizados pueden evidenciarse a sí mismos como un discreto aumento en la concentración del permeado con el tiempo. Por el contrario, un módulo intacto hecho a partir de una membrana que tiene por lo general un paso más alto de aditivo puede esperar tener un perfil de tiempo bastante típico, aunque su magnitud de paso de aditivo será mayor de lo normal.
- Es deseable que la concentración de aditivo ya sea en la alimentación como en el permeado se detecte y se registre como una función del tiempo. (Grabar digitalmente esta señal como una función del tiempo permite que un ordenador procese y evalúe los resultados en comparación con una referencia). El pulso de alimentación debería tener un perfil de concentración en el tiempo caracterizado por una FWHM de menos de cuatro minutos, preferiblemente menos de dos minutos y más preferiblemente menos de un minuto. La señal de permeado se detecta y se registra preferiblemente a intervalos de menos de 10 segundos. Aún más preferiblemente, la señal se detecta y se registra a intervalos de menos de 2 segundos, especialmente desde el momento en que ésta puede necesitarse para determinar con exactitud la intensidad del pico. Utilizando solamente la concentración relativa en función del tiempo del aditivo dentro del permeado, es posible tener en cuenta las variaciones en el perfil que son características de los defectos. Se puede obtener información más precisa de las fugas mediante el uso adicional de la magnitud absoluta de esta señal (y relacionándola con la concentración de aditivo en la alimentación) y/o información más precisa acerca de la separación en el tiempo del perfil del pulso de permeado a partir del perfil del pulso de la alimentación.
- Para evaluar la integridad de un sistema de filtración (incluyendo un sistema compuesto de un solo módulo) se desea que los datos registrados se puedan comparar con una referencia. La referencia se puede obtener utilizando datos recopilados previamente en el mismo sistema (con los mismos recipientes y módulos) o utilizando datos recopilados previamente en uno o más sistemas básicamente equivalentes (sistemas con el mismo sistema de configuración básicamente y el mismo tipo de módulos que el sistema que se está evaluando). La referencia también se puede obtener utilizando el funcionamiento de módulos o recipientes "intactos", según lo determinado experimentalmente o mediante simulación por ordenador. Similar al software de simulación del sistema proporcionado por los fabricantes de módulos de hiperfiltración, un programa podría tener en cuenta preferiblemente condiciones de operación tales como el número de tipos de módulos en serie, flujo de agua en el recipiente y recuperación del recipiente. (Como se sobreentiende en la técnica, estas consideraciones pueden adoptar otras formas, tales como la presión aplicada y la permeabilidad de la membrana). Adicionalmente, el software de simulación utilizaría información sobre la duración de un pulso y más preferiblemente incorpora datos sobre el perfil de alimentación medido. Sobre la base de referencia, se puede evaluar la integridad de un módulo o sistema. Esta información se puede utilizar para dirigir la disposición adecuada de los módulos y determinar las acciones correctivas como garantía.
- Se ha encontrado que otra de las ventajas de evaluar módulos utilizando un pulso corto de concentración del líquido de alimentación es que se puede obtener una señal mejorada frente a los ratios de ruido. Cuando un módulo se evalúa de acuerdo con los métodos estándar, suele darse el caso de que el exceso de conductividad se debe a defectos medidos frente a una señal de fondo grande y diversa. La señal de fondo puede variar debido a la lixiviación de la sustancia conductora o debido a cambios en el rechazo de la membrana con el tiempo. De cualquier manera, una prueba utilizando un pulso corto de concentración de la alimentación puede ser menos sensible a los niveles de fondo diversos porque los cambios en la concentración del permeado se observan durante un tiempo mucho más corto. Del mismo modo, una alimentación pulsada rápidamente puede permitir una mayor sensibilidad a los defectos en sistemas de membrana compuestos de varios módulos. (Generalmente ha sido difícil detectar

defectos en sistemas mediante métodos de control convencionales porque las mediciones en continuo tomadas típicamente en campo son generalmente enmascaradas por las variaciones en la membrana, en la alimentación y en las condiciones del proceso).

5 Se ha encontrado que no se requiere obtener un funcionamiento estacionario para una prueba de integridad sensible. De hecho, el método de pulso transitorio de esta invención puede proporcionar en realidad una mayor sensibilidad en comparación a un funcionamiento en estado estacionario. Es conocido el cambio de rendimiento de los módulos de hiperfiltración con la duración de la prueba. Las pruebas estándar recomendadas y realizadas por los fabricantes de módulos de hiperfiltración requieren la medición del paso de la sal después de un período de calentamiento considerable, especificado normalmente como de 20 o 30 minutos, con el fin de poder medir el rendimiento de la membrana estabilizada. El nuevo método (D6908-03) de ASTM para evaluar la integridad con colorante sugiere que un sistema se debería rodar para lograr un rendimiento equilibrado, se debería agregar el colorante y luego especifica un tiempo adicional de 15 minutos para volver a adquirir el equilibrio antes de tomar muestras y de calcular el paso del colorante. También se da el caso de que una distribución en estado estacionario de la solución en la lámina soporte del permeado es impedida además en tiempos mucho más cortos por la necesidad de vaciar el canal de permeado. El tiempo necesario para hacer esto es inversamente proporcional aproximadamente al flujo de un módulo. En un módulo de arrollamiento en espiral típico que no tenga fugas operado a 5, 10 y 20 gfd (8,5, 17 y 34 l/m²h), tiempos de 4 minutos, 2 minutos y 1 minuto más o menos corresponden a dos veces el tiempo para pasar el 90% del permeado a lo largo de la longitud de la lámina de permeado y entrar en el tubo de permeado. Nuestra prueba propuesta con un pulso rápido de aditivo no requiere un calentamiento considerable y por lo menos en algunos casos, se cree que es más eficaz en la detección de defectos porque no se consigue el rendimiento del estado estacionario.

Otra ventaja de utilizar un pulso corto de aditivo es que se utiliza menos soluto en la prueba. El tiempo del pulso puede provocar la reducción del tiempo promedio de los niveles de descarga (residuos), en comparación con la prueba en estado estacionario. Además, cuando las concentraciones de la alimentación se limitan a un nivel de descarga promedio (incluso durante un período relativamente corto de tiempo), se pueden permitir pulsos cortos para concentraciones de la alimentación más altas y una mejor señal a ruido. El pulso corto también se traduce en una concentración promedio en el tiempo más baja de material en el permeado.

Un pulso corto además permite que la solución de rechazo durante un pulso de alta concentración de aditivo sea físicamente separada y puede permitir una recuperación considerable de aditivo. Por ejemplo, en un sistema de filtración con el 85% de recuperación, una duración corta de la solución del rechazo podría tener más de seis veces la concentración de la alimentación original y esta solución de rechazo se puede enviar a un tanque de almacenamiento para su reutilización. Las concentraciones realmente recuperables suelen ser menos debido a la menor recuperación del sistema y a la mezcla en los extremos del pulso. Además, la recuperación y reutilización de aditivo sería especialmente beneficiosa para las partículas fluorescentes costosas descritas anteriormente.

35 Otro aspecto de esta invención radica en que la concentración de aditivo en el permeado de un módulo de una membrana (MF, UF, NF, RO) o sistema puede aumentar antes de la detección por el paso de una muestra de esta corriente de permeado, representativa de la corriente de permeado entera, a través de un posterior aparato de filtración de alta recuperación. En este caso, la corriente de permeado muestreada se vuelve a presurizar, si es necesario, y se convierte en la alimentación a un aparato de alta recuperación. La corriente de rechazo del aparato de alta recuperación luego se envía al detector. Es deseable que la recuperación sea de al menos un 95% y más preferiblemente de al menos un 99%, resultando veinte veces y cien veces aumentada la señal del detector. La concentración de los aditivos es especialmente útil cuando la concentración original del permeado no es fácil de medir con exactitud, como por ejemplo cuando la concentración es menor de 100 veces o incluso menor de 20 veces el límite de detección.

45 La concentración de una corriente de toma de muestras de esta manera se puede lograr mediante un sistema sin salida o filtración de flujo cruzado. Dado que el aditivo está en forma de partículas, la filtración sin salida se puede usar para concentrar las partículas en un volumen del permeado tomado como muestra sobre la superficie de una membrana, y esta superficie se puede analizar posteriormente. Se puede lograr una sensibilidad especialmente elevada si se pueden contar las partículas fluorescentes individuales por separado. Un aparato de detección preferido que se puede usar junto con un pulso de alimentación incluiría líneas de muestreo que parten de las corrientes del permeado de uno o más recipientes, un medio automatizado para recoger muestras de permeado durante un tiempo especificado después de un pulso de alimentación, un depósito de almacenamiento para tener la muestra de permeado tomada de cada línea de muestreo, hojas de membrana planas separadas correspondientes a cada depósito que retengan los aditivos de la filtración sin salida, un medio para aplicar una diferencia de presión a través de cada hoja de membrana, y al menos un detector automatizado que cuantifica y registra la cantidad de aditivos retenidos en una superficie de una membrana. Como es importante que el tiempo de análisis sea rápido, es preferible que o bien cada línea de muestreo tenga un detector correspondiente o bien que un único detector se programe para cuantificar automáticamente el contenido de aditivo en varias superficies de membrana de manera secuencial. Si se emplea un aditivo fluorescente, que incluya un aditivo molecular que quede retenido en la membrana por adsorción, el detector automatizado incluye preferiblemente un láser de excitación, lo más preferiblemente cercano a 532 nm, y un filtro óptico que rechaza la luz de excitación dispersada y deja pasar

longitudes de onda mayores. Las partículas adsorbidas concentradas se pueden retirar de la superficie añadiendo una pequeña cantidad del disolvente adecuado antes de la medición.

La concentración de una corriente de toma de muestras por filtración de flujo cruzado, en comparación con la filtración mediante sistema sin salida, es más adecuada para un análisis de la concentración en tiempo real. Por lo tanto, una geometría de flujo cruzado se puede combinar ventajosamente con la medición de la dependencia del tiempo de la señal de permeado después de un pulso de concentración de aditivo. En una filtración de flujo cruzado a presión, la presión en la membrana de alta recuperación se puede mantener mediante una resistencia al flujo de rechazo, antes o después del detector. Alternativamente, el flujo a través de la membrana de alta recuperación se puede crear mediante la aplicación de vacío en el lado del permeado. Una membrana de MF o UF es especialmente adecuada para una filtración al vacío.

Un aparato para aumentar la señal a partir de una corriente de permeado muestreada puede utilizar membranas de OI, NF, UF o MF. Sin embargo, la membrana en el aparato de filtración de alta recuperación debe ser de muy alto rechazo del aditivo de interés. Una membrana de UF o MF puede ser apropiada para la concentración de algunas partículas, pero una membrana de hiperfiltración necesitará concentrar partículas más pequeñas y especialmente sales. El uso de un sistema de detección o un método que incorpora una membrana de NF de alta recuperación puede tener una particular ventaja cuando se utilizan para evaluar la integridad de sistemas de OI o NF.

Este método de determinar la concentración de un aditivo particular en el permeado después de concentrar una muestra del permeado con un aparato de filtración de alta recuperación se puede utilizar con una variedad de detectores diferentes y aditivos. Los métodos de detección incluyen, pero no se limitan a estos, las mediciones de TOC (Carbono Orgánico Total), turbidez, partículas, absorción de luz o fluorescencia. Se puede usar tanto con aditivos naturales como añadidos, pero añadir un aditivo a una corriente de alimentación puede a veces reducir el impacto en la variación de la calidad del agua y la deriva del instrumento a través del tiempo. Este método de detección más sensible es especialmente ventajoso cuando las regulaciones o los costes impiden una concentración de la alimentación más alta. Por ejemplo, un sistema de detección que incluye concentrar con una membrana de hiperfiltración de elevada recuperación o membrana UF, permite un uso más económico de partículas fluorescentes pequeñas que tienen un diámetro mayor que 0,005 micrómetros, que se pueden usar como sustitutos de los virus. Por el momento, el uso de microesferas fluorescentes se ha establecido que es demasiado costoso para los ensayos de integridad de sistemas.

En otra realización preferente la relación entre la alimentación y las cantidades de flujo de permeado para el aparato de alta recuperación es conocida de manera que se pueden calcular las concentraciones absolutas en la corriente de toma de muestras. Por lo tanto, es deseable que el flujo de permeado y el flujo de alimentación o el flujo de rechazo sean medidos. Sin embargo, si el aparato de alta recuperación se opera de una manera relativamente estable, también es posible que los resultados de diferentes mediciones se puedan comparar en términos relativos. Por ejemplo, la información útil se puede obtener a partir del perfil de tiempo cambiante dentro de una corriente de permeado que resulta de la introducción de un pulso de aditivos en la alimentación. Del mismo modo, puede resultar útil hacer comparaciones a partir de las diferencias aproximadas en fugas de aditivo entre módulos, recipientes o trenes dentro de un sistema de filtración.

En otra realización preferente el aparato de alta recuperación incluye un canal de alimentación de flujo cruzado que tiene una superficie de sección transversal considerablemente disminuida en el extremo de salida en comparación con la del extremo de entrada. Esto permite mantener las velocidades de alimentación altas a pesar de las deseadas recuperaciones muy altas. Las altas velocidades son beneficiosas para la finalidad de minimizar la polarización por concentración, y una sección transversal cónica puede además reducir la variación de los tiempos de residencia del fluido que podrían distorsionar por otra parte el perfil de concentración variable en función del tiempo de la corriente de rechazo. La superficie de sección transversal disminuye preferiblemente al menos por un factor cinco, más preferiblemente por al menos un factor 25. En una realización, el aparato de alta recuperación tiene un diseño por etapas, proporcionando el rechazo procedente de varios módulos la alimentación a un único módulo. En otra realización ilustrada en la figura 5, módulos que tienen diferentes áreas de sección transversal de espaciadores de alimentación se pueden combinar en serie en el interior de un recipiente (40) a presión. La corriente de toma de muestras de permeado entra en el recipiente por un orificio (42) en el extremo (100) de entrada del recipiente y se concentra mediante filtración dentro de los módulos (2) del canal de alimentación de áreas de sección transversal cada vez más pequeñas. Se desea que un medio (102) distribuidor entre los módulos (2) mejore la uniformidad del flujo de alimentación en el interior de los módulos y que un sello (104) de salmuera u otros medios impidan by-pases de los módulos de aguas abajo. La corriente de rechazo concentrada sale por un orificio (43) en el extremo (106) de salida del recipiente y un detector mide su concentración de aditivos. Esta realización y el diseño por etapas pueden utilizar ya sea lámina plana o membrana de fibra hueca.

En una realización especialmente preferente, se elimina una corriente de muestreo que se ha concentrado y se ha medido, como se ha descrito anteriormente, a partir de una zona concreta de una zona de recogida de permeado del recipiente utilizando un conducto de sondeo.

Otro aspecto de esta invención incluye medir simultáneamente la concentración de aditivo en al menos cuatro puntos dentro de la zona colectora de permeado del recipiente. Detectar y registrar la señal de varios puntos mejora

la sensibilidad a los defectos, como se ilustrará en los ejemplos. Las mediciones se pueden hacer dentro de la zona colectora de permeado o se pueden extraer simultáneamente corrientes de muestreo múltiples con conductos de permeado y mediciones hechas fuera de la zona colectora de permeado. Si la mediciones se llevan a cabo fuera de la zona colectora de permeado y se extraen muestras de permeado de un recipiente utilizando una pluralidad de conductos de sondeo, se prefiere que los flujos procedentes de diferentes conductos de permeado también se midan con el fin de que se puedan calcular los retrasos de tiempo relativos entre zonas. Es preferible hacer mediciones múltiples dentro de una zona colectora de permeado de un recipiente que hacer mediciones múltiples con conductos de sondeo porque 1) la pérdida de carga dentro de la zona colectora de permeado debida a la sonda se puede reducir, 2) es más fácil de obtener un mayor número de puntos de toma de muestras debido a las limitaciones de espacio dentro de un tubo estándar de permeado, y 3) se evitan los retrasos de tiempo asociados a la propagación a través de los conductos de sondeo. Si las mediciones se hacen dentro o fuera de la zona colectora de permeado, un recipiente con múltiples módulos se logra sondear con más facilidad cuando los conectores entre módulos no restringen el diámetro del flujo de permeado. Los conectores preferidos para utilizar con puntos de medición múltiples son los que tienen un sello axial (US 6,632,356) y aquellos con un sello radial que rodea el tubo de permeado.

Las figuras 9-11 ilustran un dispositivo de la sonda, que no es según la invención, que se puede utilizar para medir la concentración de aditivo en varios puntos dentro de la zona colectora de permeado del recipiente.

La figura 9 muestra la superficie (110) exterior de una sección de la sonda que se extiende por los tubos de permeado de dos módulos adyacentes. Los dos módulos mostrados se unen mediante un sello (48) axial de permeado que rodea el tubo (8) de permeado, como se describe en la patente US 6,632,356, de manera que el conector (46) no restringe el diámetro del flujo de permeado. Las aberturas (112) en la superficie (110) exterior de la sonda se alinean con los agujeros (24) del tubo de permeado y soportan la segregación de flujo a través de los agujeros (24) individuales respecto de la mayor parte del flujo dentro de la zona colectora de permeado. El diseño de la figura 9 incluye aberturas (114) adicionales aguas arriba de uno de los primeros agujeros (116) del permeado del módulo para detectar fugas en el sello (48) de permeado.

Las figuras 10 y 11 son vistas en secciones que ilustran uno de los medios preferidos para segregar la mayoría del flujo dentro de la zona colectora de permeado a partir del flujo de permeado a través de un conjunto específico de agujeros. En esta realización, cada célula se compone de un electrodo (118) exterior, un electrodo (120) interior y un espaciador (122) aislante que separa los dos electrodos y proporciona una vía al flujo de permeado a través de la célula. Un tubo exterior con aberturas sirve como electrodo exterior (118) y como estructura soporte para la sonda. Los cables (124) conectados a los electrodos cilíndricos interiores se extienden hasta uno de los extremos de la sonda y permiten medir la conductividad de cada célula fuera del recipiente. En la disposición mostrada, una célula de conductividad aguas arriba de un agujero (116) del tubo de permeado del primer módulo detecta fugas en un sello de permeado. La conductividad a partir de otras células se debe básicamente al paso de líquido a través de un conjunto de cuatro orificios del tubo de permeado, cada uno en la misma posición axial a lo largo del módulo. La figura 9 muestra dos módulos en serie. Sin embargo, con modificaciones para truncar la sonda, esta disposición de las células es especialmente ventajosa en las pruebas de integridad de un único módulo.

Ejemplo comparativo 1

Un módulo de hiperfiltración con arrollamiento en espiral de agua salobre funcionaba a 67 psi utilizando una alimentación de agua pura. Durante treinta segundos, la alimentación al módulo se cambió a una solución de 2000 ppm de $MgSO_4$. La fuente de alimentación se cambió de nuevo a agua pura y el pulso resultante de la concentración de aditivo en la alimentación, determinado mediante la medida de la conductividad en el extremo de entrada del módulo, tenía una FWHM de menos de 40 segundos. Las concentraciones de aditivo relativas en el pulso de la alimentación se muestran como #0 en la figura 6.

Dentro del tubo de permeado del módulo de arrollamiento en espiral, una sonda separaba permeado de zonas seleccionadas que corresponden a agujeros individuales en el tubo de permeado. La sonda consta de doce conductos (0,0125" de diámetro exterior) de más de un metro de longitud. La presencia de tantos conductos dentro del tubo de permeado provocaría un aumento considerable de la contrapresión en el módulo, aunque este incremento no se midió.

La figura 6 muestra concentraciones relativas medidas mediante muestreo de la conductividad de cuatro zonas diferentes (posiciones #1, #2, #6 y #7) dentro del tubo de permeado. Se midieron las cantidades de flujo a través de conductos individuales, de manera que se conocía el tiempo de retraso asociado con el flujo a través de pequeños conductos. El tiempo cero se ha ajustado para cada posición del conducto para eliminar este retraso.

Se conocía que en este módulo había una fuga de inserción en un extremo. En la posición #1, el permeado se recogió por el agujero en el tubo colector de permeado más cercano al extremo de entrada del módulo, y esta posición evidenció el mayor incremento de la concentración del permeado. También la posición #1 mostró los primeros picos en el tiempo, y su perfil temporal es similar al del líquido de alimentación. La posición #2 correspondió a una zona a sólo una pulgada de distancia de la posición #1. A pesar de su proximidad, la posición #2 no evidencia aumento temprano en la concentración y su perfil temporal fue muy similar al que se observó en otras

secciones "intactas" del módulo. También este módulo tenía un defecto en la línea de encolado de la parte trasera y su impacto se ve en las posiciones #6 y #7. La posición #7 muestra un gran aumento en la concentración de permeado en la última posición en el tiempo, bien alejado del de las zonas "intactas" del módulo. La posición #6 separaba permeado a sólo una pulgada de distancia, pero no evidenció un aumento considerable de la concentración. El perfil bimodal de la posición #6 tuvo un primer máximo que se desplazó ligeramente del de una zona "intacta" y un segundo pico que se eluyó en un momento mucho más tardío. En comparación con el pico de la posición #7, el segundo pico de la posición #6 resultó más tarde porque la fuga provocó diferentes velocidades del fluido en las diferentes zonas de la lámina portadora del permeado.

Ejemplo comparativo 2

- 10 Un módulo de hiperfiltración de agua de mar de arrollamiento en espiral (FilmTec SW30-2540) que tiene una fuga de inserción en un extremo fue probado con el método de la invención utilizando un pulso de aditivos en la alimentación. El pulso fue creado por sustitución temporal de agua pura con una solución de aditivos en la alimentación de 1700 ppm de $MgSO_4$. La FWHM del pulso fue ligeramente inferior a 40 segundos. La presión aplicada durante la prueba fue de 227 psi.
- 15 El módulo de 40 pulgadas de longitud fue probado con dos orientaciones diferentes. En una primera prueba el módulo se orientó en relación al recipiente a presión de manera que la fuga de inserción estuviera en el extremo de entrada. Se eliminó todo el permeado del extremo de entrada del módulo. En una segunda prueba, el módulo se ha invertido de manera que la fuga estuviera en el extremo más alejado del extremo de entrada y del extremo del permeado eliminado. La segunda prueba evidenció un retraso de diez segundos en la posición del pico en relación a
- 20 la posición del pico observada en la primera prueba. Se cree que este retraso fue debido a este cambio de orientación del módulo.

Ejemplo comparativo 3

- 25 Se probaron veinte módulos de agua de mar de arrollamiento en espiral (FILMTEC SW30-2540) utilizando el método de la invención a 150 psi de presión aplicada con un pulso de aditivo. El agua pura fue reemplazada temporalmente con un pulso teniendo la FWHM menos de 40 segundos. En su pico de concentración, este pulso de la alimentación era aproximadamente de un 3% de $MgSO_4$, resultando un fuerza osmótica de alrededor de 100 psi. La conductividad fue utilizada para medir la concentración del permeado y se registró como una función del tiempo durante la prueba de pulso.
- 30 Los módulos "intactos", como se determinó en las últimas pruebas estándar con agua de mar (3,2% de NaCl, 800 psi) evidenciaron similares perfiles temporales para el $MgSO_4$ en el permeado. La figura 7 muestra un perfil temporal para un módulo (A) con fuga y para un módulo (B) "intacto". El módulo con fuga presentó un pico de concentración más alto y un pico de tiempo de elución más temprano, indicativos ambos individualmente de un defecto. En este ejemplo, también se puede obtener una mejor sensibilidad a los defectos restando el perfil temporal de un módulo "intacto" típico del observado para un módulo con fuga.

Ejemplo comparativo 4

- 35 Dos módulos FILMTEC NF-2540 fueron probados utilizando la prueba estándar del fabricante para este tipo de módulo (2000 ppm de $MgSO_4$ a 150 psi de presión aplicada). El paso de $MgSO_4$ para el Módulo C fue del 0,5% y para el Módulo D fue del 1,6%. Usando una prueba de la burbuja, se determinó que el Módulo D tenía una fuga de inserción.
- 40 Se introdujeron aditivos en cada módulo a una presión aplicada de 75 psi con un pulso de sulfato de sodio teniendo una FWHM menor de 40 segundos. Se eligió el sulfato de sodio porque tiene un buen rechazo en membrana intacta y porque su presión osmótica es relativamente alta para una concentración dada de sustancias a base de sulfatos. Cada módulo fue probado dos veces, una vez con una concentración de alimentación máxima en el pulso del 0,7% y otra vez con una concentración de alimentación máxima en el pulso del 1,5%. Debido a que una solución al 1,5% de sulfato de sodio tiene una presión osmótica superior a los 75 psi, la línea de permeado fue sumergida en un depósito de permeado durante la prueba; esto impidió el vaciado de la línea de permeado debido al flujo inverso durante el pulso.
- 45 La figura 8 muestra los resultados de las pruebas del pulso en ambas condiciones. Las concentraciones relativas normalizadas en función del tiempo del permeado se calcularon dividiendo las concentraciones medidas del permeado por la concentración máxima de la alimentación en la prueba. Los datos para las concentraciones de permeado se obtuvieron mediante la medición de la conductividad del permeado a intervalos de 5 segundos. La figura 8 ilustra que este intervalo es demasiado largo para cuantificar con precisión la altura del pico máximo para el Módulo D al 1,5%. Aún así, este ejemplo mostró una concentración normalizada máxima cuando se probó el Módulo D con sulfato sódico al 1,5%. La relación de la concentración normalizada máxima del Módulo D (con pérdida) al
- 50 Módulo C ("intacto") fue también mayor para las pruebas con sulfato sódico al 1,5%.
- 55

Ejemplo comparativo 5

Un módulo de agua salobre (FILMTEC TW30-2540) se probó para el paso de la sal en estado estacionario utilizando condiciones de prueba estándar, (225 psi, NaCl al 0,2%) y utilizando entonces una prueba de pulso de la invención. La prueba de pulso se llevó a cabo mediante el cambio de depósitos durante 30 segundos mientras que el mantenimiento de 150 psi de presión aplicada daba como resultado un pulso de alimentación de una FWHM de poco más de 30 segundos. La prueba de pulso fue realizada mediante la sustitución temporal de agua pura con un 3% de $MgSO_4$, y la conductividad del permeado se midió y registró como una función del tiempo.

El paso de la sal en estado estacionario medido según la prueba estándar fue del 0,48%, y la prueba de pulso dio como resultado una conductividad del permeado con un pico de 91 μmho . Fue utilizado un perno para crear un pequeño defecto en una de las láminas del módulo y se realizaron de nuevo las pruebas. La prueba estándar mostró un pequeño aumento del paso de la sal, hasta el 0,75% de paso, pero la prueba del pulso dio como resultado una conductividad sorprendentemente grande con un pico de 1246 μmho . El rechazo máximo permitido para los módulos TW30-2540 utilizando la prueba estándar es del 2%, por lo que la prueba estándar no hubiera recogido este defecto.

Ejemplo comparativo 6

Se simuló una fuga de la junta tórica en el extremo de un módulo (FILMTEC TW30-2540) mediante la realización de un pequeño agujero a través de la pared del tubo de permeado cerca de aquel extremo. El paso de NaCl por ese módulo durante una prueba estándar aumentó desde 0,6% hasta 2,6%. Este módulo y dos similares, pero no dañados, fueron cargados en serie dentro de un recipiente a presión. El tiempo requerido para que el primer borde del pulso de la alimentación atravesara desde el extremo de entrada hasta el de salida el primero de los tres elementos (es decir, el elemento dañado) fue de aproximadamente 10 segundos; y fueron estimados tiempos ligeramente más largos por los dos últimos elementos en serie. El sistema fue examinado con una prueba de pulso de la invención mediante el cambio del agua de alimentación de la OI a una solución del aditivo $MgSO_4$ durante 5 segundos; el recipiente tiene una configuración de flujo cruzado, permitiendo salir al permeado por el mismo extremo que la entrada de alimentación. El permeado se retiró del extremo de entrada de la alimentación del recipiente. Luego la posición y orientación del módulo dañado fue cambiada en el interior del recipiente, y se realizó una nueva prueba de pulso. Se continuó volviendo a realizar la prueba con el módulo dañado en una posición diferente de manera que pudiera examinarse el impacto de la fuga potencial desde cuatro posiciones. Dos de estas posiciones presentaron fugas en juntas tóricas de las posiciones del conector del módulo mientras que dos posiciones presentaron fugas en juntas tóricas cerca de las posiciones del adaptador final del recipiente. La figura 12 muestra que las fugas en cada una de las cuatro posiciones provocaron un tiempo diferente dependiendo de la señal de permeado.

Ejemplo comparativo 7

Se montaron en serie tres módulos de nanofiltración en un recipiente a presión y operado a 19,3 L/m²/h de promedio, 60 psi y el 33% de recuperación. El agua de alimentación contenía una gran variedad de iones y tenía una conductividad de 569 μmho . Durante la operación continua, el permeado combinado procedente de estos módulos de nanofiltración tenía una conductividad de 207 μmho . Se realizó una prueba de pulso de la invención mediante la introducción de un pulso de cinco segundos de sulfato sódico. La figura 13 muestra el resultado de la conductividad del permeado en función del tiempo en el sistema (E) original, y también para el mismo sistema después de que se crearan fugas posteriormente en una junta tórica (F) y en el extremo posterior de una lámina (G). Aunque las fugas inducidas causaron pequeños cambios en la conductividad del permeado medida durante la operación estándar, como se indica en los bordes izquierdo y derecho de la gráfica, el impacto de cada fuga se evidenció durante la prueba de pulso. Debido a que cada fuga se concentró dentro de un corto período de tiempo, mientras que el paso a través de módulos "buenos" se alargó más tiempo, la sensibilidad a las fugas se aumentó.

Ejemplo comparativo 8

Se examinó un módulo FILMTEC BW400 utilizando un pulso de $MgSO_4$ que tenía una FWHM de 30 segundos. Las concentraciones relativas en el pulso (J) de alimentación y el resultado del perfil (K) del permeado en función del tiempo se muestran en la figura 14. En la figura, las señales del permeado se multiplicaron por un factor 100. Al comparar el perfil del permeado con el resultado procedente de módulos "buenos", se reconoció que el primer pico en el tiempo corresponde al paso de $MgSO_4$ a través de una membrana "buena" y el segundo pico en el tiempo fue debido a un defecto. Este módulo tuvo mejor promedio de rechazo de NaCl en la prueba estándar y el paso total de $MgSO_4$ después del pulso estuvo dentro de un intervalo normal para la prueba de pulso. Sin embargo, el perfil de la señal de permeado en función del tiempo indicó una fuga y ésta fue verificada mediante la autopsia del módulo.

REIVINDICACIONES

- 1.- Un procedimiento para la detección de defectos en un sistema de filtración de membrana que tiene al menos un módulo de hiperfiltración de arrollamiento en espiral en un recipiente, que comprende las tres etapas sucesivas de:
- 5 a. pasar un primer líquido de alimentación a través de la superficie de una membrana mientras se aplica una presión al citado primer líquido de alimentación de manera que se producen una solución de permeado y una solución de rechazo;
- 10 b. introducir un segundo líquido de alimentación bajo presión, conteniendo el citado segundo líquido un aditivo, siendo la concentración del citado aditivo al menos dos veces más alta en el citado segundo líquido comparada con la del citado primer líquido, y en el que el citado aditivo es una partícula fluorescente con un diámetro superior a 0,005 micrómetros y se caracteriza por que es rechazado al menos un 97% en las zonas de la membrana intacta;
- 15 c. introducir un tercer líquido de alimentación bajo presión, en el que la sucesiva introducción del citado segundo y tercer líquidos de alimentación da como resultado un pulso de aditivo, **caracterizado por** un perfil de la concentración en el tiempo para el citado aditivo que tiene una anchura total a mitad de máximo (FWHM) de menos de cuatro minutos, en donde FWHM es el espacio de tiempo que separa los extremos de subida y bajada de un pico de concentración de aditivo que están en la mitad del aumento máximo desde el pico hasta la línea base;
- y que comprende además:
- 20 d. detectar y registrar la concentración relativa del citado aditivo dentro de la citada solución de permeado como una función del tiempo, y
- e. evaluar la integridad del citado sistema de filtración mediante la comparación de la concentración registrada en función del tiempo del citado aditivo en la citada solución de permeado con una referencia.
- 2.- El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el citado pulso del aditivo dentro del citado módulo se caracteriza por una FWHM de menos de dos minutos y la citada concentración relativa del citado aditivo dentro de la citada solución de permeado se detectan y registran a intervalos de menos de 10 segundos.
- 25 3.- El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el citado pulso del aditivo dentro del citado módulo se caracteriza por una FWHM de menos de cinco segundos y la citada concentración relativa del citado aditivo en la citada solución de permeado se detectan y registran a intervalos de menos de 1 segundo.
- 30 4.- El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el citado sistema de filtración comprende un recipiente que contiene al menos tres módulos de hiperfiltración en serie.
- 5.- El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el pulso de aditivo tiene un primer borde que es el resultado de la introducción del citado segundo líquido de alimentación y el FWHM del pulso de aditivo es inferior al tiempo requerido para que el primer borde del pulso de aditivo atraviese la longitud del módulo.
- 35 6.- El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la citada solución de rechazo se separa físicamente para permitir la recuperación sustancial del aditivo en los tiempos que corresponden a alta concentración del citado aditivo en la citada solución de rechazo.
- 7.- El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el citado aditivo en la citada solución de rechazo separada se utiliza para producir un pulso posterior del aditivo que pasa a través de la superficie de la citada membrana.
- 40 8.- El procedimiento de la reivindicación 1, en el que un volumen de muestra representativo de dicha disolución de permeado se concentra usando un aparato de membrana de alta recuperación de manera que la concentración del aditivo se incrementa en un factor de al menos veinte antes de la etapa de detección.
- 9.- El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el citado proceso comprende además la medición de las concentraciones relativas del citado aditivo procedentes de al menos cuatro puntos dentro de la citada zona colectora del permeado del recipiente.
- 45 10.- El procedimiento de la reivindicación 1, en el que un detector mide el perfil de concentración con el tiempo para dicho aditivo en la alimentación.
- 11.- El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el citado aditivo se detecta mediante fluorescencia.

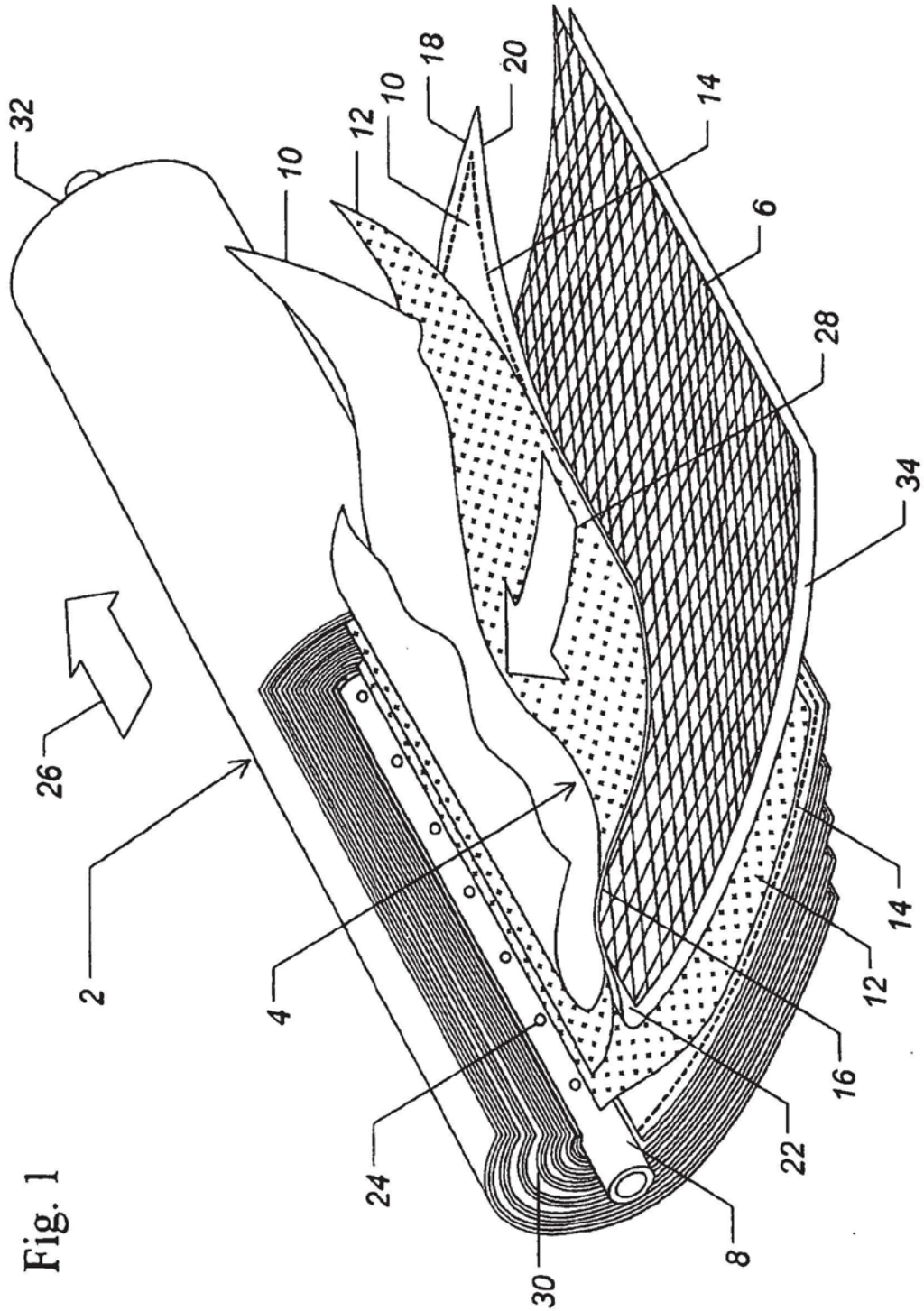


Fig. 2

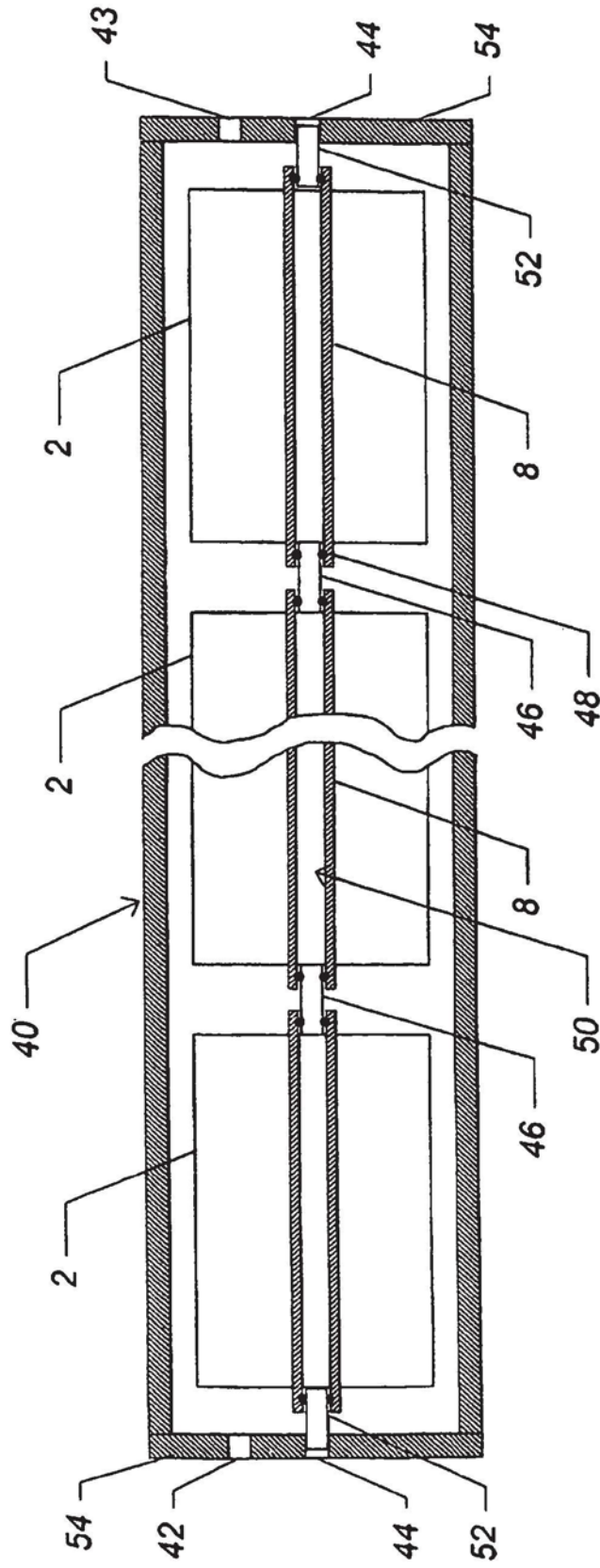


Fig. 3

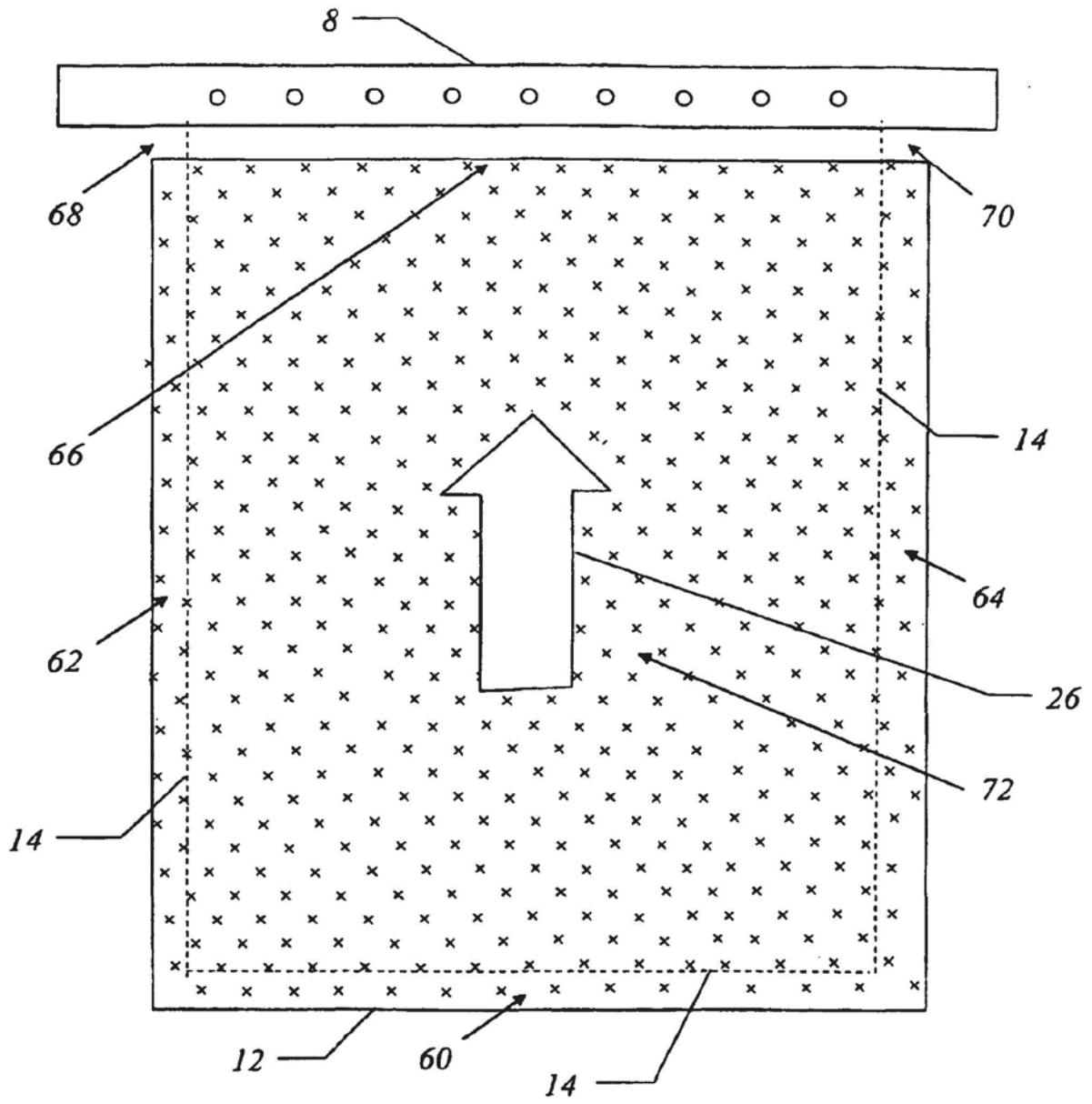


Fig. 4

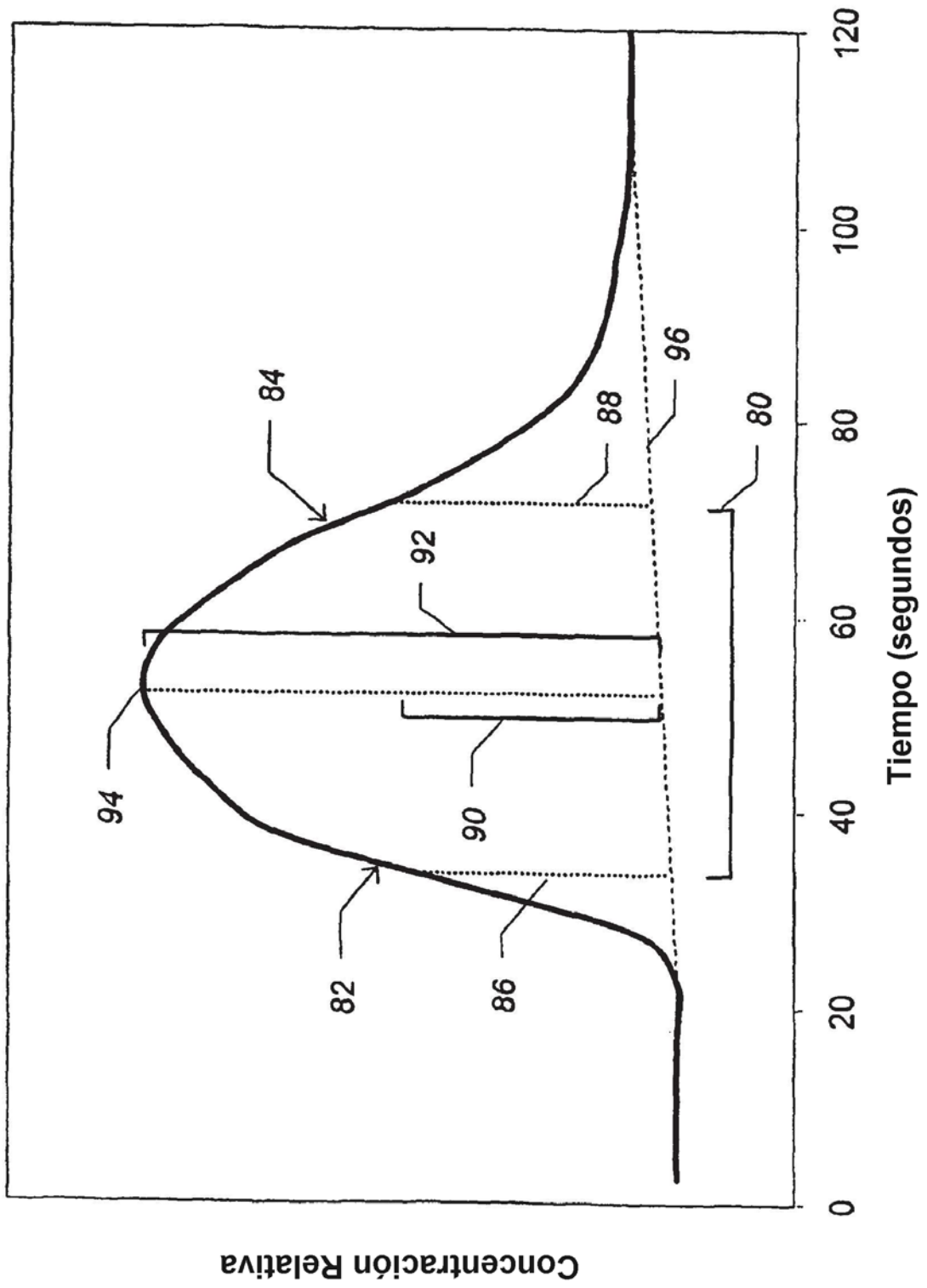


Fig. 5

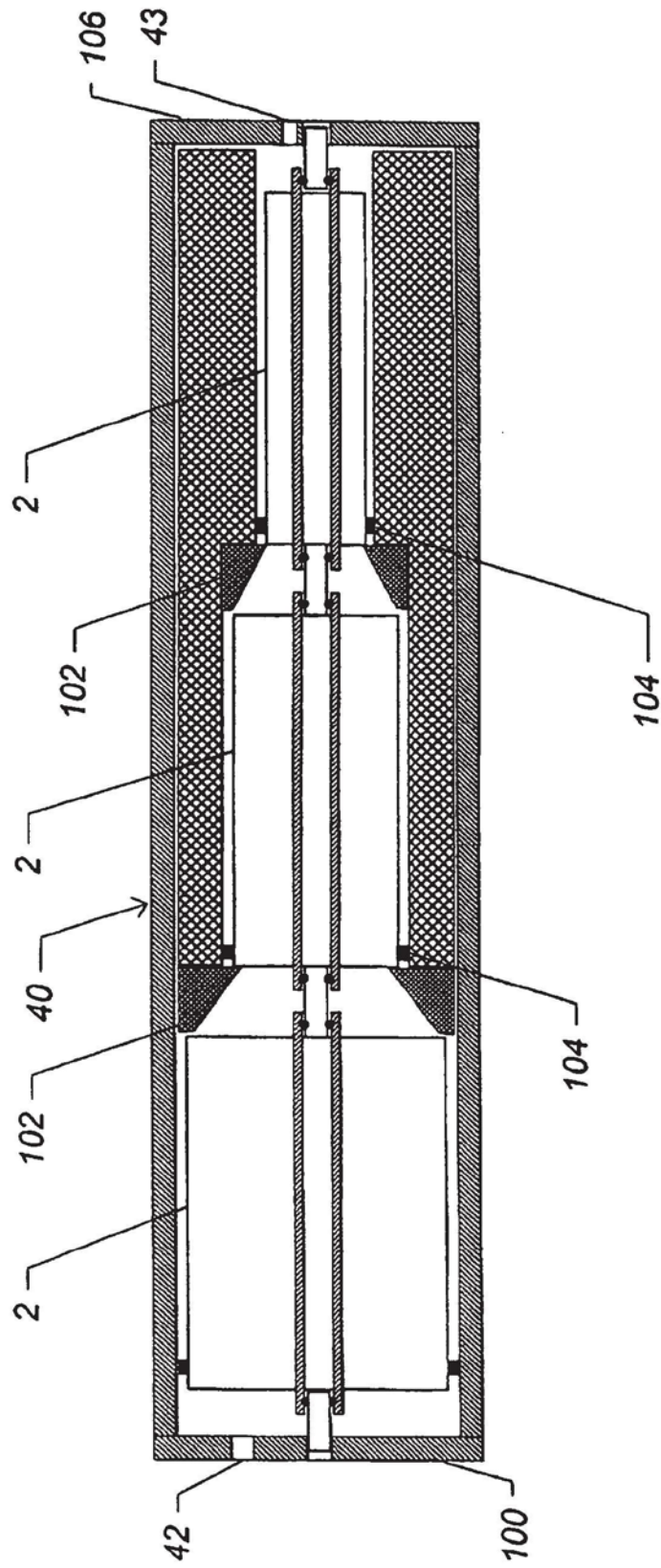


Fig. 6

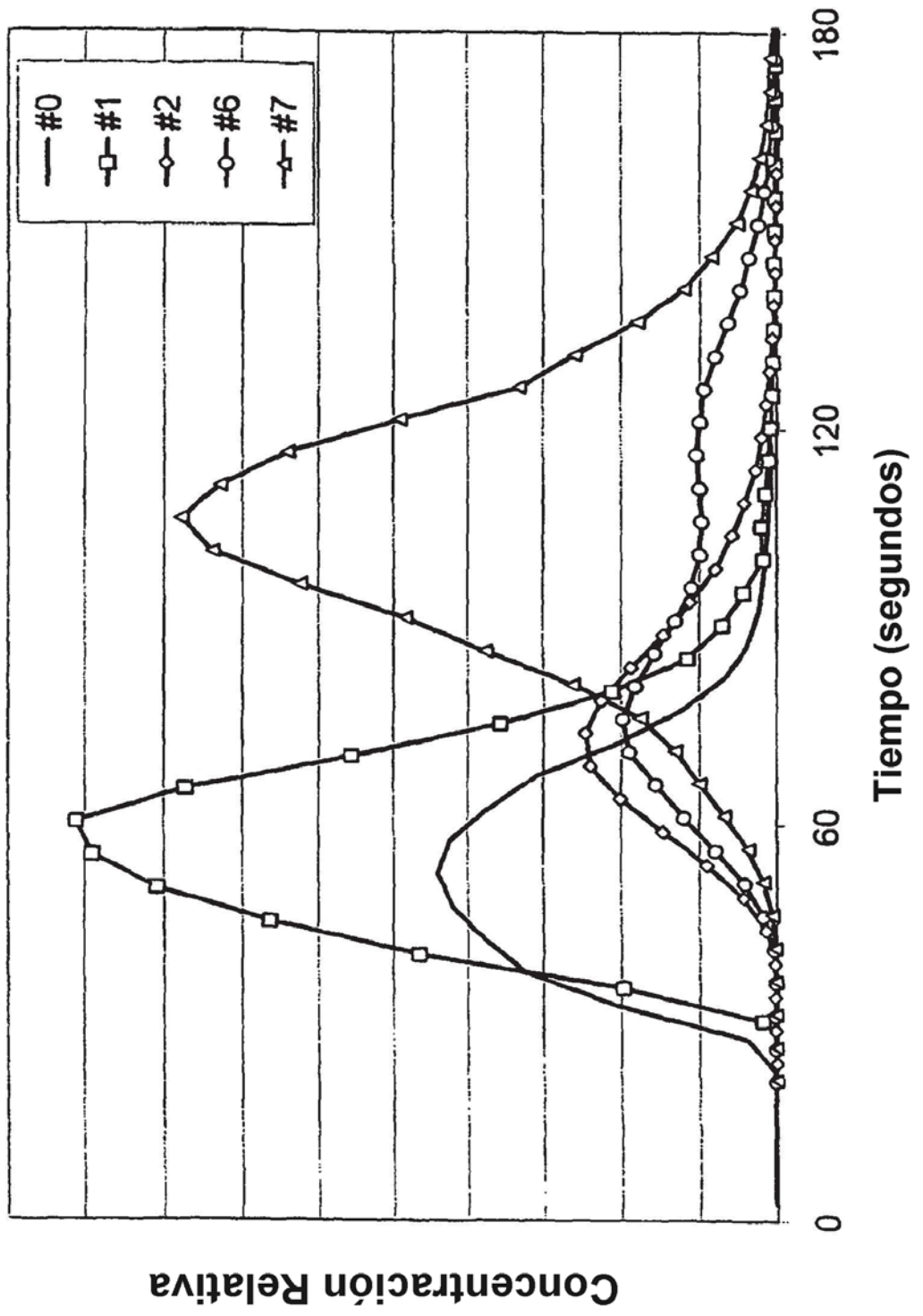


Fig. 7

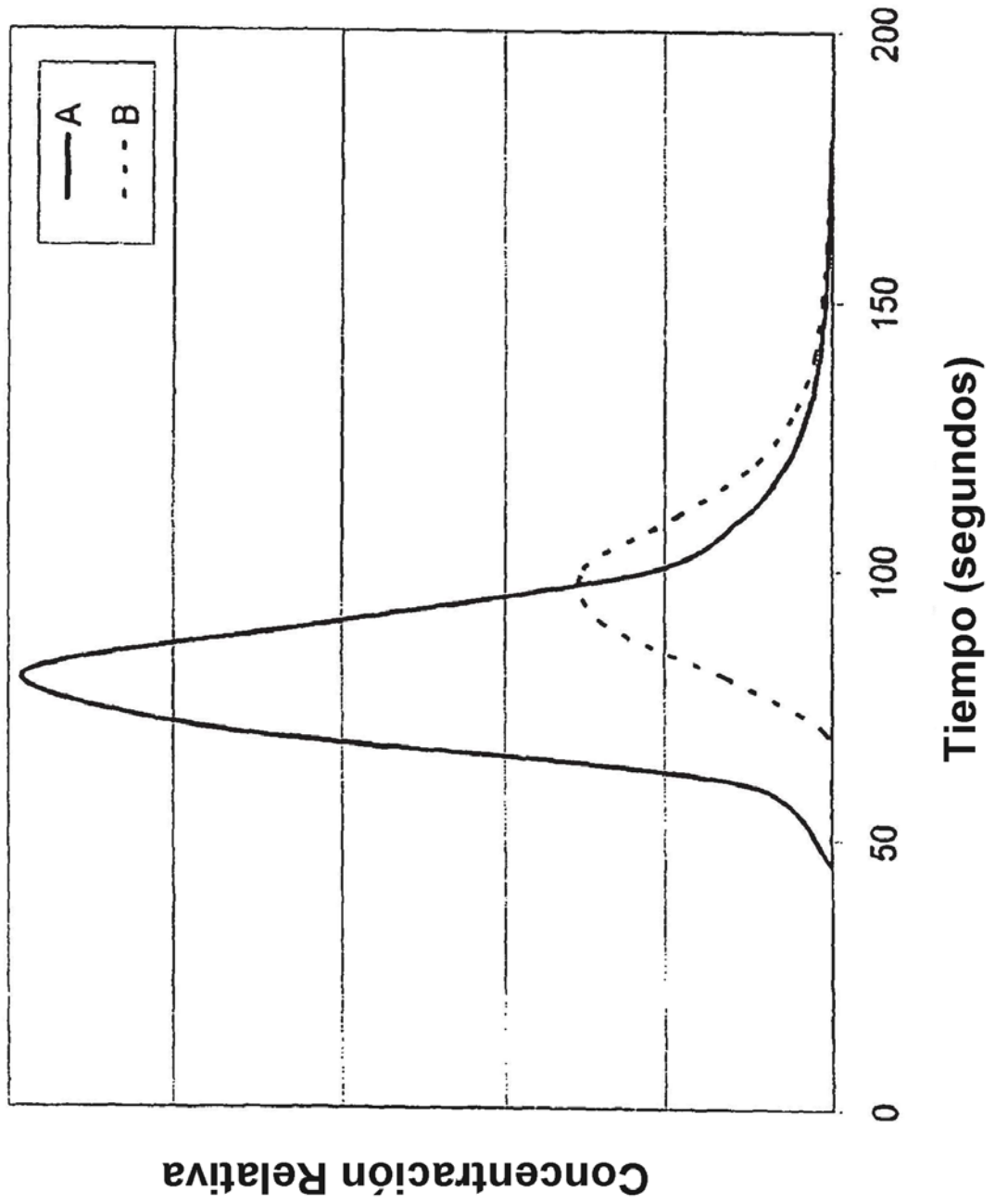


Fig. 8

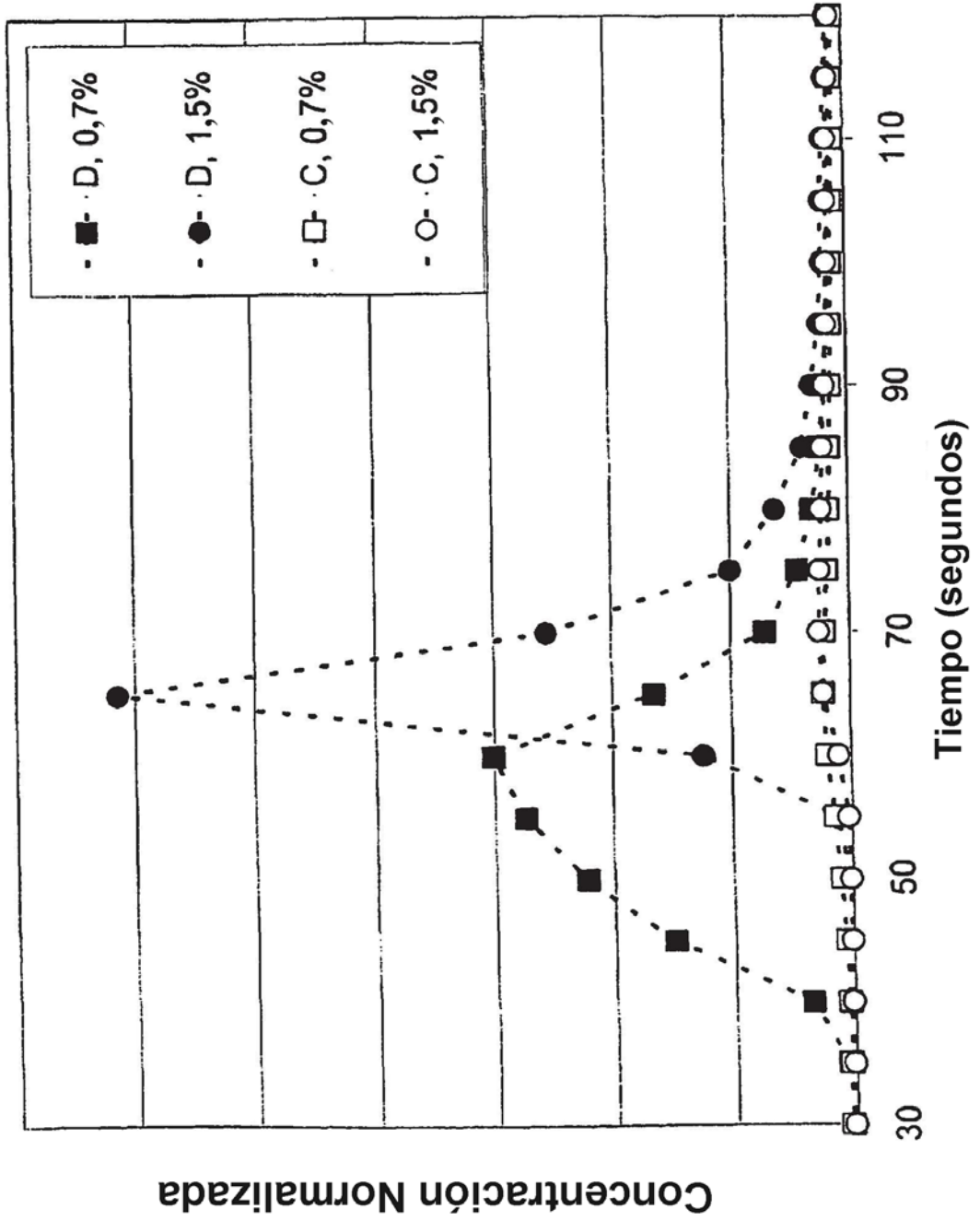


Fig. 9

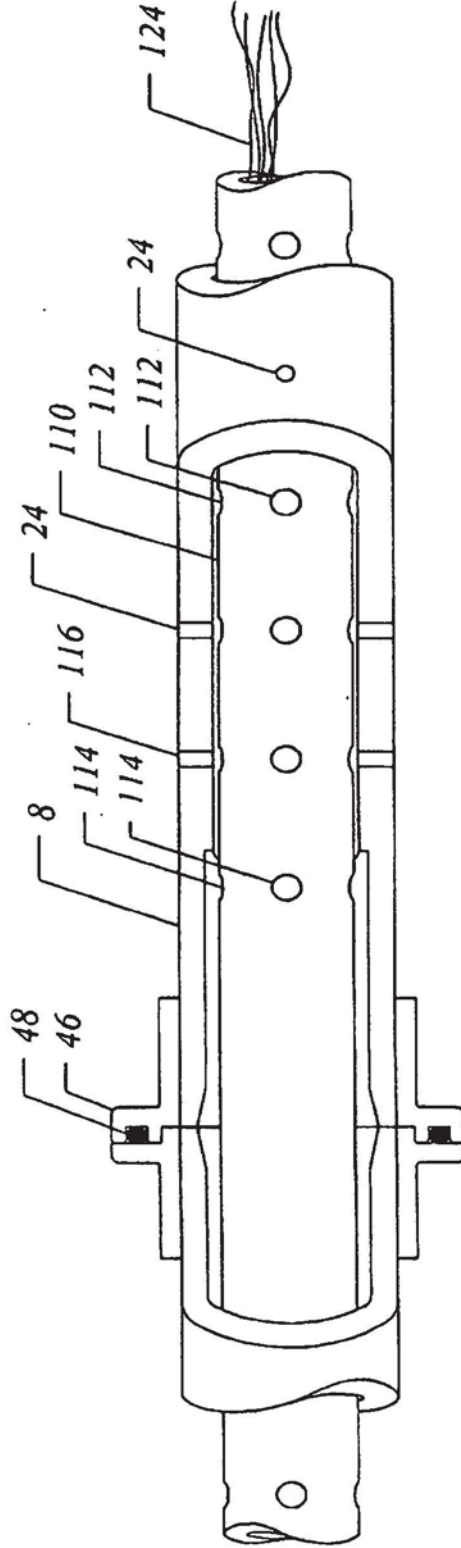


Fig. 10

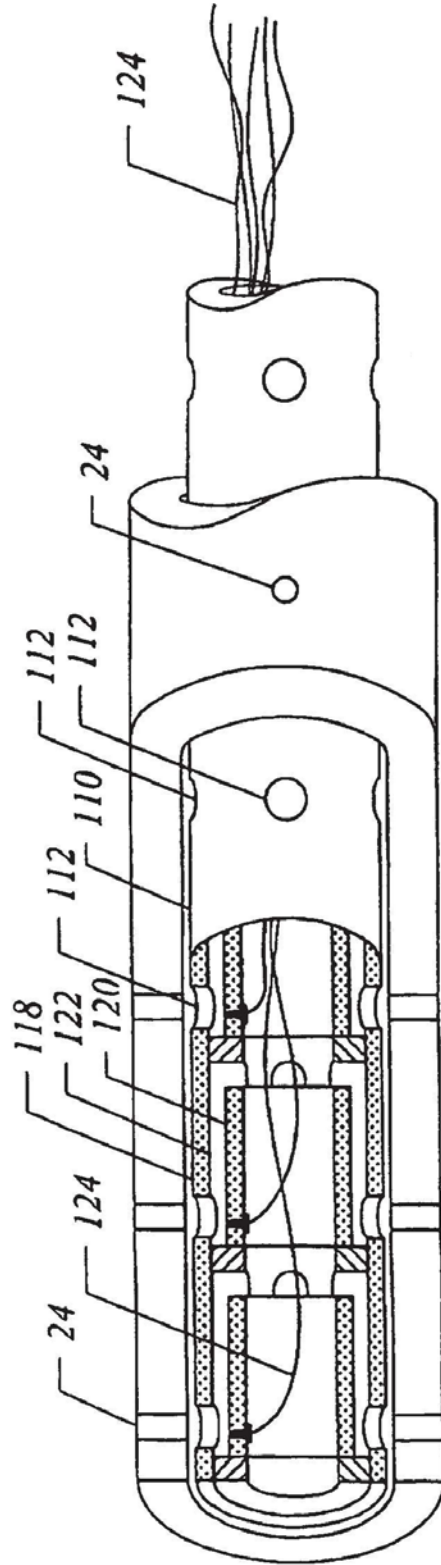


Fig. 11

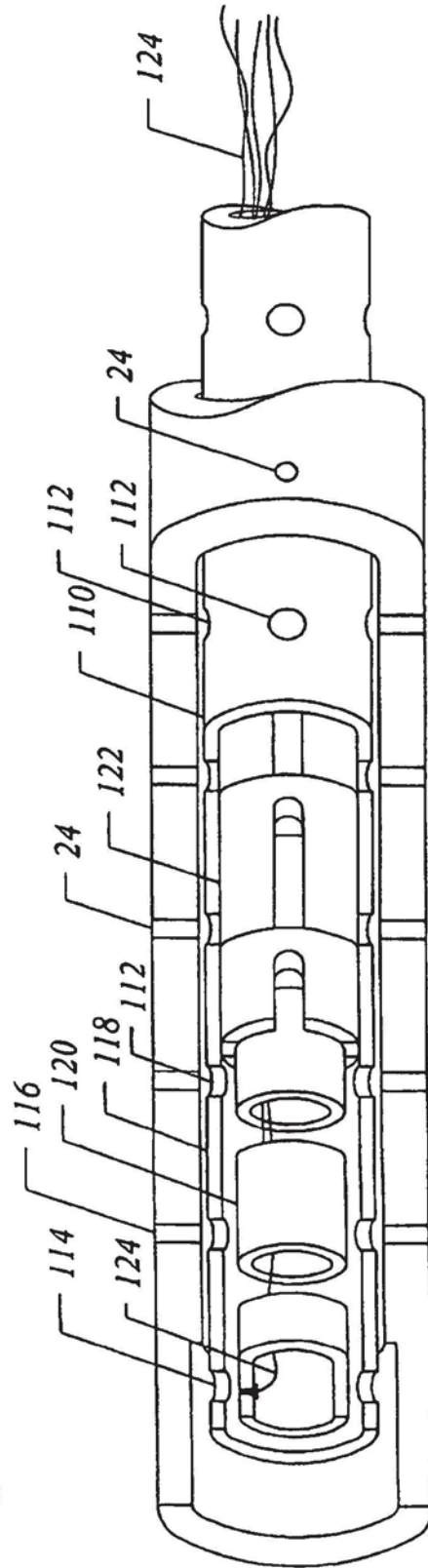


Fig. 12

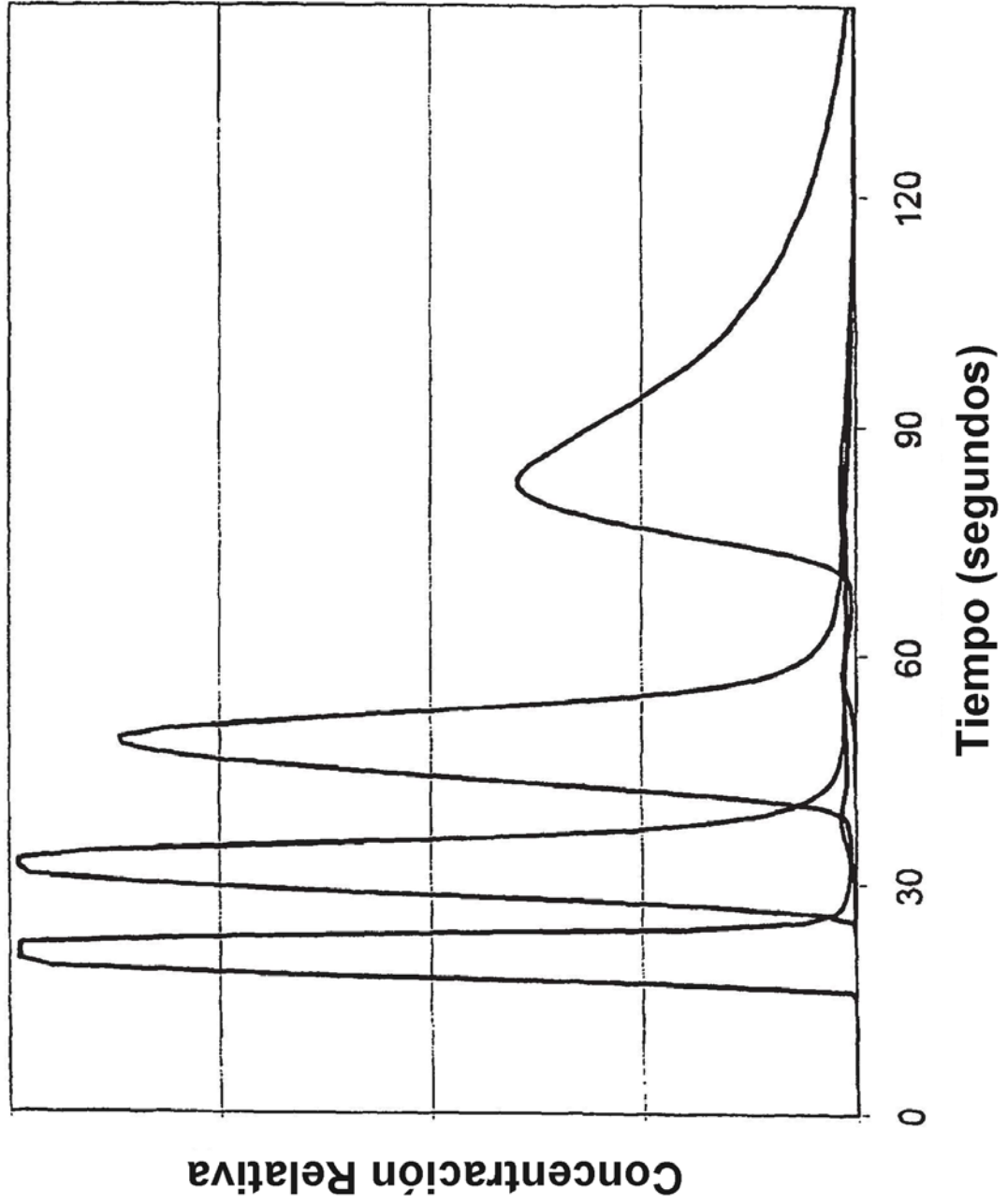


Fig. 13

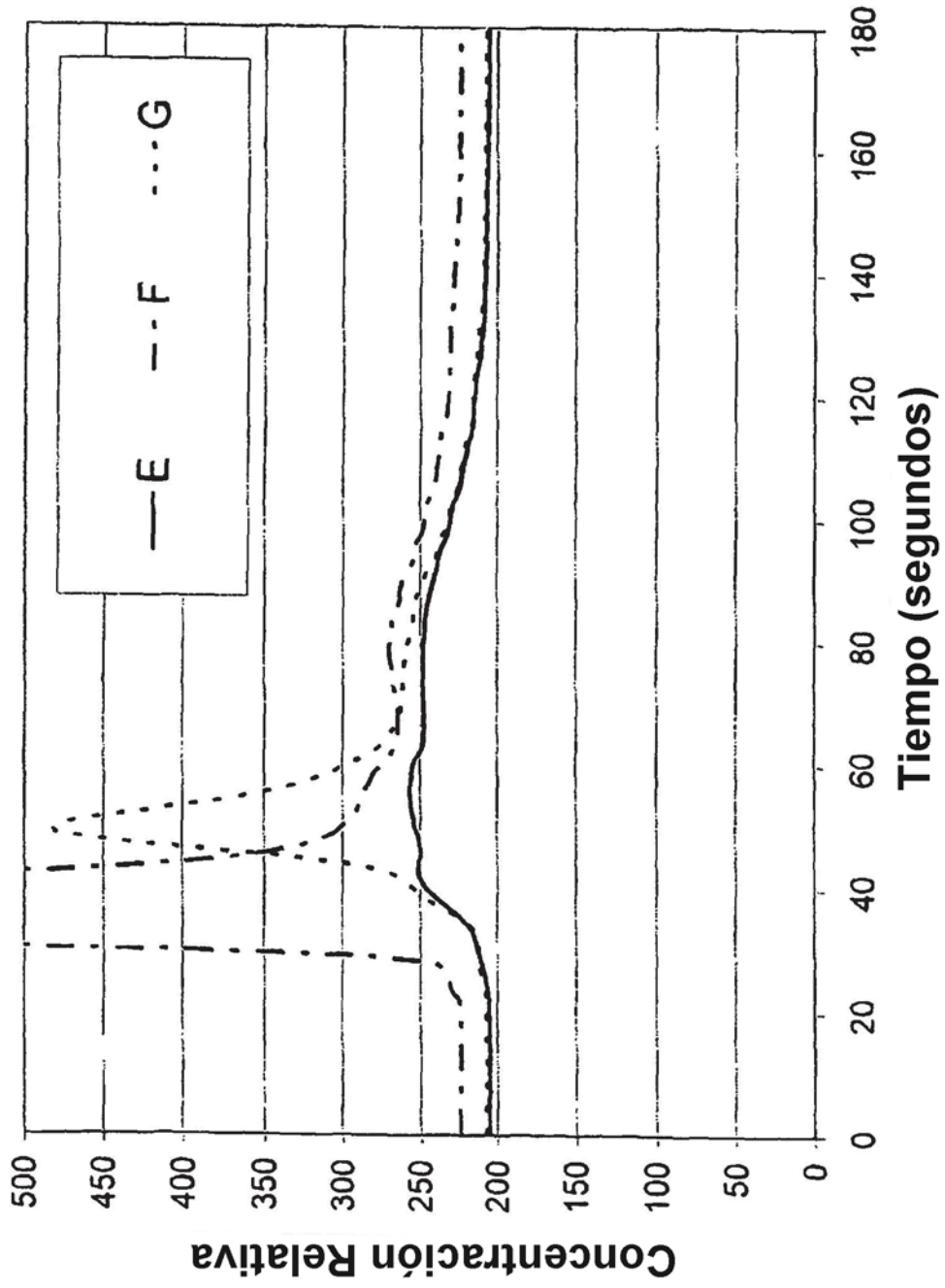


Fig. 14

