



# OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: 2 561 435

51 Int. Cl.:

**G01N 29/11** (2006.01) **G01N 29/44** (2006.01)

(12)

# TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

**T3** 

- (96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 12.07.2011 E 11754921 (2)
   (97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: 09.09.2015 EP 2593783
- (54) Título: Análisis de señales ultrasónicas usando una ventana de procesamiento de señales dinámica para una detección temprana de formación de incrustaciones en equipos de procesamiento de agua
- (30) Prioridad:

12.07.2010 US 363305 P

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: 26.02.2016

(73) Titular/es:

BEN-GURION UNIVERSITY OF THE NEGEV RESEARCH AND DEVELOPMENT AUTHORITY (50.0%) P.O. Box 653 84105 Beer-Sheva, IL y THE REGENTS OF THE UNIVERSITY OF COLORADO, A BODY CORPORATE (50.0%)

(72) Inventor/es:

GREENBERG, ALAN R.; GILRON, JACK; CORBY, KEITH D.; KUJUNDZIC, ELMIRA; YUN LU, XIAO; MIZRAHI, GUY y PETERSON, MICHAEL

(74) Agente/Representante:

**ARIAS SANZ, Juan** 

## **DESCRIPCIÓN**

Análisis de señales ultrasónicas usando una ventana de procesamiento de señales dinámica para una detección temprana de formación de incrustaciones en equipos de procesamiento de agua

#### **Antecedentes**

#### 5 1. Campo técnico

10

55

La presente invención se refiere a sistemas de procesamiento de agua y más particularmente a un procedimiento de detección temprana de formación de incrustaciones en tales sistemas, usando métodos estadísticos.

#### 2. Valoración de la técnica relacionada

Hay muchos procedimientos de tratamiento de agua que implican el flujo de corrientes acuosas en conductos opacos en los que la formación de incrustaciones en estructuras internas de dichos conductos provocará daños al procedimiento o aumentará los recursos necesarios para llevar a cabo tales procedimientos. Ejemplos de tales conductos con estructuras internas son intercambiadores de calor que contienen superficies de transferencia de calor y recipientes de presión que contienen elementos de membrana para el tratamiento de agua.

La formación de incrustaciones a la que se hace referencia en el presente documento es la precipitación de sales escasamente solubles (incluyendo, entre otros, sulfatos de calcio, bario y estroncio, carbonato de calcio, sílice y fluoruro de calcio) sobre las superficies internas de estos conductos debido a la creación de condiciones de sobresaturación sobre estas superficies internas mediante gradientes de temperatura o de concentración. Una vez se detectan los efectos de tal formación de incrustaciones a partir de parámetros de procedimiento tales como a partir de cambios en las disminuciones de temperatura o mayores rendimientos de calentamiento o enfriamiento en un intercambiador de calor, o a partir de disminución de flujo de agua producido o aumento de presión aplicada en las membranas, puede haberse provocado un daño irreversible en los equipos. Como mínimo puede requerirse un tiempo de parada costoso para reparar los equipos. Si hubiera un sistema de advertencia temprana que permitiera tratar los equipos con acciones preventivas, podría ser posible mantener los equipos funcionando sin daño ni tiempo de parada costoso.

Dado que las sales escasamente solubles tienen habitualmente un tiempo de inducción entre el momento en el que se obtienen condiciones sobresaturadas y el momento en el que comienza la formación de incrustaciones en superficies internas, pueden tomarse medidas preventivas justo antes, o al final, de tal tiempo de inducción mediante una variedad de enfoques. Un ejemplo es el uso de lavado osmótico para eliminar periódicamente mediante barrido disoluciones sobresaturadas y otros incrustantes en procedimientos de osmosis inversa (OI). Otro ejemplo es el uso de purga en torres de enfriamiento y lavado de intercambiadores de calor con disoluciones subsaturadas. Otra solución es el uso de inversión de flujo para sustituir la disolución concentrada sobresaturada por disolución de alimentación subsaturada junto a una membrana de desalación. El problema es que si la advertencia temprana es demasiado temprana y sensible, entonces la secuencia de tratamiento preventivo puede ser demasiado frecuente dando como resultado el uso innecesario de productos químicos, pérdida de producción o desgaste de equipos.

Dado que los equipos están dentro de un conducto opaco, no es posible inspeccionar visualmente los equipos en tiempo real durante el funcionamiento para determinar cuándo se produce la formación de incrustaciones. Un enfoque para superar la falta de transparencia óptica es usar un dispositivo externo colocado aguas debajo de los equipos que corre el riesgo de formación de incrustaciones y después pueden usarse unidades ópticas para observar el comienzo de la formación de incrustaciones. Un dispositivo conocido similar monitoriza la disminución de flujo en un dispositivo externo aguas abajo de los alojamientos de presión que contienen módulos de desalación de membrana. La desventaja de tales dispositivos es que no pueden reproducir exactamente las condiciones en los equipos en cuanto a los patrones de flujo y condiciones de sobresaturación, y pueden ser o bien demasiado sensibles (si generan una sobresaturación mayor que los equipos reales) o bien no lo suficientemente sensibles (si generan menos sobresaturación local que los equipos reales).

Otra opción es usar dispositivos que sí permiten tomar muestras de las condiciones de las superficies internas de unos equipos de procesamiento de agua que contienen conductos opacos. Un ejemplo ampliamente conocido es el uso de ultrasonidos, que se usan para detectar defectos en la soldadura en tuberías y fugas dentro de conductos en la industria de procesamiento químico. Un método conocido detecta la presencia de depósitos minerales sobre superficies de membranas de tratamiento de agua en recipientes de presión tanto de bobinas espirales comerciales como de láminas planas opacas, véase, por ejemplo, Mairal *et al.*, Real-time measurement of inorganic fouling of RO desalination membranes using ultrasonic time-domain reflectometry, Journal of Membrane Science 159 (1999) 185-196.

Sin embargo, la metodología implicó recopilar los datos y después analizar las complejas formas de onda generadas fuera de línea debido al extenso análisis requerido. Aunque este enfoque era eficaz como diagnóstico, no era eficaz como dispositivo de advertencia temprana en el sitio que pudiera usarse para desencadenar cambios en el procedimiento y acciones preventivas en tiempo real. Parte del motivo de esto es que debe pasar suficiente tiempo para que la señal se desvíe significativamente de la señal de fondo y mediante inspección directa esto requiere con

frecuencia tanto tiempo que la formación de incrustaciones ya ha avanzado en un grado mucho mayor. Por tanto, se convierte en un problema de identificar estadísticamente una señal que se desvíe del ruido de fondo.

#### **Breve sumario**

5

10

15

35

40

45

- La presente invención, en realizaciones de la misma, supera los inconvenientes de la técnica anterior proporcionando un método de detectar condiciones previas de formación de incrustaciones, que se producen posiblemente en conductos de equipos de procesamiento de aqua. Los ejemplos no limitativos de tales equipos de procesamiento de aqua pueden incluir membranas de osmosis inversa, nanofiltración, ultrafiltración, intercambiadores de calor, y tuberías de transporte de aqua. El método incluye las siguientes etapas: transmitir señales ultrasónicas a través de los conductos; derivar muestras de datos a partir de las señales ultrasónicas recibidas o reflexiones de las mismas; calcular un promedio en movimiento de la dispersión de las señales ultrasónicas, a lo largo del tiempo, basándose en las muestras de datos derivadas desde el momento t = 0 hasta el momento t; aplicar un operando estadístico al promedio en movimiento, para proporcionar una métrica de distribución estadística; determinar una ventana dinámica definida por: (i) un límite superior que es el promedio en movimiento más al menos una fracción de la métrica de distribución estadística y (ii) un límite inferior que es el promedio en movimiento menos la al menos una fracción de la métrica de distribución estadística; generar una línea de tendencia que es un ajuste de las muestras derivadas; monitorizar la línea de tendencia dentro de la ventana dinámica para detectar un cruce de la línea de tendencia en cualquiera de los límites; y actualizar dinámicamente los valores del límite superior y el límite inferior y la línea de tendencia en tiempo real añadiendo muestras de datos recién derivadas a dichas muestras de datos y recalculando así dicho promedio en movimiento.
- Otro aspecto de la invención proporciona un sistema para detectar condiciones previas de formación de incrustaciones que se producen sobre superficies internas de conductos de equipos de procesamiento de agua. El sistema incluye uno o más transceptores ultrasónicos que pueden incluir cada uno un transmisor y un receptor. Los transceptores están configurados para transmitir una o más señales ultrasónicas a través de las paredes de los conductos, y recibir las señales ultrasónicas y/o reflexiones de las mismas.
- El sistema incluye además un muestreador configurado para muestrear en tiempo real muestras de datos indicativas de parámetros espectrales, a partir de señales ultrasónicas recibidas o reflexiones de las mismas. El sistema incluye además una unidad de procesamiento, posiblemente implementada como un ordenador. La unidad de procesamiento está configurada para:
- (i) calcular un promedio en movimiento de una dispersión de las señales ultrasónicas, a lo largo de un periodo de 30 tiempo especificado, basándose en las muestras de datos derivadas desde el momento t = 0 hasta el momento t:
  - (ii) aplicar un operando estadístico al promedio en movimiento, para proporcionar una métrica de distribución estadística;
  - (iii) determinar una ventana dinámica definida por: (i) un límite superior que es el promedio en movimiento más al menos una fracción de la métrica de distribución estadística y (ii) un límite inferior que es el promedio en movimiento menos la al menos una fracción de la métrica de distribución estadística:
  - (iv) generar una línea de tendencia, preferiblemente, pero no necesariamente, un ajuste suave de las muestras derivadas; y
  - (v) monitorizar la línea de tendencia dentro de la ventana dinámica para detectar un cruce de la línea de tendencia en el límite superior o el límite inferior, y en el que los valores del límite superior y el límite inferior y la línea de tendencia se actualizan dinámicamente en tiempo real añadiendo muestras de datos recién derivadas a dichas muestras de datos y recalculando así dicho promedio en movimiento.

En algunas realizaciones, el sistema puede incluir además un módulo de control configurado para emitir una alerta al detectar un cruce. En otras realizaciones, la unidad de control puede estar configurada además para aplicar una intervención en los equipos de procesamiento de agua de tal manera que se evita la formación de incrustaciones. Los ejemplos no limitativos de tal intervención pueden incluir: inversión de flujo, lavado con agua subsaturada, lavado osmótico, y un uso de una disolución de limpieza química.

Estos, otros aspectos y/o ventajas adicionales de las realizaciones de la presente invención se exponen en la siguiente descripción detallada; posiblemente pueden deducirse a partir de la descripción detallada; y/o pueden aprenderse mediante la práctica de las realizaciones de la presente invención.

# 50 Breve descripción de los dibujos

Para entender mejor las realizaciones de la invención y para mostrar cómo pueden llevarse las mismas a la práctica, ahora se hará referencia, únicamente a modo de ejemplo, a los dibujos adjuntos en los que números iguales designan elementos o secciones correspondientes en la totalidad.

En los dibujos adjuntos:

# ES 2 561 435 T3

la figura 1 es un diagrama de bloques que ilustra un sistema según algunas realizaciones de la invención;

la figura 2 es un gráfico que ilustra un aspecto según algunas realizaciones de la invención;

la figura 3 es un gráfico que ilustra un aspecto según algunas realizaciones de la invención;

la figura 4 es un gráfico que ilustra un aspecto según algunas realizaciones de la invención;

5 la figura 5 es un diagrama de flujo de alto nivel que ilustra un método según algunas realizaciones de la invención;

la figura 6 es un gráfico que ilustra un aspecto según algunas realizaciones de la invención;

la figura 7 es un gráfico que ilustra un aspecto según algunas realizaciones de la invención;

la figura 8 muestra dos gráficos que ilustran un aspecto según algunas realizaciones de la invención;

la figura 9 es un diagrama de bloques que ilustra otro aspecto según algunas realizaciones de la invención; y

las figuras 10-23 son diagramas gráficos que ilustran diversos aspectos experimentales según algunas realizaciones de la invención.

Los dibujos junto con la siguiente descripción detallada hacen que resulte evidente para los expertos en la técnica cómo puede realizarse la invención en la práctica.

#### Descripción detallada

20

25

30

35

40

45

50

Antes de exponer la descripción detallada, puede ser útil exponer definiciones de determinados términos que se usarán a continuación en el presente documento.

El término "formación de incrustaciones" tal como se usa en el presente documento en esta solicitud se refiere a la acumulación de materiales no deseados sobre superficies sólidas, lo más frecuentemente en un entorno acuático. En la formación de incrustaciones, los materiales no deseados incluyen habitualmente sustancias inorgánicas no vivas tales como sulfato de calcio y carbonato de calcio. La formación de incrustaciones se distingue habitualmente de otros fenómenos de crecimiento en superficies porque se produce sobre una superficie de un componente, sistema o planta que realiza una función definida y útil, y porque el procedimiento de formación de incrustaciones impide o interfiere con esta función.

El término "transceptores ultrasónicos" tal como se usa en el presente documento en esta solicitud se refiere a componentes que tienen funcionalidad tanto de transmisión como de recepción de señales ultrasónicas. Se entiende que otras realizaciones de la presente invención pueden implementarse con la funcionalidad de transmisión y la de recepción en una configuración separada de transmisor y receptor.

La figura 1 ilustra un sistema a modo de ejemplo no limitativo 100 según algunas realizaciones de la presente invención. El sistema 100 incluye: un conducto opaco 10 a través del cual se bombea una corriente acuosa posiblemente sobresaturada, elementos de control (válvulas de conmutación - SV1, SV2, SV3 y regulador de contrapresión (BPR) 120 que comprende un sensor de flujo (FS) 130 para determinar qué clases de fluido y en qué condiciones se bombean a través del conducto opaco), un módulo de control 110 implementado mediante un controlador lógico programable (PLC), un microprocesador, relés, y similares, configurados para cambiar el estado de los elementos de control para realizar el cambio en las condiciones de flujo o la identidad de fluido que fluye a través del conducto opaco 10, un sistema de advertencia temprana que comprende transductores ultrasónicos 20A-20C para producir señales de onda que pueden pasar a través de las paredes del conducto opaco 10, un multiplexor 30, un emisor-receptor de impulsos 40, un osciloscopio 50 u otro dispositivo adecuado para una rápida adquisición (toma de muestras y almacenamiento) de señales de onda reflejadas a partir (o transmitidas a través) de las paredes del conducto opaco 10, y unidad de procesamiento de datos 60 (tal como un ordenador) para procesar los espectros de las señales de onda adquiridas en tiempo real y para seguir la tendencia de la señal de onda procesada a lo largo del tiempo.

La unidad de procesamiento de datos 60 está configurada para llevar a cabo las siguientes acciones:

análisis en tiempo real de señales de onda adquiridas para obtener una propiedad característica del espectro de onda transmitido o reflejado. Las propiedades características pueden incluir: amplitud, varianza entre onda emitida y reflejada/transmitida, desplazamiento de frecuencia característico de transformada de Fourier, una combinación de tales características, así como propiedades derivadas tales como la diferencia entre amplitud máxima y mínima y similares:

análisis estadístico en tiempo real de la dispersión (por ejemplo desviación estándar o varianza) de las señales de onda acumuladas para la propiedad de espectro reflejado/transmitido característica desde el momento 0 hasta el momento t; en una realización alternativa fuera del alcance de la presente invención, la dispersión puede evaluarse para señales de onda reflejadas o transmitidas que se han recopilado entre un momento t y t-\Delta t en el que \Delta t es la

duración de la ventana de toma de muestras que es suficientemente larga (al menos 0,25 h pero preferiblemente más larga que 0,5 h) como para evaluar el ruido característico del sistema;

determinación de una ventana definida por valores (límites) máximo y mínimo basándose en la función de dispersión dentro de la cual debe permanecer la línea de tendencia; estos pueden ser funciones monótonas de la desviación estándar o la varianza de la propiedad de espectro característica registrada a partir de las señales de onda procesadas acumuladas desde el comienzo hasta el momento t o, en una realización alternativa fuera del alcance de la presente invención, desde el momento t-\Delta t hasta t.

En una realización adicional, la ventana puede definirse por los valores máximo y mínimo de la función de dispersión basándose en las características de las primeras n (al menos 10 y preferiblemente al menos 30) señales de onda muestreadas cubriendo un periodo de tiempo de 15 - 300 minutos. Determinación de una línea de tendencia (lineal o no lineal) que representa razonablemente la propiedad de espectro característica local a lo largo del tiempo desde t=0 hasta t o, en una realización alternativa fuera del alcance de la presente invención, desde t-Δt hasta t; y

emisión de indicaciones de advertencia siempre que la línea de tendencia se interseque con los límites de ventana para tomar acciones preventivas para proteger las superficies internas del conducto. El significado de intersección puede ser cuando un punto de extremo de la línea de tendencia se cruza con uno de los límites de ventana o lo supera en una cantidad definida por el usuario, o bien en magnitud de señal o bien en tiempo.

Las ventajas inherentes de este método de procesamiento de las señales de onda reflejadas o transmitidas son las siguientes: (1) la simplicidad del método (minimización de los cálculos necesarios) permite realizar el análisis en tiempo real, lo cual se requiere para los aspectos de control; y (2) el sistema es robusto en cuanto a que es lo suficientemente sensible como para identificar la formación de incrustaciones pero admite un nivel apropiado de variabilidad de sistema sin desencadenar una señal (por ejemplo, todos los experimentos realizados tienen límites de ventana que corresponden a un nivel de desviación estándar que es de aproximadamente el 0,5% - 1,5% de la señal promedio).

La unidad de procesamiento de datos 60 envía una señal al módulo de control 110 siempre que las señales de onda procesadas superan cualquiera de los límites de ventana. Entonces el módulo de control 110 reinicia los elementos de control (por ejemplo SV1, SV2, SV3 y BPR 120 y bombas asociadas) para permitir el cambio del fluido de flujo de modo que las superficies internas que estaban expuestas a disoluciones sobresaturadas ahora están expuestas a disoluciones subsaturadas.

Aunque en la figura 1 se muestran tres transductores, queda claro que puede haber tan sólo uno, y que también puede haber muchos más transductores. Una unidad multiplexora 30 puede implementarse mediante cualquier elemento de conmutación eléctrico o electrónico que permite la adquisición de más de una entrada y la transmisión de más de una salida. El emisor-receptor de impulsos puede implementarse por medio de cualquier clase de equipo de generación de ondas y registro de ondas que permite el accionamiento de transductores ultrasónicos (o sensores ultrasónicos). Los transductores ultrasónicos pueden implementarse mediante cualquier tipo de transductor basado en elementos piezoeléctricos o basado en elementos magnetostrictivos que permite la conversión de señales eléctricas en desplazamientos mecánicos y viceversa en frecuencias que oscilan entre 0,1 MHz y 20 MHz y preferiblemente en el intervalo de 0,5 MHz a 10 MHz. La recopilación de datos puede realizarse mediante cualquier interfaz A/D rápida y unidad de almacenamiento que pueda capturar la forma de onda de tal manera que puede muestrearse una forma de onda completa con las frecuencias mencionadas anteriormente a una densidad de 20 a 1000 puntos por forma de onda y preferiblemente al menos 100 puntos por forma de onda.

La unidad de procesamiento de datos 60 puede implementarse por medio de un microordenador, PC, microprocesador, microcontrolador, procesador DSP, o cualquier unidad adecuada con un procesador matemático a bordo que permite la evaluación estadística de datos recopilados.

A continuación se presentan varios ejemplos que se basan en experimentos llevados a cabo por los inventores. Los ejemplos se usan a modo de ilustración y no a modo de limitación de cómo realizaciones de la presente invención se ponen en práctica en un entorno real.

## Ejemplo 1

5

10

15

20

25

En una realización no limitativa específica de la invención, el procesamiento de las señales de onda se llevó a cabo de la siguiente manera:

Se generaron espectros acústicos en tiempo real por medio de sensores ultrasónicos planos de 10 MHz usando un emisor/receptor de impulsos ultrasónicos junto con un osciloscopio de almacenamiento digital. Se usó un explorador de múltiples canales hecho a medida para adquirir las señales de onda reflejadas en respuesta a los espectros acústicos emitidos a partir de los múltiples (3) sensores ultrasónicos. Se usó un programa LabVIEW a medida junto con un conversor analógico a digital I/O multifuncional de 12 bits para obtener una señal de onda ultrasónica de dominio temporal (por ejemplo, tasa de muestreo de aproximadamente 0,5 - 20 x 10<sup>9</sup> puntos/s, de manera preferible de aproximadamente 5 x 10<sup>9</sup> puntos/s) de cada sensor ultrasónico a lo largo de un periodo de tiempo de 0,2-10 μs cada 5 min, preferiblemente 3 μs cada 5 min. En la figura 2 se muestra una señal de onda de dominio temporal

acústica representativa 210 con su máximo 220 y mínimo 250. La señal de dominio temporal se representa gráficamente como amplitud (mV) frente a tiempo de llegada de señal (µs).

En este ejemplo cada espectro de señal de onda de domino temporal acústica (que contiene 500 puntos de datos) se guardó como un archivo de texto en un editor de texto simple (Notepad) en Microsoft Windows, y entonces se copiaron los puntos de datos en un programa de análisis estadístico comercialmente disponible Minitab (Minitab Inc.). Entones se extrajeron los valores máximo y mínimo a partir de señal de onda ultrasónica de dominio temporal adquirida (500 puntos de datos) usando la opción de herramienta "Basis statistics" en el software Minitab, y se copiaron en una hoja de datos de Microsoft Excel. La diferencia entre los valores máximo y mínimo (MAX restado de MIN) se define como la amplitud (AMPLITUD) de la señal de onda de dominio temporal. Entonces se representaron gráficamente las amplitudes calculadas (mV) de las señales de onda ultrasónicas de dominio temporal como función del tiempo (min).

10

15

20

25

30

35

40

45

50

Preferiblemente se obtiene una "ventana dinámica" para cada ciclo de flujo usando el valor de amplitud media con límites que incluyen el límite superior (suma del valor de amplitud media y la desviación estándar) y el inferior (desviación estándar restada del valor de amplitud media). La amplitud media  $(\overline{X})$  puede calcularse usando la ecuación (1) y la desviación estándar  $(\sigma)$  puede calcularse usando la ecuación (2):

$$\overline{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} x_i$$

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} (x_i - \overline{x})^2}$$
(2)

Según la presente invención, los valores de media y desviación estándar instantáneos se calculan sucesivamente añadiendo cualquier nuevo valor de amplitud calculado y volviendo a calcular los valores de media y desviación estándar. De esta manera, los límites de la "ventana dinámica" se actualizan continuamente. Usando la función "Agregar línea de tendencia" en Microsoft Excel, se usó una regresión polinomial de segundo orden para ajustar una línea de tendencia a estos datos.

La misma línea de tendencia podía desarrollarse usando otros paquetes matemáticos comerciales tales como Polymath o Matlab o podría escribirse código en cualquier lenguaje de máquina o alto nivel sin alejarse de la generalidad del enfoque. Por ejemplo, se ha desarrollado y usado un programa de Matlab personalizado para representar gráficamente de manera automática datos de amplitud acústica en tiempo real. Este programa genera entonces una "ventana dinámica" con límites (tal como se explicó anteriormente en el presente documento) así como una línea de tendencia basándose en una regresión polinomial de segundo orden de la amplitud con el tiempo de ejecución experimental. Cuando la línea de tendencia alcanza el límite de ventana o bien superior o bien inferior, se identifica un "cruce" o "rebasamiento". En la figura 3 se presenta una "ventana dinámica" representativa en la que el gráfico 300 muestra un valor promedio 320, un límite superior 310, un límite inferior 330, y una línea de tendencia 340. Las siguientes variaciones de este esquema para definir el rebasamiento se definen a continuación y se ilustran en la figura 4 en la que 410A-C representan el límite superior, 430A-C representan el límite inferior, 420A-C representan el promedio, y 450A-C representan la línea de tendencia de la siguiente manera:

El cambio en el sentido de flujo se desencadenó tras un alejamiento de la línea de tendencia con respecto a la ventana dinámica y confirmación mediante tres puntos de datos ultrasónicos contiguos posteriores que también estaban fuera del límite de ventana (conmutación de "múltiple alejamiento") (400A). El cambio en el sentido de flujo se desencadenó inmediatamente una vez que la línea de tendencia estaba fuera del límite de ventana dinámica (conmutación de "primer alejamiento") (400C). Una ventana dinámica que usaba sólo la parte inicial del ciclo y una línea de tendencia basándose en puntos ultrasónicos en el ciclo de parte final (conmutación de "primer alejamiento modificado"): en este caso sólo se usaron los 30 primeros puntos de amplitud para constituir los límites de ventana que permanecieron inalterados a lo largo de la duración de la prueba, mientras que la línea de tendencia se formó usando tan sólo los 30 últimos puntos de amplitud del ciclo actual (400B). Todas estas son realizaciones particulares de algoritmo de la invención reivindicada sin agotar la generalidad tal como se presentó en la descripción general anterior.

En la figura 5 se muestra un diagrama de flujo que ilustra las etapas en la adquisición y el procesamiento de las señales de onda ultrasónicas de dominio temporal y la ejecución del algoritmo. El método comienza usando software LabVIEW 510; adquiriéndose y convirtiéndose datos en un archivo de texto 520. Se transponen columnas 530 y se determinan el máximo y el mínimo 540 a partir de los cuales se calcula la amplitud 550 y después se calculan también la media y la desviación estándar 560. Se genera un gráfico con una ventana dinámica a lo largo del tiempo 570 en el que se añade una línea de tendencia que es un ajuste polinomial de 2º orden 580. Después, tras detectarse un rebasamiento 590, se proporciona una señal para la intervención o se detiene el procedimiento 595.

En un entorno industrial, la temperatura del entorno puede provocar cambios en la señal que pueden

malinterpretarse como que surgen de un acontecimiento de formación de incrustaciones. Tal fenómeno se ilustra en la figura 6. Tal como se muestra en el gráfico 600, hay un tiempo de retraso =  $\Delta$  entre el cambio en la temperatura y el cambio en las características de señal relacionado con el tiempo que tarda la temperatura circundante en afectar a la temperatura del fluido de acoplamiento entre el transductor ultrasónico y la placa superior de la célula de flujo.

5 Un experto en la técnica puede evitar esto o bien colocando los transductores en un entorno de temperatura localmente controlado o bien aplicando una corrección de temperatura a la señal ultrasónica.

Alternativamente, puede usarse un termopar o dispositivo similar para monitorizar continuamente la temperatura y aplicar una entrada apropiada al programa. Debe observarse que no deben confundirse los efectos de la temperatura ambiental con los efectos de la temperatura debidos al cambio en la temperatura del fluido en el sistema (esto también debe monitorizarse y deben aplicarse correcciones independientes si es necesario).

La corrección de la temperatura es de la forma:

10

15

20

25

30

45

50

55

$$[A(t)]corr = a * T(t-\Delta) + A(t)$$
(3)

donde A es la diferencia de amplitud total de la forma de onda, t se refiere al momento en el que se registró la señal y  $T(t-\Delta)$  es la temperatura en el momento  $t-\Delta$  antes de registrarse la señal A(t) en el momento t. Cuando se hace esto, se obtiene una señal estable (véase la figura 8).

Un conjunto exhaustivo de experimentos usando el algoritmo tal como se resume en la figura 5 indicó sistemáticamente que el "rebasamiento" estaba relacionado con la formación de incrustaciones en membrana. El "rebasamiento" proporciona una señal de "conmutación". Esto es una señal para tomar medidas preventivas para proteger la membrana frente a la formación de incrustaciones significativas. En los siguientes ejemplos se usa la señal para invertir el sentido de flujo en el módulo.

Se observa que el tiempo de incubación de formación de incrustaciones se define como el intervalo de tiempo entre el inicio del ciclo y la señal de "conmutación". Este enfoque asume únicamente que el tiempo de incubación para la formación de incrustaciones es lo suficientemente largo como para establecer una "ventana" representativa ya que un tiempo de incubación basado en demasiadas pocas muestras de datos posiblemente no sería fiable. En la figura 8 se muestran representaciones gráficas que muestran la desviación estándar acumulativa (%) para diversos experimentos como función del tiempo (min). La figura 8 presenta datos para el sensor C en el primer ciclo de flujo directo (800A) y el sensor A en el primer ciclo de flujo inverso (800B). Se calcula la desviación estándar como porcentaje de la amplitud media. Los resultados muestran una dispersión muy pequeña de datos de amplitud promedio (la desviación estándar es <1%). Los datos de una gama de experimentos siguen una tendencia global en la que la desviación estándar para los sensores en cada ciclo de flujo se aproxima a un valor asintótico tras una disminución inicial. Los hallazgos sugieren que se necesita un número mínimo de puntos de datos (o un tiempo mínimo) para establecer límites inferior y superior y un valor relativamente constante para los límites de la "ventana dinámica". Para estos experimentos, el número mínimo de puntos de datos es ~10, lo cual corresponde a ~50 min de funcionamiento del módulo si el tiempo de muestreo es cada 5 minutos.

Mientras se obtienen una ventana dinámica y una línea de tendencia correspondiente a partir de cada sensor ultrasónico, el tiempo de incubación se determina únicamente a partir del sensor ultrasónico gobernante que muestrea la membrana en la que la sobresaturación será la mayor. Debe observarse además que puede resultar ventajoso usar señales a partir de un sensor que no está en la posición más aguas abajo para controlar mejor la inversión de flujo. En el caso de una configuración de inversión de flujo esto será el sensor aguas abajo que es (C) en el sentido de flujo directo y el sensor aguas arriba (original) (A) en el sentido de flujo inverso. Además, con el fin de determinar el tiempo apropiado para conmutar el sentido de flujo, la señal de conmutación también puede usarse para terminar el experimento para estudiar la formación de incrustaciones en etapa temprana.

En la metodología actual se aplicó una línea de regresión polinomial de segundo orden para ajustar los puntos de datos experimentales, pero también pueden usarse líneas de tendencia usando otras ecuaciones de ajuste lineales o no lineales. Además, puede obtenerse una respuesta más sensible al comienzo de la formación de incrustaciones mediante ajuste de los límites de ventana superior e inferior, es decir, en vez de usar una desviación estándar de la media de la amplitud de datos acústicos, puede usarse un valor fraccionario. Por ejemplo, el uso del 95% (o menos) de la desviación estándar permitirá que una línea de tendencia seleccionada rebase la "ventana dinámica" más temprano en el tiempo. De manera correspondiente, un valor mayor que la desviación estándar permitirá que una línea de tendencia seleccionada rebase la "ventana dinámica" más tarde en el tiempo. Por tanto, la selección sensata de los parámetros de procesamiento de datos permitirá emplear una estrategia de conmutación óptima mediante lo cual puede usarse una más conservativa (menos falsos positivos) o una menos conservativa (más conmutaciones).

En resumen, esta metodología novedosa es sencilla de emplear, proporciona resultados fiables e incorpora un equilibrio apropiado entre sensibilidad y respuestas de "falsos positivos". Esta metodología novedosa se usó por primera vez en este caso para controlar satisfactoriamente la inversión de flujo en una serie de experimentos de desalación por osmosis inversa sistemáticos y exhaustivos.

En la figura 9 se presenta una ilustración esquemática del sistema de OI a escala de laboratorio usado para evaluar la eficacia del sistema de advertencia temprana ultrasónico. Este sistema de OI usa dos depósitos de plástico de 10 I que contienen disoluciones acuosas: un depósito contiene agua desionizada (DI) y el otro contiene la alimentación de disolución de sal. La disolución del depósito de alimentación se agita continuamente con una barra de agitación magnética. La temperatura de la disolución de alimentación se controla a 23 ± 1°C usando un intercambiador de calor de acero inoxidable, en serpentín, en línea, conectado a un refrigerador (modelo 9101, Fisher Scientific), y se mide con un termómetro digital (modelo 217GA, Omega). Se instala un filtro en línea (modelo PL-U.1x10UL, 0,1 μm, Serfilco) para eliminar material particulado del flujo a granel hacia la membrana. Se coloca una bomba auxiliar (modelo 7131-1007, Little Giant Pump Co.) antes del filtro en línea para eliminar la posible cavitación en la bomba de alta presión. Se hace circular la disolución de alimentación a través del sistema mediante una bomba de alto flujo (modelo TMFR1, Fluid-O-Tech) que puede proporcionar caudales variables de entre 5 y 15 cm-s<sup>-1</sup>. El sistema de OI puede funcionar a presiones de entre 690 - 1380 KPa (100 - 200 psi).

La célula de lámina plana se fabricó a partir de policarbonato, y se cierra con dos placas de aluminio de 12 mm de grosor. El canal de flujo rectangular (0,077 m de anchura por 0,002 m de grosor) tiene un área en sección transversal de 1,54X10<sup>-4</sup> m². Una disposición de doble junta tórica proporciona un sello estanco a las presiones requeridas. La recolección de permeado se divide en cinco secciones individuales separadas y orificios de recolección correspondientes con el fin de obtener valores de caudal de permeado local en diferentes ubicaciones a lo largo del eje de flujo. La longitud de cada orificio es de 0,091 m, de modo que el área de penetración activa de cada orificio es de 7,007X10<sup>-3</sup> m². El caudal de permeado de cada uno de estos orificios de recolección (marcados como de 1 a 5, en los que 1 está aguas arriba en el sentido de flujo directo) se obtiene a partir de mediciones de masa usando una balanza (modelo TE2101, Sartorius) con una resolución de 0,1 g. La recolección de permeado se produce secuencialmente a partir de cada orificio, y el flujo desde el orificio hasta el recipiente de recolección se controla mediante cinco válvulas solenoides de tres vías (modelo 8320G041, ASCO), una en cada línea de permeado. Cuando se abre una válvula solenoide, el permeado fluye al recipiente colocado directamente en la balanza. La válvula se abre durante un total de 5 min hasta que se abre la siguiente válvula. Cuando se cierra la válvula, el permeado fluye directamente de vuelta al depósito de alimentación. La disolución de permeado del recipiente se drena al depósito de alimentación a través de un sifón. La balanza se conecta mediante un cable RS-232 a un PC de laboratorio.

Para la regulación de la presión, se instalan dos manómetros (sólo se muestra uno en la figura 9) delante y detrás de la célula de flujo para monitorizar la caída de presión a través de la célula. Un regulador de contrapresión (modelo BP-3-1A11I5J111, Go Regulate) está ubicado en la salida de la célula de flujo para mantener la presión en un bucle de flujo. Un sensor de presión (modelo PX309-300 G-5V, Omega) está ubicado detrás del primer manómetro y delante de la célula de flujo. Un sensor de flujo (modelo 101-8E, McMillan Co.) está ubicado en la línea de material retenido en la salida de la célula de flujo, y tanto un sensor de presión como un sensor de flujo están conectados a un conversor analógico a digital I/O multifunción de 12 bits (NI-USB 6008, National Instruments). Se usa un programa LabVIEW personalizado (versión 8.5, National Instruments) para registrar automáticamente presión y flujo de material retenido cada 2 min, y medidas de masa de la balanza cada 30 s; caudales de material retenido en tiempo real, presión y medidas de masa se registran mediante un PC de laboratorio.

Tres sensores ultrasónicos planos de 10 MHz (marcados como A, B y C) en un elemento de 1,27 cm de diámetro (modelo V111, Panametrics) están montados en los orificios 1, 3 y 5 para la monitorización continua de las señales acústicas. Se usa un emisor/receptor de impulsos ultrasónicos (modelo 505PRX, Panametrics) junto con los sensores ultrasónicos y un osciloscopio de almacenamiento digital (modelo TDS3052, Tektronix) para procesar y archivar espectros acústicos en tiempo real. Se usa un explorador de múltiples canales para adquirir las respuestas de los sensores ultrasónicos; el área de muestreo correspondiente a cada sensor es de aproximadamente 8 mm². Se usa un segundo programa LabVIEW personalizado para obtener espectros ultrasónicos compuestos a partir de los tres sensores cada 5 ó 10 min (dependiendo del experimento). La conductividad de la alimentación y el permeado se monitoriza con un medidor de conductividad (modelo 21118537, Fisher Scientific). El rechazo de sal de membrana basándose datos de conductividad durante todos los experimentos estuvo en el intervalo del 97-99%.

Se usan dos válvulas de tres vías (SV1 y SV3) y una válvula de derivación de dos vías (SV2) para garantizar que el sistema puede hacerse funcionar con flujo directo e inverso. Para el flujo directo, la disolución de alimentación se suministra inicialmente desde el extremo izquierdo hacia el lado derecho de la célula de flujo abriendo la válvula SV1 a la posición derecha y la válvula SV3 a la posición inferior (línea discontinua en la figura 1 a la que se hace referencia mediante FF). Cuando se conmuta a flujo inverso (la disolución de alimentación entra en la célula de flujo por la derecha y sale por la izquierda), se abre la válvula SV2 y se fija la válvula SV1 a la posición superior y la válvula SV3 a la posición izquierda (línea discontinua en la figura 1 a la que se hace referencia mediante RF).

La membrana usada en los experimentos es XLE-440 (Filmtec), una membrana de OI de energía extrabaja, a base de poliamida. La membrana se recibió del fabricante en forma de rollo. Antes de las pruebas, se cortaron fragmentos de membrana del tamaño apropiado (510 x 110 mm) a partir del rollo y después se empaparon en una disolución acuosa de isopropanol al 70% durante 20 min, seguido por empapado en agua DI ultrapura antes de las pruebas. Durante este procedimiento de humectación, el recipiente usado para empapar la membrana se cubrió con lámina de aluminio para evitar la exposición de la membrana a la luz.

Antes del comienzo de cada experimento, se lavó el sistema de OI con agua DI ultrapura durante 2-3 horas para garantizar que el sistema estaba limpio. Se recopilaron datos de caudal de permeado únicamente para los orificios 1, 3 y 5 (correspondientes a los sensores ultrasónicos A, B, y C, respectivamente) con el fin de controlar el tamaño de los archivos de datos. El permeado a través de los orificios 2 y 4 se recirculó directamente al interior del depósito de alimentación; el permeado de los orificios 1, 3 y 5 también se recirculó al depósito de alimentación. Antes de cada prueba, se filtró la alimentación de disolución de sal durante 2 h usando un filtro previo en línea.

Se realizaron experimentos iniciales usando disolución de sulfato de calcio con concentraciones en el intervalo de 0,6 - 1,0 gl<sup>-1</sup>. Tras examinar múltiples factores, incluidos requisitos de tamaño de datos, tiempo de incubación mínimo y tiempo de funcionamiento máximo para una prueba completa de cuatro ciclos, se eligió una concentración de sulfato de calcio de 0,65 gl<sup>-1</sup> para todos los experimentos posteriores. Todos los experimentos descritos en este eiemplo usan este valor óptimo.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

Al completarse cada experimento, se cortan fragmentos de membrana con un área de 6,5 cm² de la membrana justo debajo de la ubicación de los sensores ultrasónicos A, B y C. La caracterización post-mortem incluyó tanto mediciones gravimétricas como análisis de imágenes. Se obtienen mediciones gravimétricas comparando la masa de un fragmento de prueba con la de un fragmento de membrana virgen usado como referencia. Los resultados se expresan en cuanto a cambio de masa en porcentaje (Δm%). También se examinan los fragmentos de membrana mediante microscopio óptico de bajo aumento (20x) y se obtienen imágenes representativas de las superficies de fragmentos de membrana. Se usa un software de análisis de imágenes comercial (Image J, NIH) para analizar las imágenes de microscopio calculando la cobertura de área (ΔA%) que corresponde al área de membrana muestreada directamente por el sensor ultrasónico.

En algunos experimentos, se usa espectroscopía de energía dispersiva (EDS) (NSS, Thermo Scientific) para confirmar la ausencia o presencia de agente de formación de incrustaciones sobre los fragmentos de membrana. Se usa calcio como marcador en modos tanto de mapeo del área así como de masa total.

Con el fin de obtener una base firme para seleccionar los parámetros de funcionamiento de la célula de flujo, se usó un modelo numérico para predecir el índice de sobresaturación (SI) y el coeficiente de transferencia de masa de soluto como función de entradas de sistema incluyendo presión, concentración de soluto a granel y caudales de entrada. Se aplicó un modelo de transporte de película simple (correlación de transferencia de masa de Graetz) a un canal de placas paralelas en el que se usa la altura de canal como la altura de canal de flujo característica para el cálculo de los números de Sherwood y de Reynolds. Según el diseño de la célula, se dividió el canal de flujo en cinco secciones consecutivas que se extendían desde la entrada del módulo hasta la salida. El modelo de película unidimensional concentrado se resolvió usando la ecuación de flujo; se incorporó la polarización de concentración mediante la diferencia de presión osmótica entre la alimentación de salmuera (en la pared) y el permeado.

Se empleó el modelo para determinar una combinación de condiciones de concentración, velocidad de caudal y condiciones de presión que permitirían condiciones de subsaturación en el orificio 1 (SI ~1), y sobresaturación (SI ~2,5-3) en el orificio 5. Tal como se indica a partir de los resultados de modelado mostrados en el gráfico 1000 en la figura 10, se predijo que estos valores de SI (línea 1010) se producían con una concentración de alimentación de sulfato de calcio de 0,65 gl<sup>-1</sup> (conductividad: 890 ± 99 μScm<sup>-2</sup>), una presión de 758 ± 21 kPa (110 ± 3 psi), y un caudal de alimentación de 500 mlmin<sup>-1</sup>, lo cual corresponde a una velocidad de flujo cruzado de 5,4 cms<sup>-1</sup>. Se eligió esta concentración de alimentación para equilibrar lo mejor posible un tiempo de incubación adecuado con una escala temporal experimental razonable. La disminución de caudal de permeado debida a cambios en la presión osmótica como resultado de la conmutación de agua DI a la disolución de alimentación a 0,65 gl<sup>-1</sup> también se predice usando este modelo. Las disminuciones de caudal de permeado predichas debidas a la presión osmótica son las siguientes: el 13% (orificio 1), el 26% (orificio 3), y el 32% (orificio 5).

Los experimentos realizados permitieron a los inventores determinar la sensibilidad de los sensores ultrasónicos montados en el exterior en la detección y monitorización de la formación de incrustaciones en etapa temprana y permitieron adicionalmente establecer firmemente prueba de concepto para la metodología. En cada prueba, se usó inicialmente agua DI como disolución de alimentación durante al menos 48 h para completar la compactación de la membrana. Durante la fase de agua DI, el caudal de permeado disminuyó en un 20-30% debido a la compactación de la membrana. Inmediatamente tras la conmutación de agua DI a disolución de sal, el caudal de permeado en cada orificio disminuyó adicionalmente en un 10-30% inicialmente debido al cambio de presión osmótica. Durante cada ciclo de flujo individual, el caudal de permeado neto disminuyó debido a la formación de incrustaciones únicamente o aumentó debido a la limpieza (parcial) del agente de formación de incrustaciones. El caudal de permeado global, que es la suma de los caudales a partir de tres orificios seleccionados (1, 3 y 5), se presenta como la función de rendimiento del módulo de membrana, SUMA.

Se realizaron un total de cuatro pruebas. Las pruebas 1-3 se realizaron en modo de conmutación automática con una ligera modificación de la metodología de ventana dinámica. En la prueba 1, el cambio en el sentido de flujo se desencadenó tras un alejamiento de la línea de tendencia con respecto a la ventana dinámica y confirmación mediante tres puntos de datos ultrasónicos contiguos posteriores que también estaban fuera del límite de ventana (conmutación de "múltiple alejamiento", MD) (figura 4, gráfico 400A). En la prueba 2 el cambio en el sentido de flujo se desencadenó inmediatamente una vez que la línea de tendencia estaba fuera del límite de ventana dinámica

(conmutación de "primer alejamiento", FD) (figura 4, gráfico 400B). La prueba 3 se realizó mediante una ventana dinámica que usó únicamente la parte inicial del ciclo y una línea de tendencia basada en puntos ultrasónicos en el ciclo de parte final (conmutación de "primer alejamiento modificado", MFD): en este caso únicamente se usaron los 30 primeros puntos de amplitud para constituir los límites de ventana que permanecieron inalterados a lo largo de la duración de la prueba, mientras que la línea de tendencia se formó usando únicamente los 30 últimos puntos de amplitud del ciclo actual (figura 4, gráfico 400C). La prueba 4 es una prueba de referencia sin inversión de flujo (prueba sin conmutación, NS) (figura 4, gráfico 400D). En la tabla 1 se presentan los resultados de prueba incluyendo la duración de fase de sal total, el número total de ciclos de FF y RF, la disminución de caudal de permeado en cada orificio, la disminución de caudal de permeado neto para todo el módulo (SUMA), y análisis postmortem gravimétrico y de cobertura de área.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

En la prueba 1, inmediatamente tras la introducción de la disolución de sal, el caudal de permeado disminuyó en un 6, un 12 y un 13% en los orificios 1, 3, y 5, respectivamente, debido a cambios en la presión osmótica. La prueba 1 se realizó durante 78 h en la fase de disolución de sal con 7 ciclos de flujo directo (FF) y 6 de flujo inverso (RF). El caudal de permeado disminuyó en un 25, un 17 y un 17% adicionales en los orificios 1, 3 y 5, respectivamente, y el caudal de permeado global disminuyó en un 24% durante la fase de disolución de sal. Los resultados obtenidos a partir de los sensores ultrasónicos, así como los datos de caudal de permeado, se confirmaron mediante análisis de membrana post-mortem. El análisis de imágenes indicó que no se había producido ninguna formación de incrustaciones en el orificio 1, mientras que se observó una cobertura del 9 y del 16% del área de membrana en los orificios 3 y 5, respectivamente (tabla 1 anterior). Además, se observó un cambio de masa despreciable en fragmentos de membrana a partir de los orificios respectivos.

La disminución significativa de caudal de permeado y la cobertura de área de alta formación de incrustaciones en las ubicaciones aguas abajo indicaron que la metodología usada en la prueba 1 no era lo más eficaz posible en la prevención de la formación de incrustaciones. Por tanto, se realizó la prueba 2 usando el algoritmo de conmutación de primer alejamiento (figura 4, gráfico 400B). La fase de sal en la prueba 1 duró 78,5 h con 17 ciclos de FF y 17 de RF. El caudal de permeado disminuyó inicialmente en un 12, un 16 y un 20% en los orificios 1, 3, y 5, respectivamente, debido a cambios en la presión osmótica, y un 6, un 5 y un 10% adicionales, respectivamente, durante la fase de sal; estas respuestas individuales dieron como resultado una disminución de caudal de permeado global del 7%. Se terminó el experimento en un ciclo de RF en el que el orificio 1 era el orificio aguas abajo. La cobertura de área de membrana en este orificio era del 7%, mientras que no se detectó ninguna formación de incrustaciones en los orificios 3 y 5 (tabla 1). Además, no se observó ningún cambio de masa en fragmentos de membrana a partir de los orificios respectivos. En comparación con la prueba 1, la prueba 2 tuvo ~2,5 veces más ciclos de flujo a lo largo de la duración, y la disminución de caudal de permeado global fue menos de un tercio de la observada en la prueba 1.

La aplicación satisfactoria de la conmutación de sentido de flujo automática en las dos primeras pruebas, lo cual condujo a una baja disminución de caudal de permeado y una ligera cobertura de área de formación de incrustaciones en la prueba 2, verificó adicionalmente la eficacia de los sensores ultrasónicos en la detección de formación de incrustaciones en etapa temprana durante FR y la eficacia de FR en la mitigación de la formación de incrustaciones. Sin embargo, la duración de ciclo varió significativamente desde 50 min hasta más de 1000 min. Se cree que la variabilidad reflejó unos pocos ciclos muy largos en cada prueba, lo cual contribuyó significativamente a la formación de incrustaciones en superficie algo más extensa y a la mayor disminución de caudal de permeado que lo esperado. Por tanto, se consideró cuidadosamente la sensibilidad del enfoque y se modificó la metodología de ventana dinámica para ponderar de manera diferencial diferentes partes de cada ciclo (figura 4, gráfico 400C).

La prueba 3 tuvo una duración de 75,6 h con 19 ciclos de FF y 19 de RF. El caudal de permeado disminuyó en un 8, un 4 y un 5% en los orificios 1, 3 y 5, respectivamente, dando como resultado una disminución de caudal de permeado global del 4% (tabla 1). En la figura 11 se presenta el caudal de permeado total así como aquél para cada orificio individual: el orificio 1 se presenta en 1100A; el orificio 3 se presenta en 1100C; el orificio 5 se presenta en 1100B; y el global se presenta en 1110D. En la figura 12 se muestra un resultado de ventana dinámica representativo para uno de los ciclos de flujo durante esta metodología de prueba. Los resultados de análisis postmortem gravimétrico y de imágenes mostraron que no había formación de incrustaciones en los orificios 1 y 3, y únicamente cantidades traza de formación de incrustaciones en el orificio aguas abajo (orificio 5). La ligera formación de incrustaciones en la superficie de membrana fue difícil de detectar con microscopía óptica con un aumento de 20X. Por tanto, se usó SEM para confirmar la presencia de formación de incrustaciones en la que el tamaño de los cristales precipitados era significativamente menor que los de la prueba 1. Los resultados de EDS en el orificio 5 (1,1% en peso de calcio) sugirieron que el sensor ultrasónico es de hecho sensible a diferentes morfologías/tamaños de agente de formación de incrustaciones sobre la superficie de membrana. Además, la duración del ciclo más largo fue de 460 min. En comparación con las pruebas 1 y 2 en las que el tiempo de ciclo medio y la desviación estándar eran de 360±366 min y 138±176 min, respectivamente, la nueva metodología modificada tiene un tiempo de ciclo medio y desviación estándar de 119±107 min, lo cual refleja claramente un nivel inferior de variabilidad de la duración de ciclo.

60 La prueba 4 se diseñó como prueba de referencia para la FR automática controlada por sensor usando una metodología de ventana dinámica. Usando la misma condición de prueba que en las pruebas 1-3, se realizó la prueba 4 sin FR. Se realizó la prueba con una fase de sal de ~77 h usando un único ciclo de FF. Con

aproximadamente la misma duración de prueba que las pruebas 2 y 3, el caudal de permeado en el orificio aguas abajo disminuyó en un 55% y el caudal de permeado global disminuyó en un 31%. La interpretación de los resultados a partir de los sensores ultrasónicos y los datos de caudal de permeado se confirmó mediante microscopía óptica post-mortem de la superficie de membrana y análisis gravimétrico de los fragmentos de membrana en los tres orificios de penetración. Las mediciones gravimétricas proporcionaron un cambio de masa del 0, el 9 y el 8% en los orificios 1, 3, y 5, respectivamente, y el análisis de imágenes indicó que no había formación de incrustaciones en el orificio 1 y formación de incrustaciones significativa en los orificios 3 y 5 (tabla 1).

El caudal de permeado global únicamente disminuyó ligeramente (el 4-8%) en la prueba 3 a lo largo de los experimentos de ~80 h, que contenían más de 30 ciclos de FF y RF, en comparación con la disminución mucho mayor (el 31%) a lo largo de la duración de prueba similar de las pruebas que no usaban FR. El análisis postmortem en la prueba 3 indicó que el sensor ultrasónico respondió a la ligera formación de incrustaciones en el orificio aguas abajo mientras que los orificios intermedio y aguas arriba se mantuvieron libres de agente de formación de incrustaciones medible. En la prueba 4 en condiciones de funcionamiento idénticas a las de las pruebas 1-3 pero durante la cual no se empleó FR, la formación de incrustaciones fue extensa e incluso se extendió más allá del orificio intermedio. En conjunto, los datos de las pruebas 1-3 confirmaron que la FR controlada por ultrasonidos puede retrasar eficazmente la aparición de la formación de incrustaciones y mejorar el rendimiento de filtración en comparación con el caso sin FR (véase la figura 13).

La tabla 1 a continuación ilustra un resumen de los resultados de las pruebas 1-4 que muestra la duración de fase de sal total, el número total de ciclos de FF y RF, la disminución de caudal de permeado neto en cada orificio y todos los orificios de muestra (SUMA), y las métricas post-mortem: masa y cobertura de área.

N.º de prueba	Duración de prueba de fase de sal (h)	Ciclos de FF y RF totales	Último ciclo	Disminución de permeado neta en cada orificio (%)	SUMA (1+3+5) Disminución de permeado total (%)	Δm (%)	ΔΑ (%)
1	78,0	7 FF 6 RF	FF	25 (Orificio 1) 17 (Orificio 3) 17 (Orificio 5)	24	0 (Orificio 1) <1(Orificio 3) 0 (Orificio 5)	0 (Orificio 1) 9 (Orificio 3) 16 (Orificio 5)
2	78,5	17 FF 17 RF	RF	6 (Orificio 1) 5 (Orificio 3) 10 (Orificio 5)	7	0 (Orificio 1) 0 (Orificio 3) 0 (Orificio 5)	7 (Orificio 1) 0 (Orificio 3) 0 (Orificio 5)
3	75,6	19 FF 19 RF	FF	8 (Orificio 1) 4 (Orificio 3) 5 (Orificio 5)	4	0 (Orificio 1) 0 (Orificio 3) 0 (Orificio 5)	0 (Orificio 1) 0 (Orificio 3) <1(Orificio 5)
4	76,6	1 FF	FF	5 (Orificio 1) 35 (Orificio 3) 55 (Orificio 5)	31	0 (Orificio 1) 9 (Orificio 3) 8 (Orificio 5)	0 (Orificio 1) 58 (Orificio 3) 65 (Orificio 5)

# Ejemplo 2

5

10

15

20

25

30

35

40

El aparato es el mismo que en el ejemplo 1 excepto porque el emisor/receptor de impulsos es un modelo 5072pr de Olympus, el multiplexor usado es MUX-8 (Simex Sistemas Be-Insp), las formas de onda reflejadas se almacenan mediante un osciloscopio digital Tektronix TDS3012C a partir del cual se alimentan al ordenador. La interfaz A/D para peso, temperatura, presiones y formas de onda reflejadas es una tarjeta National Instruments NI-9219 conectada a un PC. Los datos de introducción de forma de onda y procedimiento se analizan mediante software escrito en la plataforma LabVIEW (versión 8.5) que genera la amplitud promedio, línea de tendencia y ventana de desviación estándar tal como se describe en la patente y en la figura 4. Entonces el software escrito en LabVIEW envía señales mediante la tarjeta USB 6008 D/A a las válvulas para realizar cuando la línea de tendencia interseca la ventana de operación que se mantiene a +/- de 1 a 1,2 veces la desviación estándar de la amplitud promedio. Las intersecciones en los primeros 15 minutos de cada ciclo se ignoran ya que reflejan la característica ruidosa de los datos iniciales.

El sistema de formación de incrustaciones fue una disolución a 1 g/l de sulfato de calcio dihidratado con un caudal de 90 l/min y una presión promedio aplicada de 9,5 bar. La permeabilidad de membrana fue de 7,35 l/m²-h.

Los resultados del funcionamiento durante 250 minutos se muestran en las figuras 14 y 15. Tal como puede observarse, la intervención es satisfactoria en la prevención de una disminución de flujo. A partir de las representaciones gráficas de la señal ultrasónica se observó que la intersección se produce algunas veces con el límite inferior y algunas veces con el límite superior. Los tiempos de inducción fueron del mismo orden de magnitud 55-65 minutos con variación esperada por la incertidumbre aleatoria y el hecho de que la nucleación no siempre sucederá en primer lugar en el área muestreada por el sensor ultrasónico. Sin embargo, la sensibilidad es lo suficientemente grande como para que el flujo se mantenga constante. En las figuras 16-18, se presentan las representaciones gráficas de las señales ultrasónicas para los tres sensores para el primer ciclo con una línea de tendencia calculada presentada en el momento de la primera conmutación. Puede observarse que la línea de

# ES 2 561 435 T3

tendencia cruza el límite de ventana únicamente para el sensor más aguas abajo mostrado en la figura 18. Esto confirma que el sensor es adecuadamente sensible para provocar la conmutación antes de que se formen incrustaciones en secciones aguas arriba adicionales. En el último ciclo, el experimento se detuvo sin conmutación y se abrió la célula. Los resultados para la señal ultrasónica muestran adicionalmente que los sensores aguas arriba para los canales 1 y 3 no abandonaron la ventana, pero la señal del sensor aguas abajo para el canal 5 acababa de abandonar la ventana a los 57 minutos. Sólo está comenzando una disminución de flujo que es apenas perceptible tras 65 minutos. Las micrografías de la membrana en el quinto canal y la cobertura de superficie bajo el área muestreada por el sensor ultrasónico fue inferior al 1%, aunque se detectó el depósito mientras que ningún depósito era apreciable en las áreas bajo los dos sensores aguas arriba.

## 10 Ejemplo 3 - Detección satisfactoria de formación de incrustaciones umbral con carbonato de calcio

Se usó el mismo aparato que en el ejemplo 2. Sin embargo, la disolución de alimentación estaba compuesta por CaCl<sub>2</sub> 7 mM y NaHCO<sub>3</sub> 7 mM. Se ajustó el pH de alimentación mediante burbujeo de CO<sub>2</sub> en el depósito de alimentación y se mantuvo mediante un controlador de pH que determinó la frecuencia de apertura y cierre de un solenoide que llevaba desde el cilindro de gas de CO2 hasta una tubería de inyección pipe en la línea de alimentación. Para este experimento se mantuvo el pH de la alimentación a 6,8. Dadas las constantes de equilibrio y calculando la polarización de concentración tal como se describió en el ejemplo 1, pero permitiendo un menor rechazo de ácido carbónico (73%) en contraposición a cloruro de calcio (100%) y bicarbonato de sodio (~98%) basándose en las condiciones hidrodinámicas, fue posible calcular la sobresaturación de calcita en la pared de membrana en función de la distancia aguas abajo desde la entrada del orificio. En condiciones de un caudal de recirculación de 89 l/h, presión de 11 bar y flujo inicial de ~65 l/m²-h, esto da como resultado un índice de saturación de Langelier (LSI) promedio (=logaritmo en base 10 del índice de saturación de calcita) de 0,75 (SI=5,6) en el orificio más aguas arriba (inicialmente orificio 1) y un índice de saturación de Langelier promedio de 0,97 (SI=9,4) en el orificio de permeado intermedio, y un índice de saturación de Langelier promedio (LSI) de 1,02 (SI=10,4) en el orificio más aquas abajo (inicialmente el orificio 5). El sentido de flujo no se conmutó tras comenzar la formación de incrustaciones en el orificio aquas abajo hasta ~30 minutos tras la primera indicación de formación de incrustaciones en el orificio aguas abajo (5) tal como se observa en el sensor ultrasónico.

Las figuras 19, 20 y 21 muestran los flujos para los orificios 1, 2, 3 y 5 respectivamente. La figura 20 muestra la línea de tendencia del sensor ultrasónico en el centro del orificio 3, y las figuras 22 y 23 muestran la línea de tendencia a partir del sensor de ultrasonidos en el extremo aguas arriba del orificio 5, que es el orificio más aguas abajo. Tal como puede observarse en la figura 21, el flujo en el orificio 5 comienza a disminuir aproximadamente a los 63 min mientras que el flujo en el orificio 3 comienza a disminuir aproximadamente a los 75 min. En cambio, el flujo en los orificios 1 y 2 son estables. La respuesta ultrasónica correspondiente a partir del orificio 5 muestra que la señal ultrasónica cruza la ventana en primer lugar (aproximadamente a los 60 min), seguido por el sensor del orificio 3 que muestra una disminución en un momento algo posterior (aproximadamente a los 75 min).

35 Se tomaron microfotografías de la membrana en el orificio 3 en el área bajo su sensor ultrasónico y la membrana en el orificio 5 en el área bajo su sensor ultrasónico. Estas microfotografías muestran que las cantidades de depósitos en evidencia indican claramente que el sensor ultrasónico que dio una señal más temprana (orificio 5) mostró un depósito más masivo dado el tiempo de ejecución más largo tras las indicaciones ultrasónicas iniciales de formación de incrustaciones. No se encontró ninguna formación de incrustaciones sobre la membrana bajo el sensor aguas arriba (orificio 1).

En un experimento de flujo cruzado posterior en las mismas condiciones de composición e hidrodinámicas de velocidad de flujo cruzado y flujo, se inició la conmutación en cuanto el sensor ultrasónico mostró signos de formación de incrustaciones en el orificio aguas abajo (sensor 3 en el orificio 5). En este caso aún no se había encontrado ningún signo de formación de incrustaciones por el sensor ultrasónico en los orificios aguas arriba (sensores 1 y 2) mientras que la sobresaturación no era tan alta en el orificio 5 (sensor 3).

Aunque se ha descrito la invención con respecto a un número limitado de realizaciones, estas no deben interpretarse como limitaciones del alcance de la invención, sino más bien como ejemplos de algunas de las realizaciones preferidas. Otras posibles variaciones, modificaciones y aplicaciones también están dentro del alcance de la invención.

50

45

15

20

25

30

#### REIVINDICACIONES

 Método de detección de condiciones previas de formación de incrustaciones que se producen sobre superficies internas de conductos de equipos de procesamiento de agua, comprendiendo el método:

transmitir una o más señales ultrasónicas a través de la pared de los conductos (10);

5

10

15

20

35

40

45

derivar, en tiempo real, muestras de datos indicativas de parámetros espectrales, a partir de señales ultrasónicas recibidas o reflexiones de las mismas;

calcular un promedio en movimiento de una dispersión de las señales ultrasónicas, a lo largo de un periodo de tiempo especificado, basándose en las muestras de datos derivadas desde el momento t=0 hasta el momento t:

aplicar un operando estadístico al promedio en movimiento, para proporcionar una métrica de distribución estadística;

determinar una ventana dinámica definida por: (i) un límite superior que es el promedio en movimiento más al menos una fracción de la métrica de distribución estadística y (ii) un límite inferior que es el promedio en movimiento menos la al menos una fracción de la métrica de distribución estadística;

generar una línea de tendencia que es un ajuste de las muestras derivadas y

monitorizar la línea de tendencia dentro de la ventana dinámica para detectar un cruce de la línea de tendencia en el límite superior o el límite inferior,

en el que dicho método comprende además actualizar dinámicamente los valores del límite superior y el límite inferior y la línea de tendencia en tiempo real añadiendo muestras de datos recién derivadas a dichas muestras de datos y recalculando así dicho promedio en movimiento.

- 2. Método según la reivindicación 1, en el que los límites superior e inferior se ajustan durante un periodo de tiempo inicial y después permanecen fijos.
- Método según la reivindicación 1, en el que la métrica de distribución estadística es una varianza o una desviación estándar.
- 4. Método según la reivindicación 1, que comprende además emitir una alerta tras la detección de un cruce.
  - 5. Método según la reivindicación 1, que comprende además aplicar una intervención en los equipos de procesamiento de agua de tal manera que se evita la formación de incrustaciones.
  - 6. Método según la reivindicación 5, en el que la intervención comprende al menos uno de: inversión de flujo, lavado con agua subsaturada, lavado osmótico, y un uso de una disolución de limpieza guímica.
- 30 7. Sistema (100) para detectar condiciones previas de formación de incrustaciones que se producen sobre superficies internas de conductos (10) de equipos de procesamiento de agua, comprendiendo el sistema:
  - al menos un transceptor ultrasónico (20A-20C) configurado para: (i) transmitir una o más señales ultrasónicas a través de la pared de los conductos (10), y (ii) recibir las señales ultrasónicas y reflexiones de las mismas;
  - un muestreador configurado para muestrear y derivar, en tiempo real, muestras de datos indicativas de parámetros espectrales, a partir de señales ultrasónicas recibidas o reflexiones de las mismas; y

estando el sistema caracterizado porque:

una unidad de procesamiento (60) está configurada para:

- (vi) calcular un promedio en movimiento de una dispersión de las señales ultrasónicas, a lo largo de un periodo de tiempo especificado, basándose en las muestras de datos derivadas desde el momento t=0 hasta el momento t;
- (vii) aplicar un operando estadístico al promedio en movimiento, para proporcionar una métrica de distribución estadística;
- (viii) determinar una ventana dinámica definida por: (i) un límite superior que es el promedio en movimiento más al menos una fracción de la métrica de distribución estadística y (ii) un límite inferior que es el promedio en movimiento menos la al menos una fracción de la métrica de distribución estadística;
- (ix) generar una línea de tendencia que es un ajuste de las muestras derivadas; y

# ES 2 561 435 T3

- (x) monitorizar la línea de tendencia dentro de la ventana dinámica para detectar un cruce de la línea de tendencia en el límite superior o el límite inferior;
- en el que los valores del límite superior y el límite inferior y la línea de tendencia se actualizan dinámicamente en tiempo real añadiendo muestras de datos recién derivadas a dichas muestras de datos y recalculando así dicho promedio en movimiento.
- 8. Sistema según la reivindicación 7, que comprende además un módulo de control (110) configurado para emitir una alerta tras la detección de un cruce.
- 9. Sistema según la reivindicación 7, que comprende además un módulo de control (110) configurado para aplicar una intervención a los equipos de procesamiento de agua de tal manera que se evita la formación de incrustaciones.

5

- 10. Sistema según la reivindicación 7, en el que los equipos de procesamiento de agua comprenden al menos uno de: membranas de osmosis inversa, nanofiltración, ultrafiltración, intercambiadores de calor, y tuberías de transporte de agua.
- 11. Sistema según la reivindicación 10, en el que la intervención comprende al menos uno de: inversión de flujo, lavado con agua subsaturada, lavado osmótico, y un uso de una disolución de limpieza química.

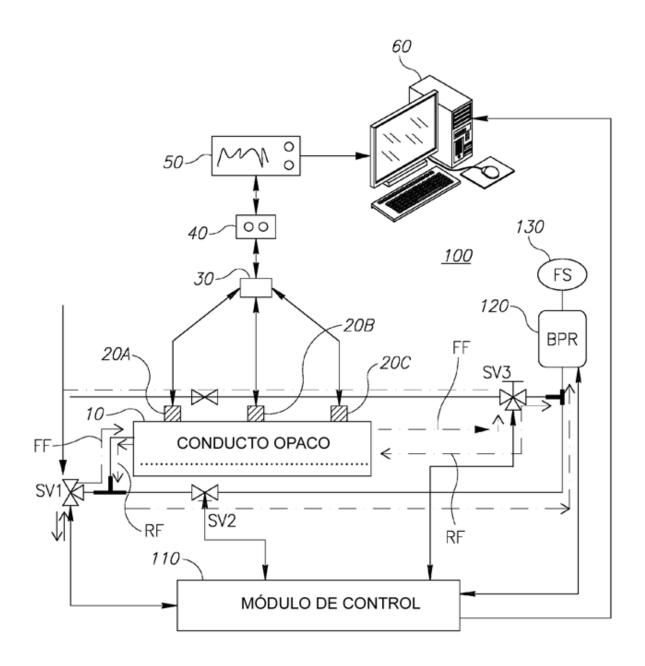


Figura 1

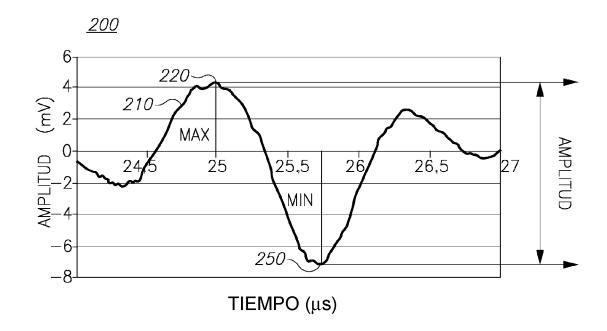


Figura 2

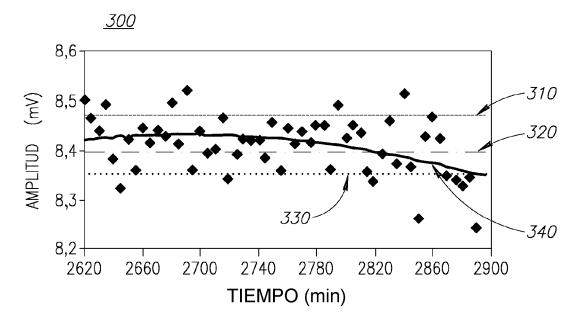


Figura 3

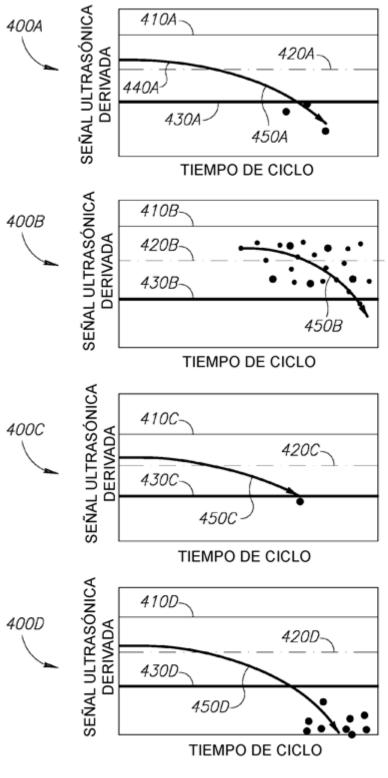


Figura 4

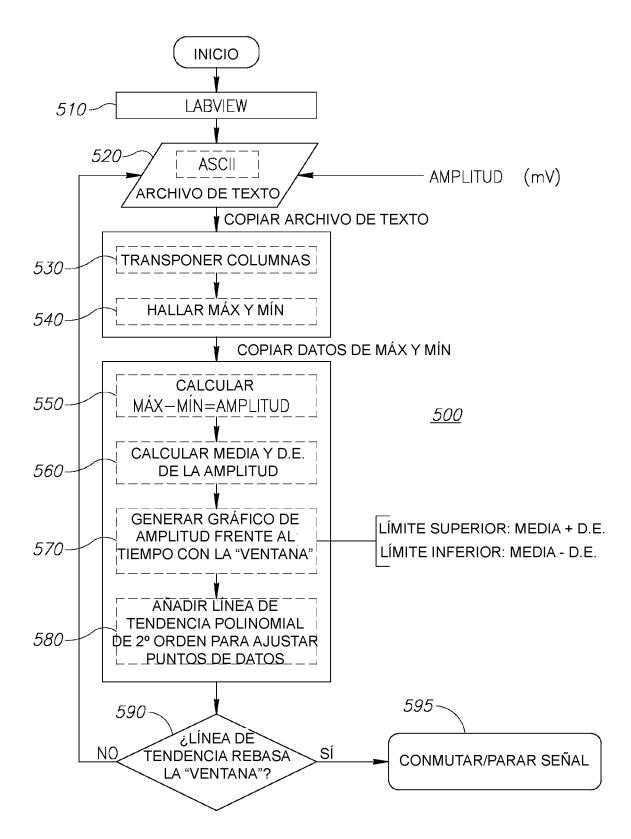
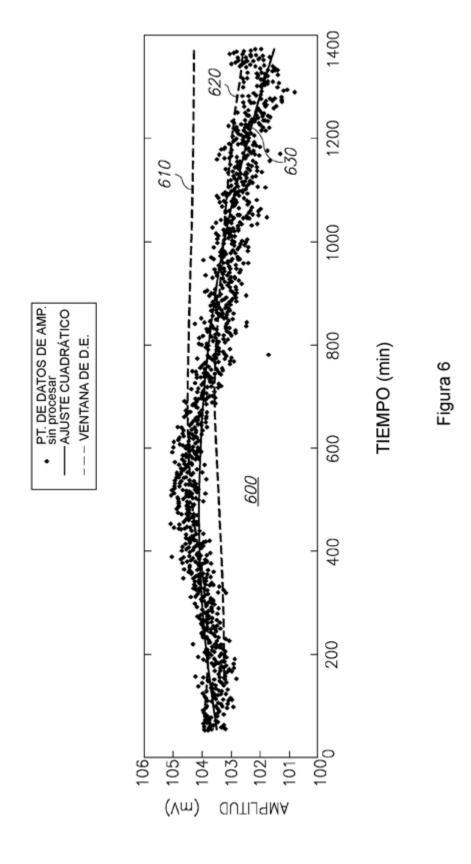
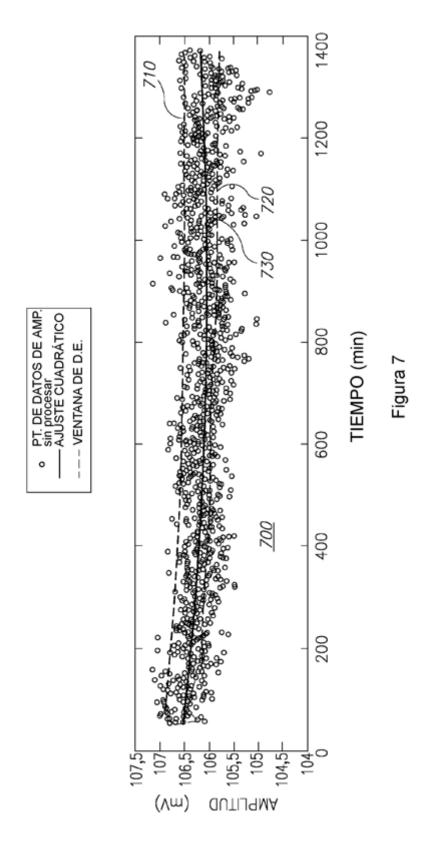
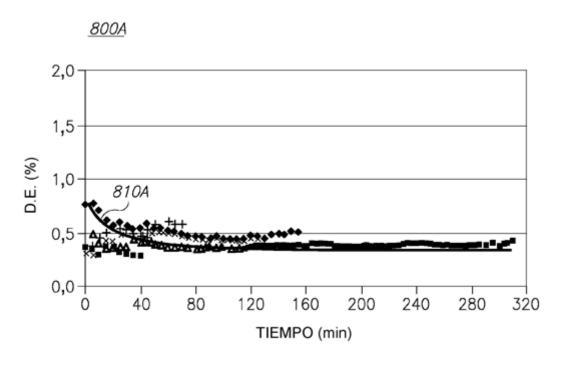


Figura 5







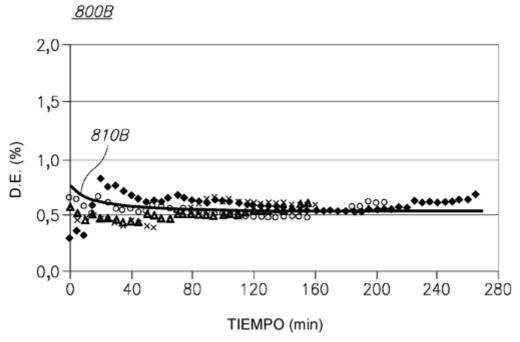
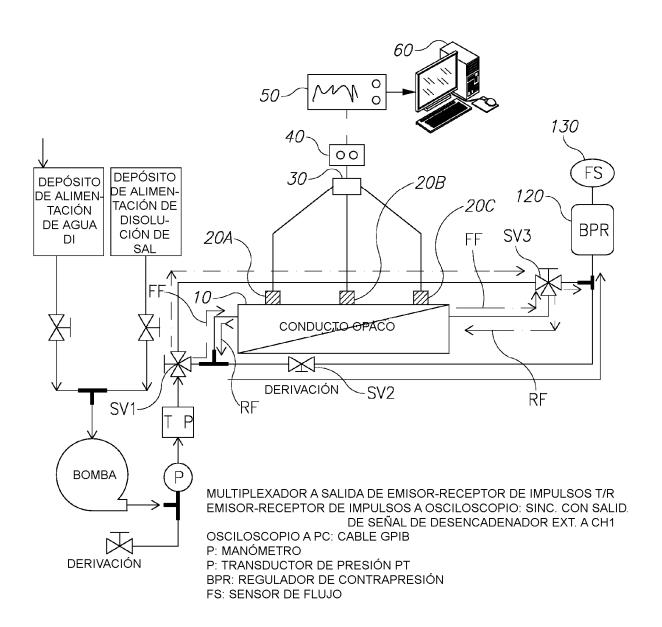


Figura 8



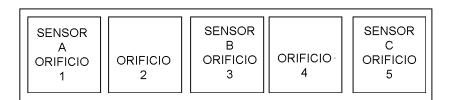


Figura 9

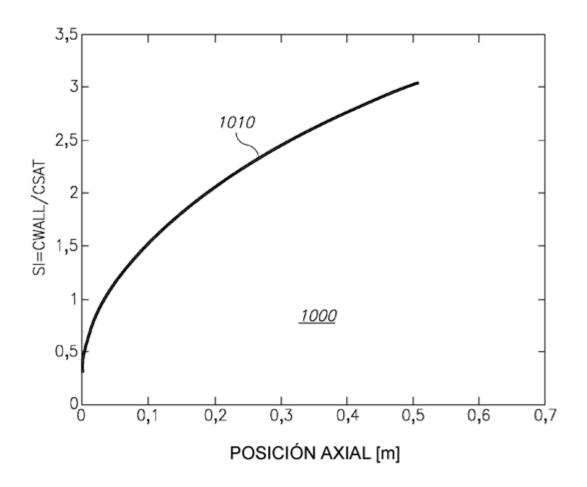


Figura 10

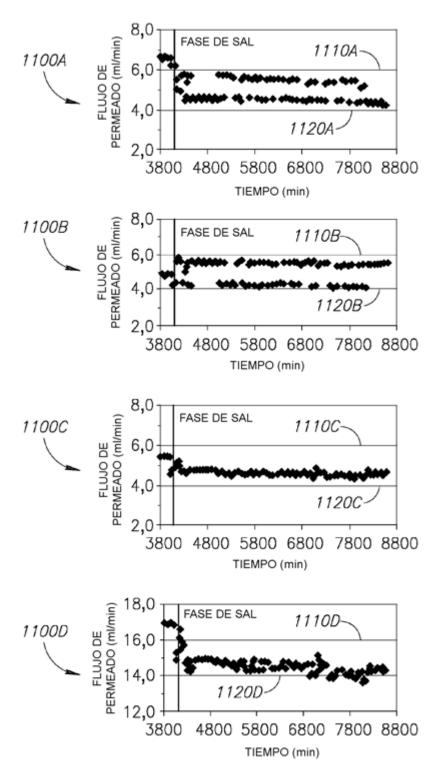


Figura 11

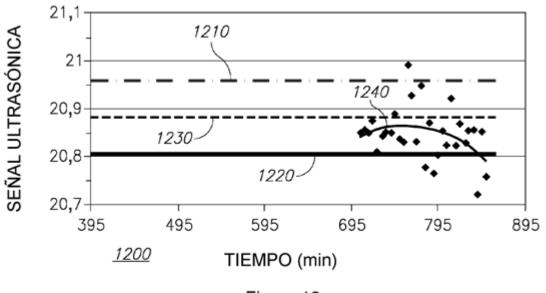


Figura 12

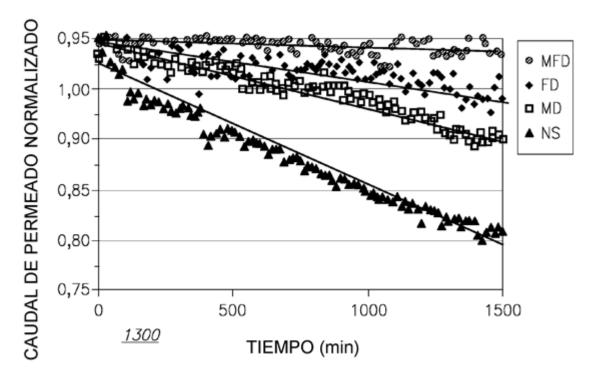


Figura 13

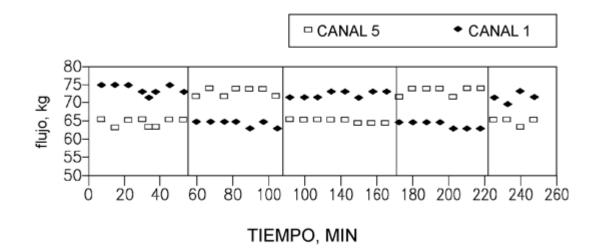


Figura 14

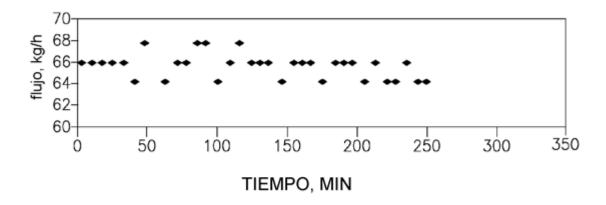


Figura 15

