

Risultati e discussioni

3.1 Introduzione

In questo capitolo vengono mostrati i risultati dei test effettuati in laboratorio e l'analisi dei dati sperimentali.

Per quanto riguarda la valutazione/ottimizzazione del processo di distillazione a membrana in termini di flussi e consumi energetici, le prove sono state condotte su tre differenti moduli progettati e realizzati in laboratorio. Come mostrato in dettaglio nel capitolo precedente, si tratta di moduli con area di membrana pari a 40 cm² in cui si ha un differente impatto della corrente da trattare sulla superficie della membrana: longitudinale, trasversale e cross flow.

I test sono stati condotti per due configurazioni di distillazione a membrana (DCMD e VMD) al variare della temperatura, della portata di alimentazione e per la VMD, del grado di vuoto lato permeato. Si è utilizzata una membrana piana commerciale simmetrica in polipropilene con pori di dimensione pari a 0.2 μm, spessore di 91 μm e porosità intorno al 70%.

Sono state, inoltre, investigate le potenzialità di tre moduli commerciali, realizzati ed utilizzati per scopi diversi dalla distillazione a membrana: i test sono stati effettuati in base alle caratteristiche dei moduli stessi tenendo conto dei limiti, in termini di temperatura, portata e pressione operative, imposte dalle case costruttrici.

In tutti i casi analizzati l'alimentazione è stata acqua distillata.

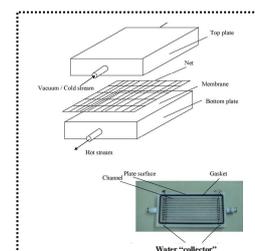
Le prove di concentrazione sono state effettuate considerando le sei diverse configurazioni precedentemente descritte, sia piane che a fibre, con membrane commerciali simmetriche in polipropilene con dimensione dei pori pari a 0.2 μm, $d_{int_{fibre}}=0.18$ cm, $d_{ext_{fibre}}=0.19$ cm e porosità del 70% circa; anche in questo caso, le condizioni operative sono state imposte dalla ditta fornitrice del prodotto preso in esame.

In seguito si riportano i risultati dei test sperimentali in termini di diagrammi e di tabelle.

3.2 Risultati dei test effettuati sui moduli realizzati in laboratorio

3.2.1 Test di DCMD (distillazione a membrana a contatto diretto)

La Fig. 31 mostra il flusso di distillato ottenuto con il modulo a flusso longitudinale a differenti valori di portata di alimentazione (Q_f) e di temperatura (T_f).



Modulo a flusso longitudinale

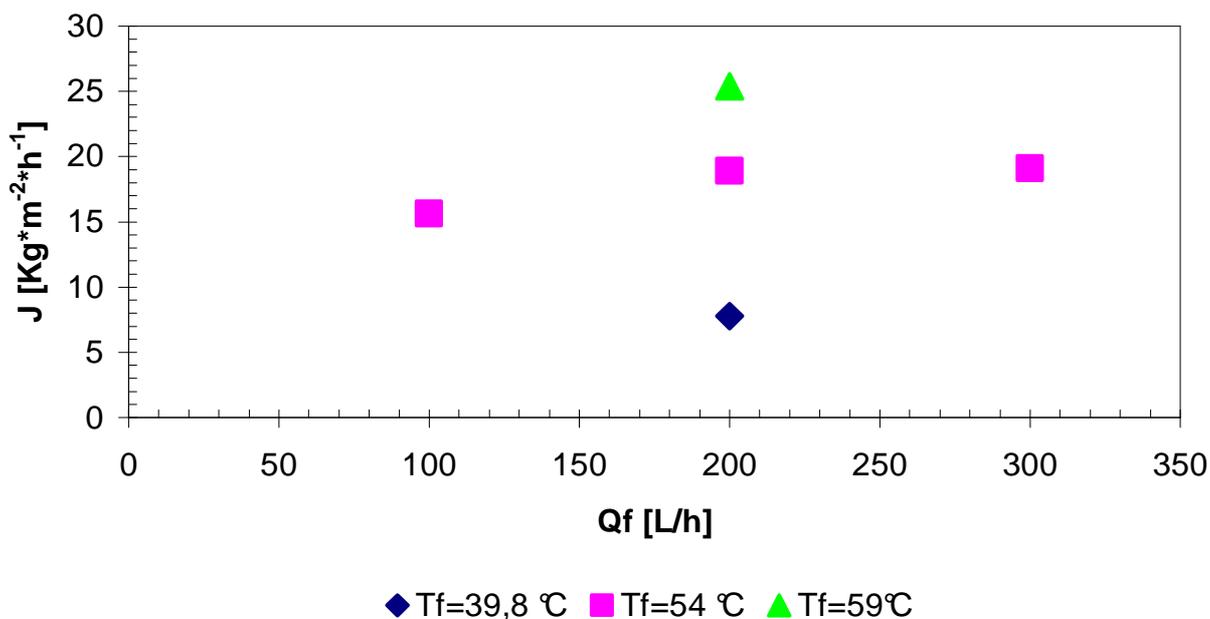


Fig. 31. Flusso di distillato in funzione della portata della corrente di alimentazione e della temperatura. Modulo a flusso longitudinale ($Q_d = 215$ L/h; 13.4 °C < T_d < 14.3 °C) [1].

Come previsto, il flusso è fortemente dipendente dalla temperatura della corrente di alimentazione, mentre variando la portata della corrente le variazioni di flusso riscontrate sono meno marcate. Inoltre, per valori di portata superiori ai 200 L/h, non si ottengono miglioramenti significativi, indice di assenza di controllo fluidodinamico sul trasferimento di massa.

La Fig. 32 riporta l'andamento dei flussi di distillato nel tempo per gli stessi esperimenti mostrati nella figura precedente.

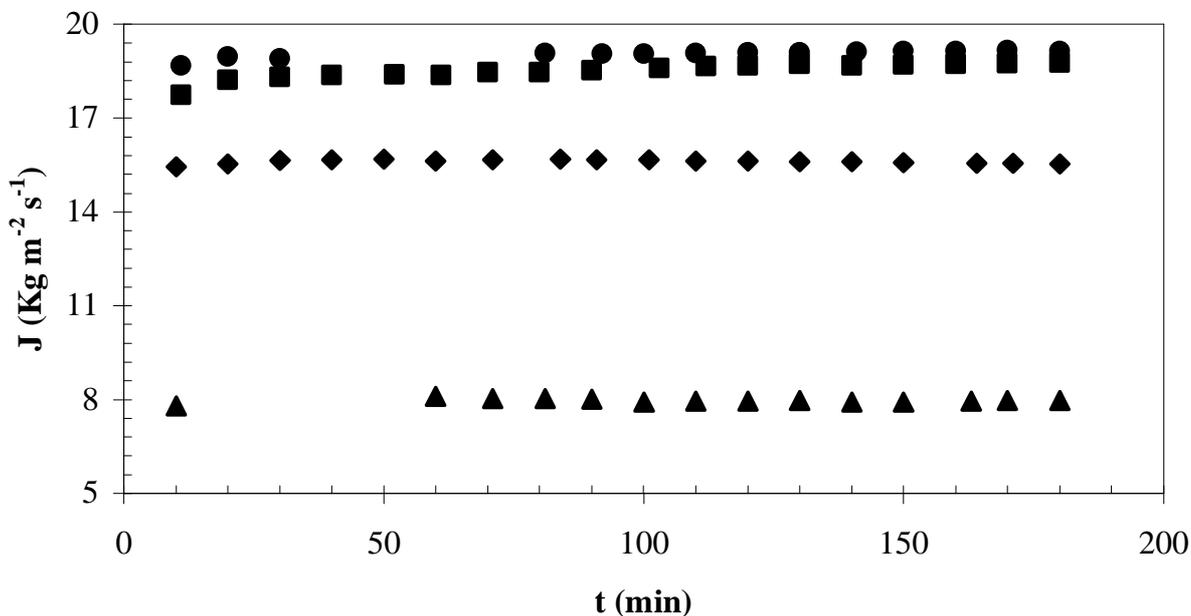


Fig. 32. Andamento del flusso di distillato nel tempo. Modulo a flusso longitudinale.
 ($Q_d = 215$ L/h) [◆ ($Q_f = 100$ L/h; $T_d = 14.3$ °C; $T_f = 54$ °C); ■ ($Q_f = 200$ L/h; $T_d = 14.1$ °C; $T_f = 54$ °C); ▲ ($Q_f = 200$ L/h; $T_d = 13.4$ °C; $T_f = 39.8$ °C); ● ($Q_f = 300$ L/h; $T_d = 14.3$ °C; $T_f = 54.3$ °C)] [1].

È possibile osservare che per tutte le prove lo stazionario è raggiunto ad un tempo di circa 50 minuti.

La tabella successiva mostra un confronto in termini di flusso di permeato, consumi energetici ed efficienza di evaporazione tra differenti test condotti sul modulo a flusso longitudinale.

Tab. 4. Confronto tra i differenti test condotti sul modulo a flusso longitudinale; $Q_d = 215$ L/h [1].

Q_f [L/h]	T_f [°C]	T_d [°C]	J [Kg/m ² h]	Consumo energ. [w]	Consumo energ./ Q_p [kW/(kg h ⁻¹)]	Efficienza di evap. [%]
100	54	14.3	15.6	227.7	3.65	30
200	59	14.3	25.4	360.3	3.55	39
200	54	14.1	18.9	287.6	3.80	29
200	39.8	13.4	7.81	143.0	4.58	20
300	54.3	14.3	19.1	274.2	3.60	27

Dalla tabella si evince che i migliori risultati in termini di rapporto consumi energetici/portata permeato (Q_p) ed efficienza di evaporazione, si ottengono alla portata di 200 L/h ed alla temperatura di 59 °C.

Riguardo l'efficienza di evaporazione i dati riportati nella tabella sono diagrammati in funzione della portata della corrente di alimentazione e della temperatura nella Fig. 33.

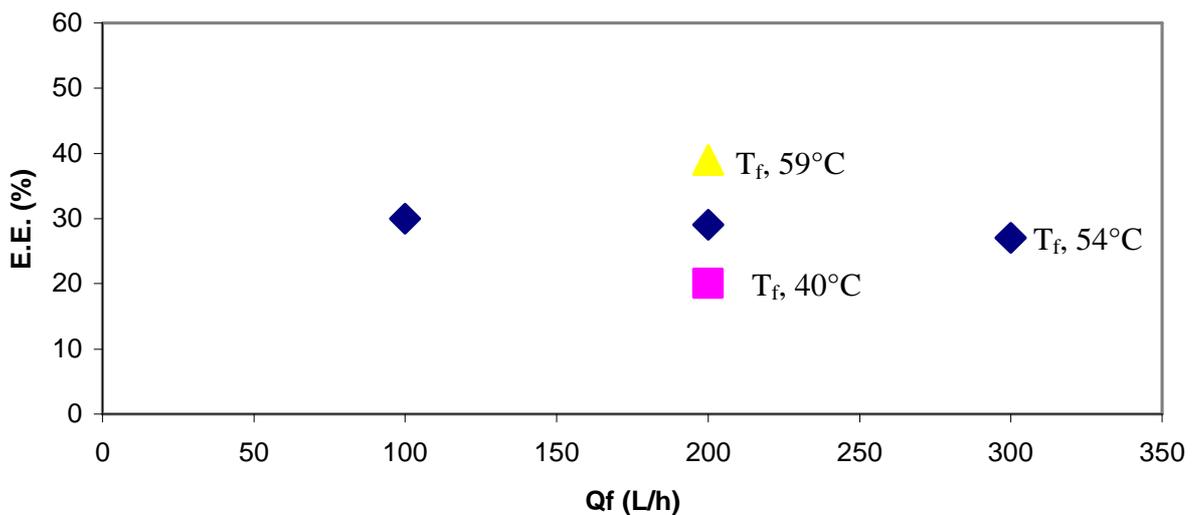
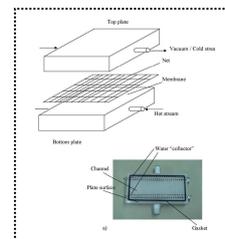


Fig. 33. Efficienza di evaporazione in funzione della portata di alimentazione e della temperatura. Modulo a flusso longitudinale ($Q_d=215$ L/h; $T_d, 13.4-14.3$ °C) [1].

L'efficienza di evaporazione è indipendente dalla portata della corrente liquida ed aumenta con la temperatura. Ad alte temperature operative il calore effettivamente utilizzato per l'evaporazione è più alto.

Sono stati condotti anche dei test con il modulo a flusso trasversale. La tabella successiva mostra un confronto tra le prestazioni, in termini di flusso, dei moduli longitudinale e trasversale.



Modulo a flusso trasversale

Tab.5. Confronto tra moduli a flusso longitudinale e trasversale.

	<i>Cella a flusso longitudinale</i>				<i>Cella a flusso trasversale</i>			
T_f [°C]	54	39.8	54	54.3	53.5	40.5	54.2	54.4
T_d [°C]	14.3	13.4	14.1	14.3	14.3	13.6	14.4	14.4
Q_d [L/h]	215	215	215	215	215	215	215	215
Q_f [L/h]	100	200	200	300	100	200	200	300
J [Kg/m² h]	15.6	7.81	18.9	19.1	15.5	7.5	16.5	17

I due moduli si comportano similmente, ma quello a flusso trasversale porta ad un flusso di distillato leggermente inferiore a quello ottenuto con il modulo a flusso longitudinale, operando nelle stesse condizioni. Questo è attribuibile, probabilmente agli “effetti di ingresso” che non permettono di avere profili di velocità sviluppati all’interno del modulo.

Sulla base dei risultati ottenuti il modulo a flusso trasversale non è stato utilizzato per ulteriori prove.

3.2.2 Test di VMD (*vacuum membrane distillation*)

Il modulo a flusso longitudinale è stato utilizzato anche per test di VMD.

Nel caso della VMD l'energia che deve essere fornita per raffreddare il distillato non è richiesta, ma deve essere considerato il consumo legato alla pompa da vuoto.

La Fig. 34 mostra come il flusso di distillato varia durante l'ottimizzazione dell'impianto di VMD quando per la realizzazione del vuoto viene utilizzata una pompa ad acqua.

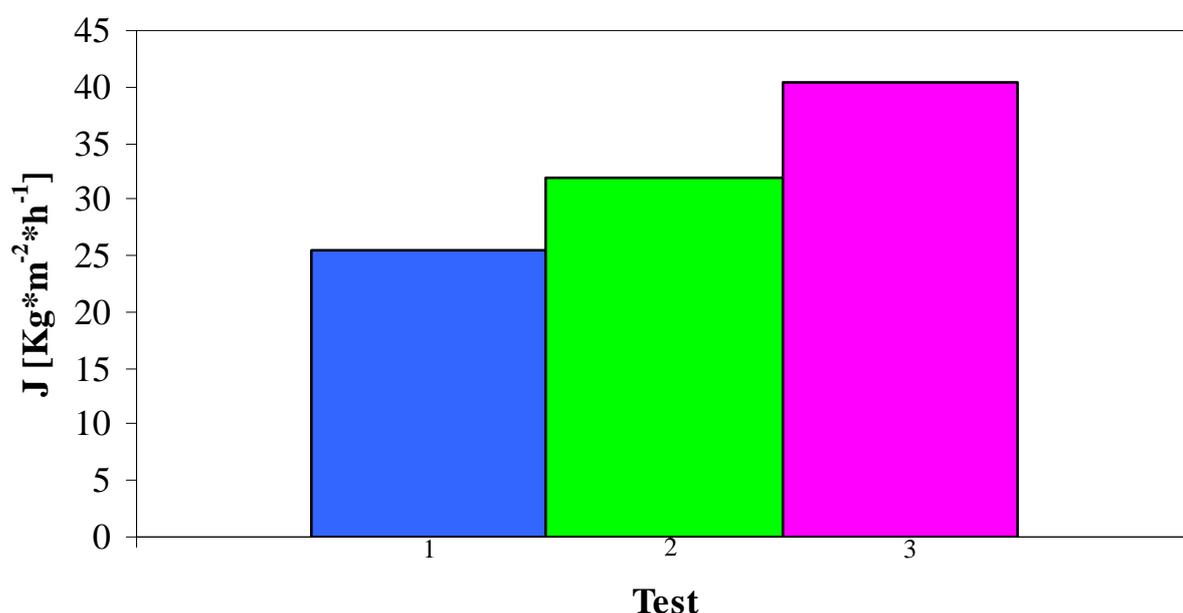


Fig. 34. Ottimizzazione del processo di VMD. Modulo a flusso longitudinale: $Q_f = 200$ L/h; $T_f \sim 59$ °C; P_d , 60 mbar; Test 1 senza serbatoio di raccolta del distillato e coibentazione del modulo; Test 2 con serbatoio di raccolta del distillato in ghiaccio e senza coibentazione del modulo; Test 3 con serbatoio di raccolta del distillato in ghiaccio e coibentazione del modulo [1].

Il raffreddamento della trappola di raccolta del distillato facilita la condensazione del vapor d'acqua con un conseguente incremento della forza spingente attraverso la membrana e, di conseguenza, del flusso. Per quanto riguarda la coibentazione del modulo, essa porta ad un incremento ulteriore del flusso, in quanto assicura che il lato permeato si trovi alla stessa temperatura del lato di alimentazione evitando, così, la condensazione della corrente di permeato sulla membrana che porterebbe alla formazione di uno strato di liquido sulla sua superficie, con conseguente aumento della resistenza al trasporto.

Nella Fig. 35 è mostrato un confronto tra DCMD e VMD nel caso del modulo a flusso longitudinale.

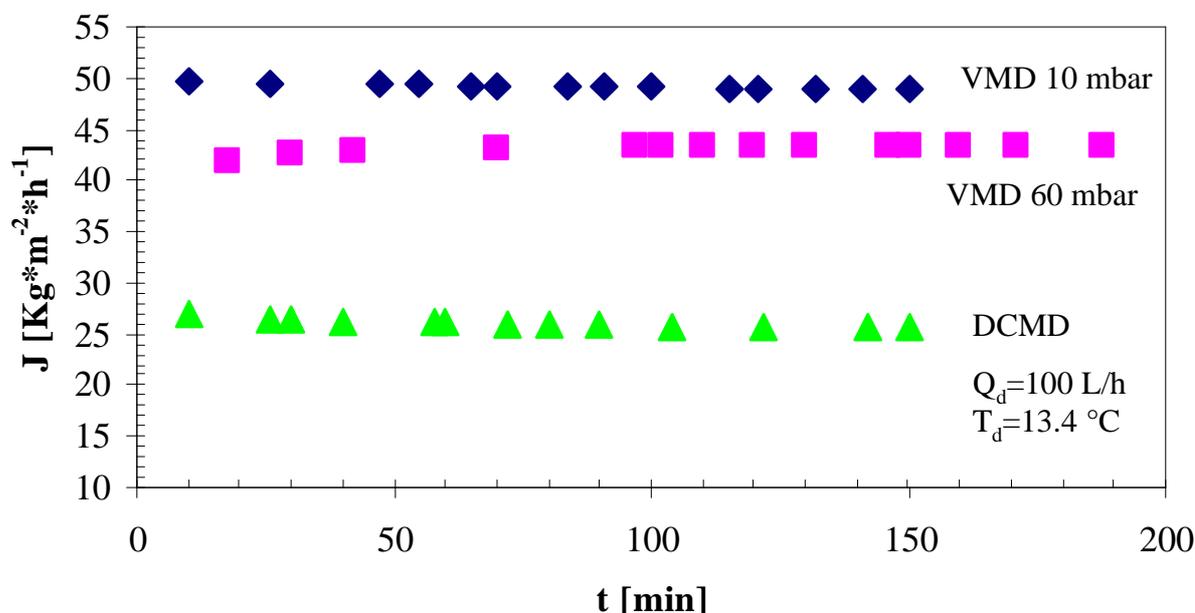


Fig. 35. Andamento del flusso di distillato nel tempo. Confronto tra DCMD e VMD. Modulo a flusso longitudinale. ($Q_f = 200$ L/h; $T_f \sim 59$ °C) [1].

La VMD permette di ottenere flussi di distillato più alti rispetto alla DCMD ed il flusso aumenta con il grado di vuoto applicato lato permeato. Il confronto tra VMD e DCMD è stato fatto anche in termini di consumi energetici ed efficienza di evaporazione ed i risultati sono riportati nella seguente tabella.

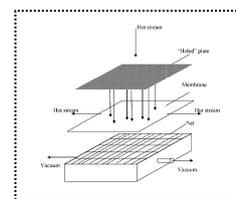
Tab. 6. Confronto tra DCMD ($T_f \sim 59$ °C; $Q_d=100$ L/h; $T_d=13,4$ °C) e VMD ($T_f \sim 59$ °C) per il modulo a flusso longitudinale [1].

Pd [mbar]	Qf [L/h]	J [Kg/m ² h]	Consumo energetico ^a [w]	Consumo energ./Q _p [kW/(kg h ⁻¹)]	Efficienza di evap. [%]
60	200	43,7	199,5	1,15	79
10	200	48,8	389,5	2,00	88
/	200	25,4	360,3	3,55	39

^a il consumo energetico della pompa ad alto vuoto è 250 W; per la pompa ad acqua, vuoto meno spinto, è 60 W

Nel processo di VMD il rapporto consumo energetico/portata permeato è più basso rispetto a quello ottenuto nel caso della DCMD; inoltre, aumenta con il grado di vuoto lato permeato. L'efficienza di evaporazione aumenta con il vuoto e si nota che, operando a 10 mbar di vuoto, si ottiene un'efficienza di evaporazione di circa 90%.

Prove di VMD sono state effettuate anche sul modulo cross-flow. La Fig. 36 riporta l'andamento del flusso di distillato nel tempo a differenti valori di vuoto lato permeato; anche in questo caso il flusso aumenta con il grado di vuoto applicato. Si nota, inoltre, che c'è una riduzione del flusso nel tempo per le prove condotte con la pompa ad acqua, in cui il serbatoio di raccolta del permeato è raffreddato con ghiaccio; ciò è dovuto al fatto che, nel tempo, parte del ghiaccio, a contatto con il serbatoio caldo, si è sciolto, portando, così, ad una riduzione della forza spingente.



Modulo cross flow

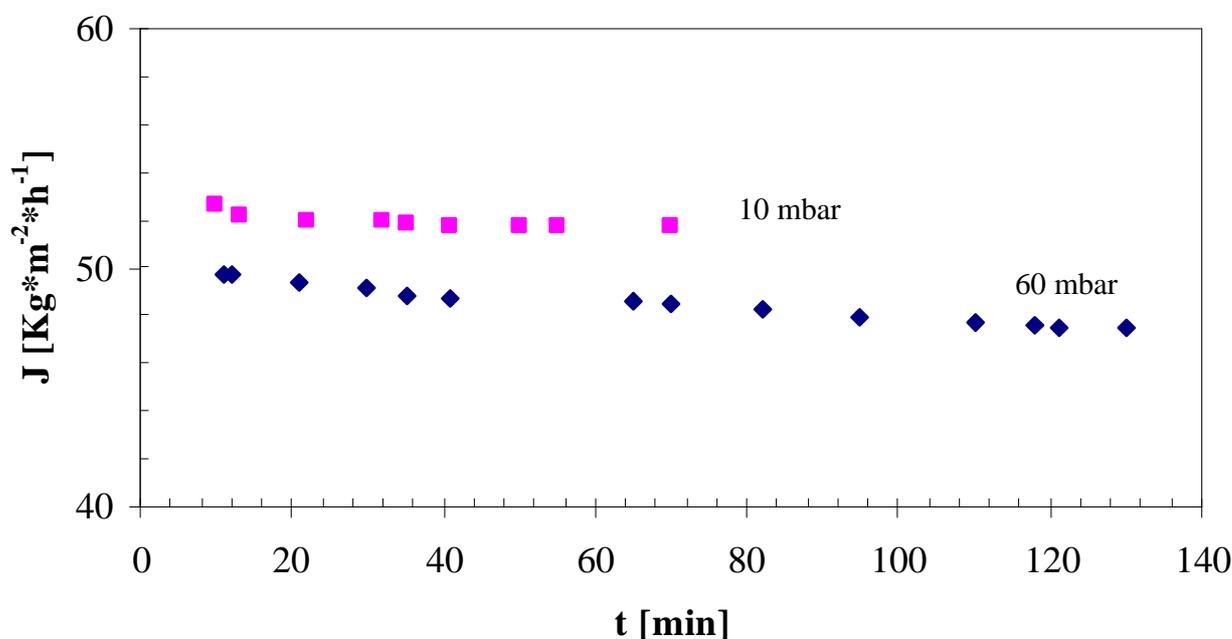


Fig. 36. Andamento del flusso di distillato nel tempo. Modulo "Cross flow"
 ($Q_f = 150 \text{ L/h}$; $T_f \sim 59 \text{ }^\circ\text{C}$) [1].

Gli effetti della portata della corrente di alimentazione e della sua temperatura sono mostrati nella Fig. 37 per prove condotte a 10 mbar lato distillato.

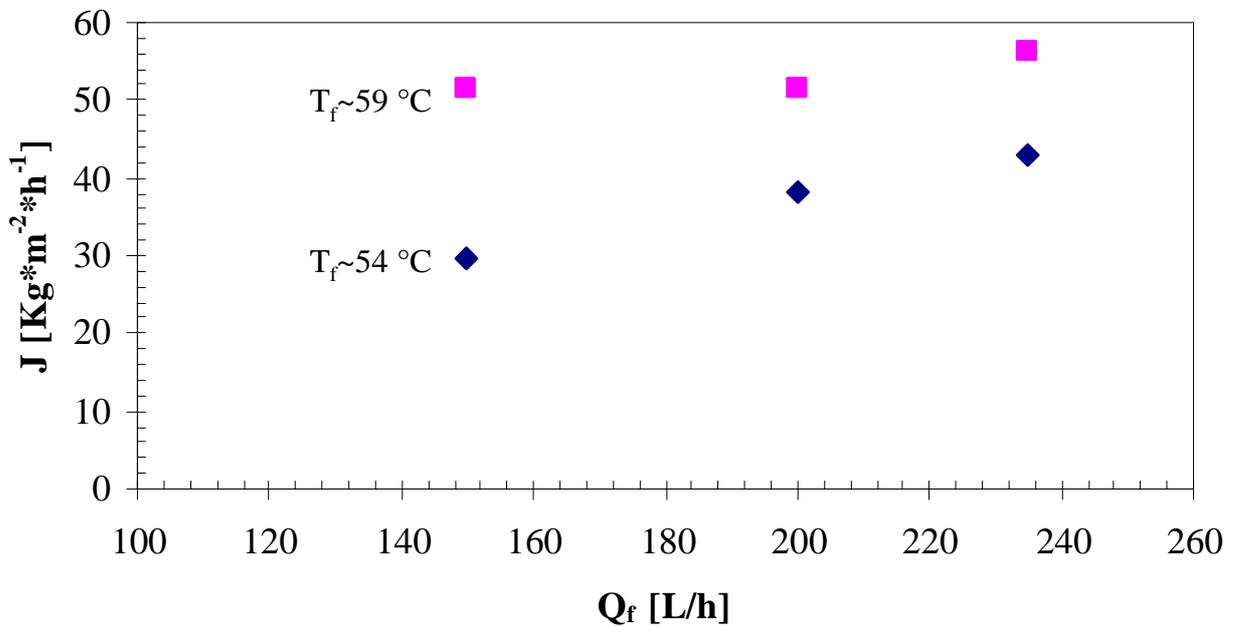


Fig. 37. Flusso di distillato in funzione della portata della corrente di alimentazione e della temperatura. Modulo “cross flow” ($P_d = 10$ mbar) [1].

L’incremento del flusso con la portata di alimentazione è molto evidente alla temperatura di 54 °C. A temperature più alte, il fenomeno di polarizzazione per temperatura aumenta a causa dei flussi più alti attraverso la membrana. In questo caso variazioni di portata dell’alimentazione da 150 a 235 L/h, non portano ad una significativa riduzione della polarizzazione per temperatura e, quindi, il flusso varia marginalmente.

Per le stesse prove, la Fig. 38 riporta le variazioni di temperature della corrente calda lungo il modulo.

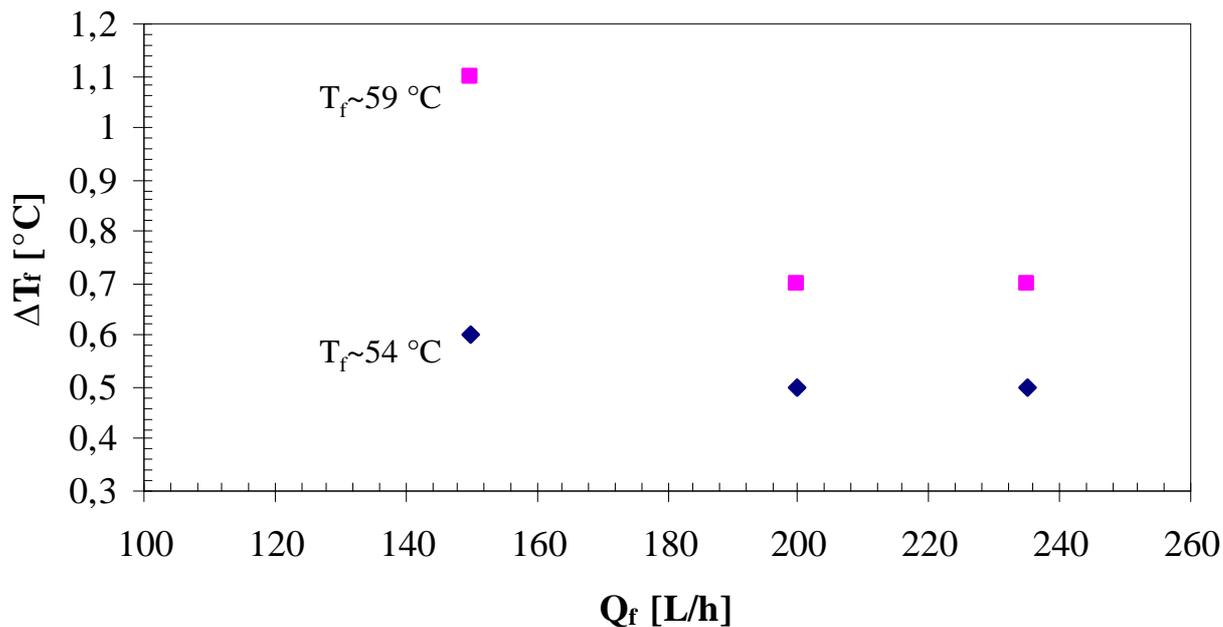


Fig. 38. Differenza di temperatura della corrente calda lungo il modulo in funzione della portata di alimentazione e della temperatura. Modulo cross-flow ($P_d = 10$ mbar) [1].

Facendo ricircolare la corrente calda a valori più alti di portata si nota una riduzione della differenza di temperatura lungo il modulo a causa della riduzione del tempo di residenza della corrente nel modulo e, quindi, del minore calore scambiato. Inoltre, più è alta la temperatura dell'alimentazione, più è alto il ΔT lungo il modulo a causa del flusso di trans-membrana maggiore.

La tabella successiva riassume i risultati ottenuti con il modulo cross flow in termini di rapporto consumo energetico/ portata di permeato.

Tab.7. Risultati ottenuti con il modulo "cross flow" [1].

Q_f [l/h]	$T_{f,in}$ [°C]	P_d [mbar]	J [kg/m ² h]	Consumo energ. [w]	Consumo/ Q_p [kW/(kg h ⁻¹)]
150	53.9	10	29.7	354.6	2.98
150	59.3	10	51.5	441.8	2.15
200	54.0	10	38.1	366.2	2.40
200	59.4	10	51.6	412.7	2.00
235	54.3	10	42.9	386.6	2.25
235	59.2	10	56.2	441.2	1.98
150	59.1	60	46.9	199.5	1.08
200	59.1	60	49.9	222.7	1.13
235	59.2	60	50.5	223.9	1.10

La tabella mostra che il valore più alto di flusso di distillato è $56.2 \text{ kg/m}^2 \text{ h}$ a 235 L/h , $59.2 \text{ }^\circ\text{C}$ ed alla pressione lato permeato di 10 mbar . Considerando il rapporto consumo energetico/portata di permeato, il valore più basso si ottiene a 235 L/h , $59.2 \text{ }^\circ\text{C}$ e 60 mbar , unitamente ad un flusso elevato ($50.5 \text{ kg/m}^2 \text{ h}$).

La Tab.8 confronta il rapporto consumo energetico/portata di permeato ed efficienza di evaporazione tra i moduli longitudinale e cross-flow.

Tab. 8. Confronto tra i moduli cross-flow e longitudinale [1].

Modulo	Q_f [l/h]	T_{f,in} [°C]	P_d [mbar]	J [kg/m²h]	Consumo energ. [w]	Consumo/Q_p [kW/(kg h⁻¹)]	Efficienza di evaporazione [%]
Cross-flow	200	59.1	60	49.9	222.7	1.13	77
Longitudinale	200	59.3	60	43.7	199.5	1.15	79

A parità di rapporto consumo energetico/portata di permeato la configurazione cross-flow porta a valori più alti di flusso di distillato. Questo è dovuto, probabilmente, alla riduzione della temperatura di polarizzazione grazie all'impatto perpendicolare della corrente calda sulla superficie della membrana [1].

3.3 Risultati dei test di DCMD e VMD effettuati sui moduli commerciali

3.3.1 Modulo Gambro



Sono state effettuate delle prove sia in modalità DCMD (inviando la corrente calda nelle fibre e quella fredda nel mantello) che in modalità VMD (a diversi gradi di vuoto e realizzando il vuoto sia nelle fibre che nel mantello).

La figura 39 e le tabelle 9 e 10 riportano i dati relativi alle prove sperimentali eseguite.

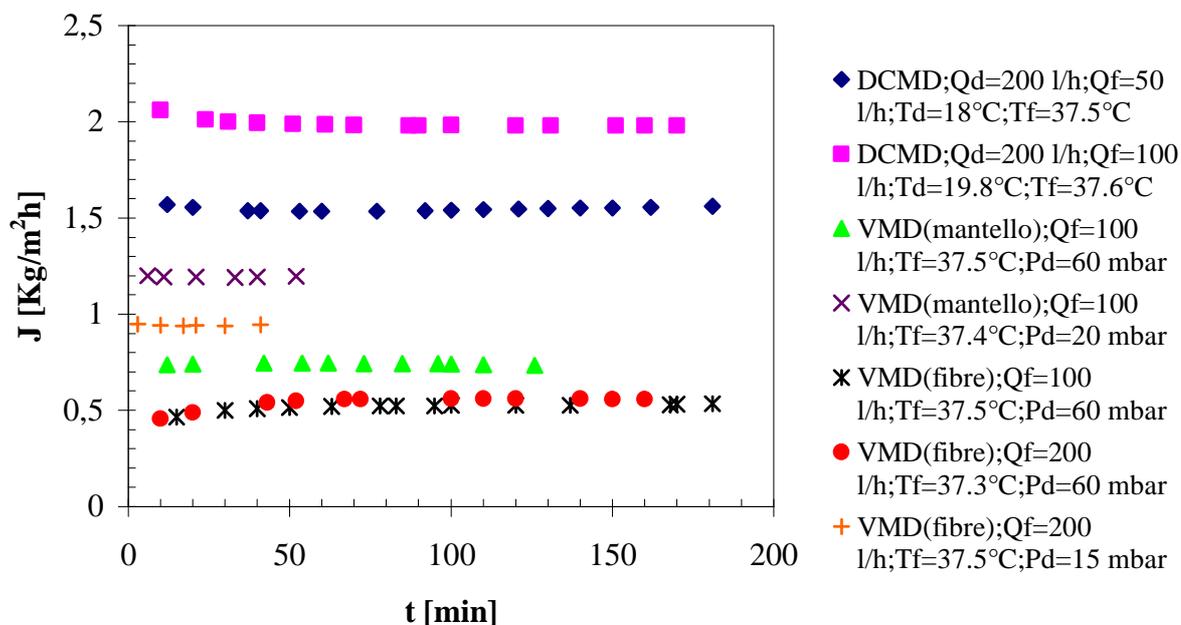


Fig.39. Andamento dei flussi di distillato nel tempo. Modulo Gambro.

Tab 9. Tabella dei consumi energetici per il modulo Gambro; DCMD; Q_d=200 L/h.

Q _f [l/h]	T _{f,in} [°C]	T _{d,in} [°C]	J [kg/m ² h]	Consumo [w]	Consumo/Q _p [kW/(kg h ⁻¹)]
50	37.5	18	1.6	1952.5	3.49
100	37.6	19.8	2.0	2568.5	3.67

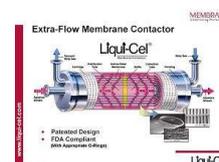
Tab 10. Tabella dei consumi energetici per il modulo Gambro; VMD .

<i>Processo</i>	Q_f [l/h]	T_{f,in} [°C]	P_d [mbar]	J [kg/m ² h]	Consumo [w]	Consumo/Qp [kW/(kg h ⁻¹)]
Vuoto fibre	100	37.5	60	0.54	153.0	0.81
Vuoto fibre	200	37.3	60	0.56	199.5	1.02
Vuoto fibre	200	37.5	15	0.94	459.2	1.40
Vuoto mantello	100	37.5	60	0.73	187.8	0.74
Vuoto mantello	100	37.4	20	1.2	470.8	1.12

Il diagramma e le tabelle mostrano che i flussi di distillato maggiori si ottengono con il processo DCMD (il flusso aumenta all'aumentare della portata di alimentazione) a cui corrispondono anche i maggiori consumi energetici; inoltre il flusso aumenta con il grado di vuoto ed è maggiore quando è applicato lato mantello.

Considerando il rapporto Consumo/Qp, la situazione migliore è rappresentata dal caso in cui il vuoto è applicato lato mantello nelle seguenti condizioni operative: Q_f= 100 l/h, T_{f,in}=37.5 °C, P_d=60 mbar.

3.3.2 Modulo Liquicel



Sul modulo commerciale Liquicel non è stato possibile condurre prove di DCMD in quanto, a causa del ridotto spessore delle fibre (circa 30 µm), la differenza di temperatura tra le due correnti era praticamente nulla.

Sono state effettuate, pertanto, solo delle prove in modalità VMD a diversi gradi di vuoto e realizzando il vuoto solo nelle fibre.

La figura 40 e la tabella 11 riportano i dati relativi alle prove sperimentali eseguite.

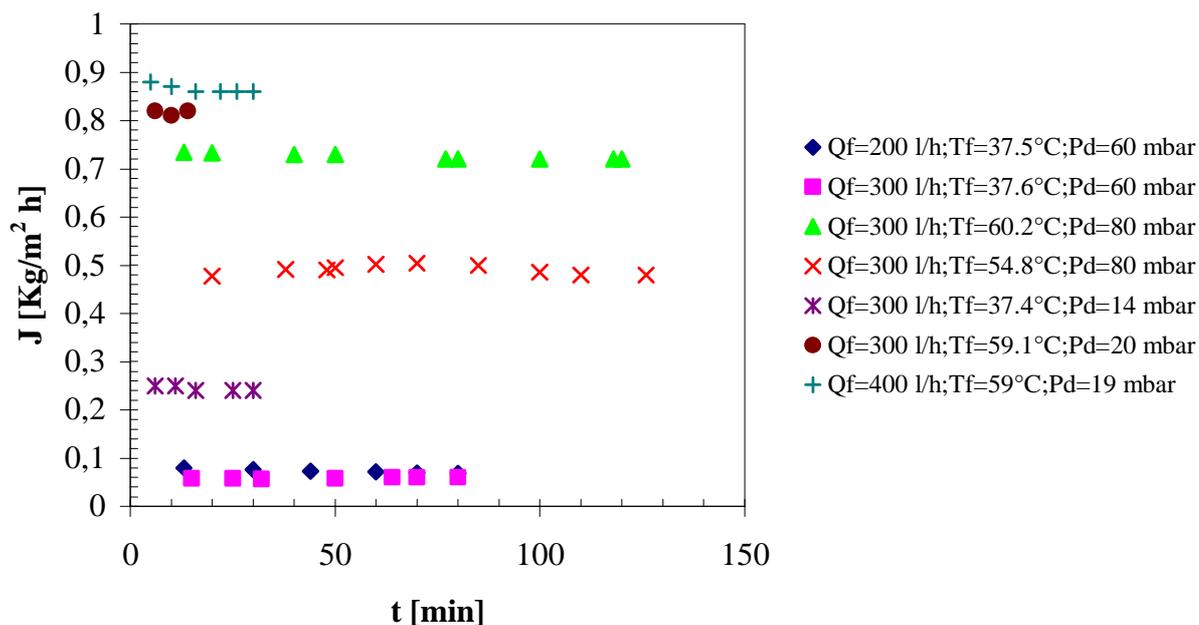


Fig. 40. Andamento dei flussi di distillato nel tempo. Modulo Liquicel.

Il diagramma mostra che il flusso di distillato aumenta con il grado di vuoto, con la portata e la temperatura del lato alimentazione.

Tab 11. Tabella dei consumi energetici per il modulo Liquicel.

Q _f [l/h]	T _{f,in} [°C]	ΔT _f [°C]	P _d [mbar]	J [kg/m ² h]	Consumo [w]	Consumo/Q _p [kW/(kg h ⁻¹)]
200	37.5	0.5	60	0.06	176.2	2.10
300	37.6	0.3	60	0.06	164.6	1.96
300	54.8	1.5	80	0.48	583.0	0.87
300	60.2	2.1	80	0.71	792.2	0.80
300	37.4	0.7	14	0.24	494.1	1.47
300	59.1	2.1	20	0.82	982.2	0.86
400	59	1.7	19	0.86	1040.3	0.86

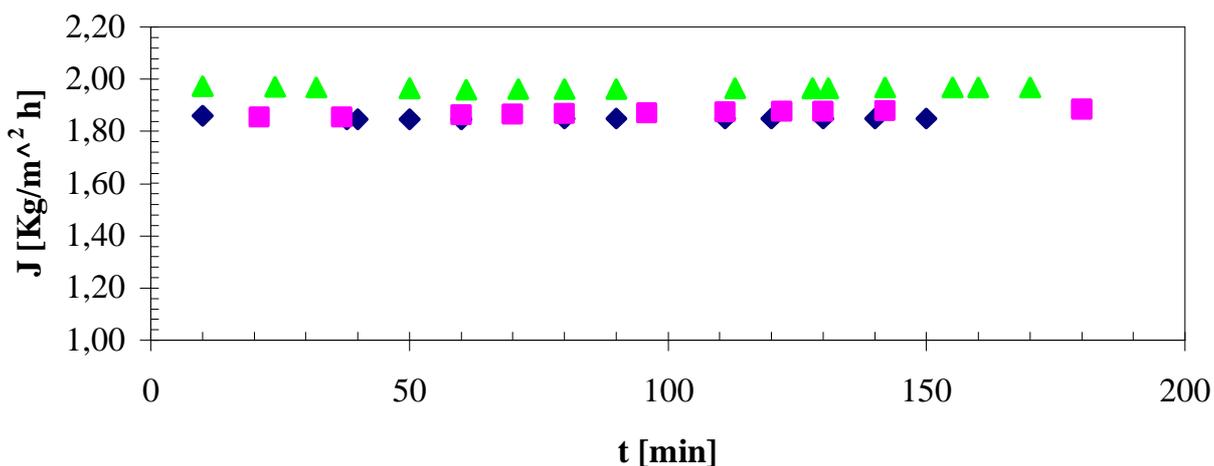
La condizione migliore in termini di rapporto consumo/portata di permeato è ottenuta operando con: Q_f=300 L/h, T_f=60,2 °C, P_d=80 mbar.

3.3.3 Modulo Microdyn



Sul modulo commerciale Microdyn sono state effettuate delle prove sia in modalità DCMD (inviando la corrente calda nelle fibre e quella fredda nel mantello) che in modalità VMD (a diversi gradi di vuoto e realizzando il vuoto sia nelle fibre che nel mantello).

La figura 41 e la tabella 12 riportano i dati relativi ai test di DCMD, ottenuti al variare della portata di alimentazione.



- ◆ DCMD; Q_d=200 l/h; Q_f=100 l/h; T_d=17.4°C; T_f=38.7°C
- DCMD; Q_d=200 l/h; Q_f=200 l/h; T_d=17.7°C; T_f=38°C
- ▲ DCMD; Q_d=200 l/h; Q_f=300 l/h; T_d=17.5°C; T_f=37.6°C

Fig.41. Diagramma di confronto fra le prove di DCMD per il modulo Mycrodin.

Tab 12. Tabella dei consumi energetici; Modulo Microdyn; Q_d=200 L/h.

Q _f [l/h]	J [Kg/m ² h]	Consumo [w]	Consumo/Q _p [kW/(kg h ⁻¹)]
100	1.9	767.1	4.04
200	1.9	836.8	4.40
300	2.0	825.2	4.13

I valori ottenuti mostrano che nelle prove di DCMD l'aumento della portata della corrente di alimentazione non porta ad una sostanziale variazione dei flussi di distillato e dei consumi energetici.

Le figure 42 e 43 mostrano il confronto fra i flussi ottenuti realizzando diversi gradi di vuoto lato mantello e lato fibre, rispettivamente.

I relativi consumi energetici si riportano nelle tabelle 13 e 14.

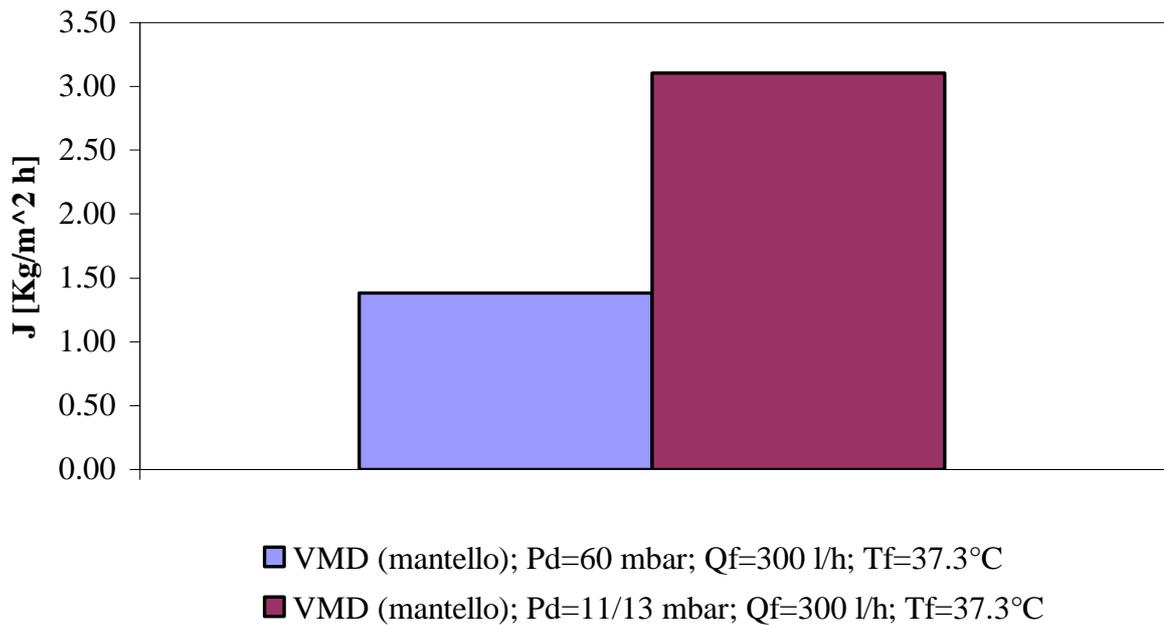


Fig.42. Diagramma di confronto fra le prove di VMD (vuoto realizzato nel mantello) per il modulo Microdyn

Tab 13. Tabella dei consumi energetici.

Q_f [l/h]	P_d [mbar]	J [Kg/m ² h]	Consumo [w]	Consumo/Q_p [kW/(kg h ⁻¹)]
300	60	1.4	129.7	0,93
300	11/13	3.1	424.3	1,37

La diminuzione della pressione del lato permeato (con vuoto realizzato nel mantello del modulo) porta ad un aumento sia del flusso di distillato che dei consumi energetici.

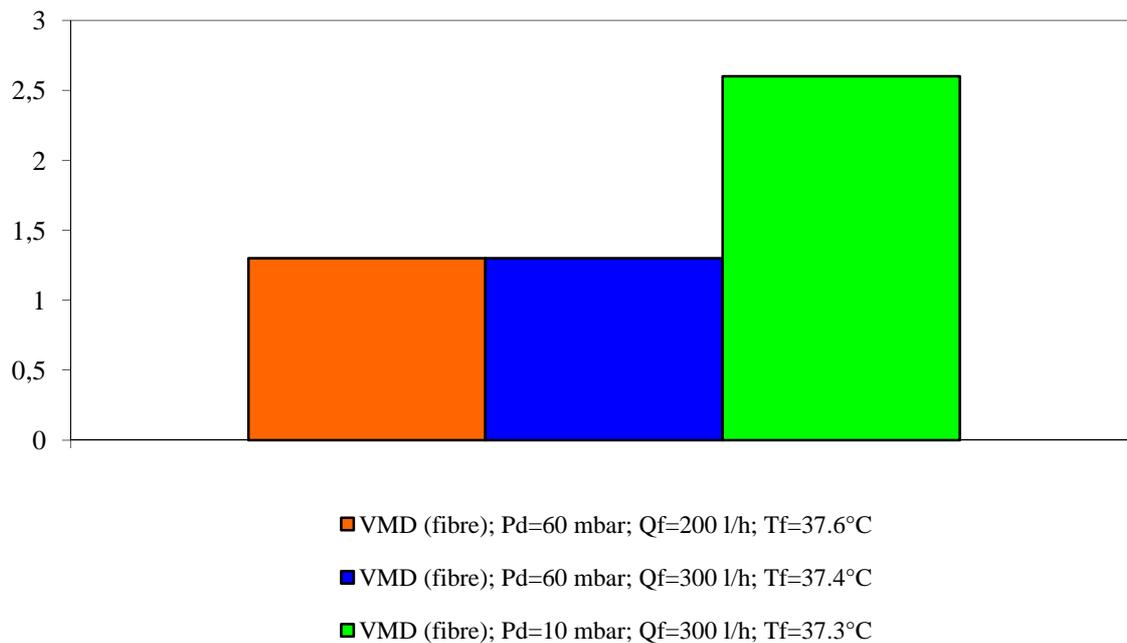


Fig. 43. Diagramma di confronto fra le prove di VMD (vuoto realizzato nelle fibre) per il modulo Microdyn.

Tab 14. Tabella dei consumi energetici.

Q_f [l/h]	P_d [mbar]	J [Kg/m ² h]	Consumo [w]	Consumo/Q_p [kw/(kg h ⁻¹)]
200	60	1.3	153.0	1.18
300	60	1.3	164.6	1.27
300	10	2.6	424.3	1.63

Nel caso in cui si realizza il vuoto nelle fibre, l'aumento della portata della corrente di alimentazione, a parità di pressione del lato permeato, non influenza il flusso di distillato e porta ad un lieve aumento dei consumi energetici.

La diminuzione della pressione del lato permeato provoca, invece, un aumento sia del flusso di distillato che del consumo energetico.

La figura 44 confronta i flussi ottenuti nelle diverse prove effettuate. In tabella 15 vengono riportati i consumi energetici associati ai casi esaminati.

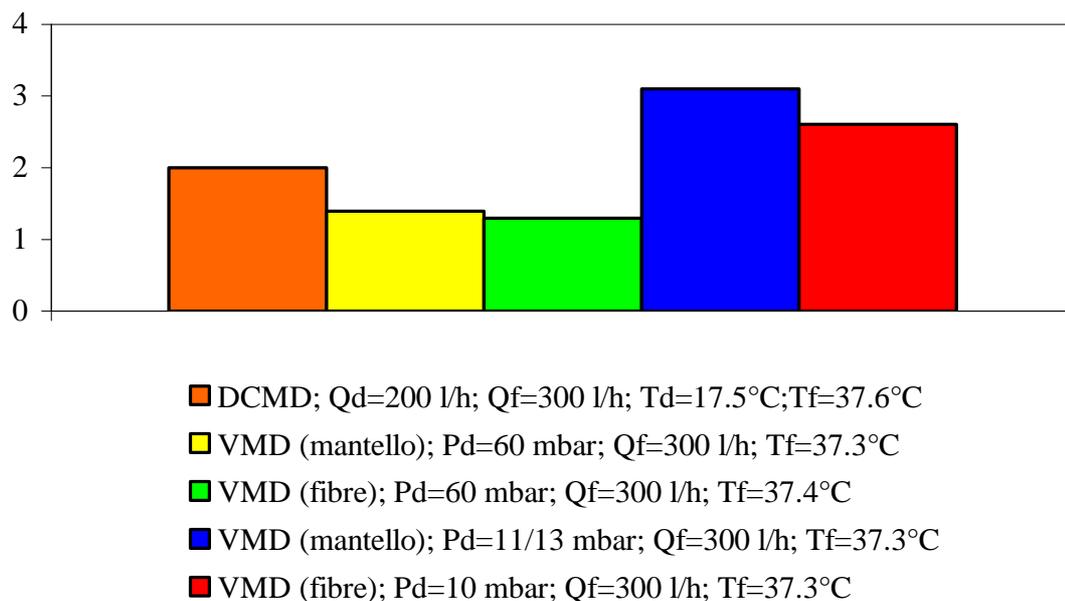


Fig.44. Diagramma di confronto fra le prove di DCMD e VMD per il modulo Microdyn.

Tab 15. Tabella dei consumi energetici; Q_d=200 L/h.

Processo	Q _f [l/h]	P _d [mbar]	J [Kg/m ² h]	Consumo [w]	Consumo/Q _p [kW/(kg h ⁻¹)]
DCMD	300	/	2	825.2	4.13
VMD (mantello)	300	60	1.4	129.7	0.93
VMD (fibre)	300	60	1.3	164.6	1.27
VMD (mantello)	300	11/13	3.1	424.3	1.37
VMD (fibre)	300	10	2.6	424.3	1.63

Il valore più alto di flusso è stato ottenuto operando in modalità VMD (P_d~11 mbar) con vuoto realizzato lato mantello. Rispetto ai test di VMD (P_d=60 mbar), le prove di DCMD hanno fornito valori di flusso superiori. Nelle prove di VMD l'applicazione del vuoto lato mantello ha permesso di ottenere flussi maggiori rispetto ai test condotti applicando il vuoto lato fibre.

I maggiori consumi energetici si hanno con il processo DCMD, mentre la VMD, a basso grado di vuoto, fornisce i consumi energetici minori.

3.3.4 Confronto fra i moduli commerciali

Di seguito si riporta una tabella riassuntiva dei valori migliori dei rapporti consumo/portata di permeato e dei corrispondenti flussi e condizioni operative per tutti i moduli commerciali testati.

Tab 16. Valori migliori di Consumo/Qp ottenuti per i moduli commerciali.

Modulo	Vuoto	Q_f [L/h]	T_{f,in} [°C]	P_d [mbar]	J [Kg/m ² h]	Consumo/Qp [kW/(kg h ⁻¹)]
<i>Gambro</i>	Mantello	100	37.5	60	0.73	0.74
<i>Liquicel</i>	Fibre	300	60.2	80	0.71	0.80
<i>Microdyn</i>	Mantello	300	37.3	60	1.4	0.93

Segue un confronto dei flussi di distillato e dei consumi energetici, alle stesse condizioni operative, per tutti i moduli commerciali presi in esame.

Tab 17. Confronto tra i differenti moduli commerciali alle stesse condizioni operative.

Modulo	Q_f [L/h]	T_{f,in} [°C]	P_d [mbar]	J [Kg/m ² h]	Consumo [w]	Consumo/Qp [kW/(kg h ⁻¹)]
<i>Gambro</i>	200	37.3	60	0.56	199.5	1.02
<i>Liquicel</i>	200	37.5	60	0.06	176.2	2.10
<i>Microdyn</i>	200	37.6	60	1.3	153.0	1.18

I risultati ottenuti mostrano che il modulo Gambro offre le migliori prestazioni in termini di rapporto consumo/portata di permeato, mentre i flussi più alti si hanno con il modulo Microdyn.

3.4 Risultati dei test di concentrazione di soluzioni contenenti microparticelle solide

3.4.1 Introduzione

I test di ottimizzazione del processo di distillazione a membrana hanno messo in evidenza che i risultati migliori, in termini di flussi di distillato e di consumi energetici, si ottengono con la distillazione a membrana sotto vuoto (VMD) e con il modulo cross flow, che è in grado di fornire i valori di flusso più elevati.

Pertanto, i test di concentrazione sono stati effettuati solo in modalità VMD e partendo da un modulo piano commerciale operante in flusso con configurazione di tipo “cross-flow” (configurazione 1). Successivamente sono state realizzate diverse configurazioni a fibre (configurazioni 2, 3, 4, 5), di cui una in flusso (configurazione 2), al fine di sfruttare quelli che sono i vantaggi offerti da questi moduli, ossia, alte aree superficiali con ingombri ridotti.

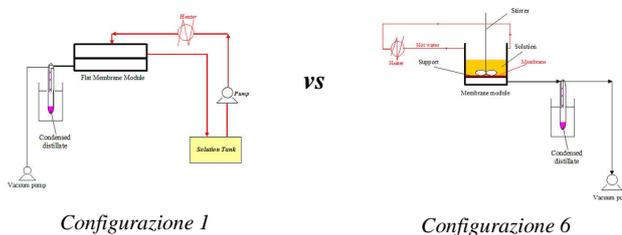
L’ultima configurazione (configurazione 6) considerata è commerciale piana non in flusso.

Tutti i test di concentrazione, effettuati con le diverse configurazioni, sono stati condotti fino a quando c’è stata produzione di distillato.

Per tutti gli esperimenti condotti, i distillati sono sempre stati limpidi e privi di particelle.

I primi risultati, che vengono presentati, riguardano un confronto fra le due configurazioni piane, in flusso e non, al fine di evidenziare l’effetto della fluidodinamica sulle prestazioni del sistema. Seguono i risultati sui moduli a fibre ed, infine, l’ottimizzazione della configurazione piana non in flusso e suo confronto con quella a fibre immersa.

3.4.2 Configurazioni 1 e 6: confronti



- *Soluzione al 10%*

E’ stata effettuata una prova di concentrazione (prova 1) della soluzione dal 10% al 40% nelle seguenti condizioni operative: temperatura di circa 54°C, portata di alimentazione di 200 L/h, pressione lato distillato di 20 mbar.

I risultati sono mostrati nel diagramma successivo dove si riporta l'andamento del flusso di distillato nel tempo nel caso della configurazione 1 ed un confronto tra le configurazioni 1 e 6 in condizioni operative simili di temperatura e di pressione lato distillato.

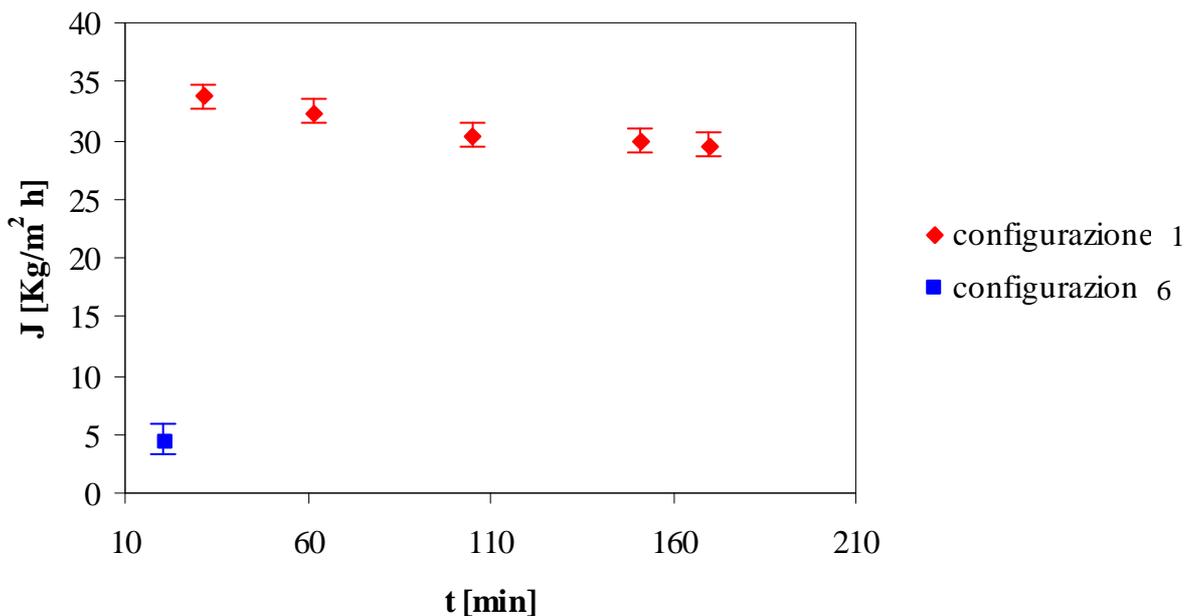


Fig. 45. Andamento dei flussi di distillato nel tempo; soluzione di partenza al 10%; configurazione 1:
 $T_{\text{feed}} \sim 54^{\circ}\text{C}$, $Q_{\text{feed}} = 200 \text{ L/h}$, $P_d = 20 \text{ mbar}$

Il diagramma mette in evidenza che nel caso della configurazione 1 il flusso di distillato non risente dell'aumento della concentrazione della soluzione che si ha nel tempo.

È possibile notare, inoltre, una notevole differenza tra i flussi ottenuti con le due configurazioni: le resistenze al trasporto sono notevolmente ridotte grazie al ricircolo della soluzione nella configurazione 1.

L'uso del modulo piano in flusso permette, dunque, di ottenere risultati migliori, ma in un limitato range di valori di concentrazione (vale a dire, quei valori per cui la soluzione si mantiene ancora fluida e può essere pompata); non è possibile arrivare al quasi completo essiccamento della soluzione con questo tipo di configurazione, che, però, potrebbe essere considerata come un primo step del processo.

- *Soluzione al 40%*

Le potenzialità della configurazione 1 sono state ulteriormente investigate partendo direttamente dalla soluzione più concentrata al 40%. Il test è stato effettuato per un tempo limitato (30') in modo da evitare problemi di deposito del concentrato lungo il circuito e nelle apparecchiature dell'impianto.

Si riporta un confronto tra i flussi di distillato ottenuti con le configurazioni 1 e 6.

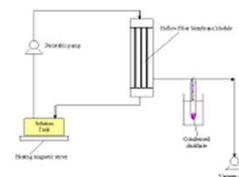
Tab 18. Confronto tra i flussi di distillato tra le configurazioni 1 e 6; soluzione al 40%; T~30°C; Pd=20 mbar

Prova	Configurazione	J _m [Kg/m ² h]
2	1	14.7
37	6	1.5

Anche in questo caso valgono le considerazioni fatte in precedenza: vi è, infatti, una significativa differenza tra i flussi di distillato grazie alla riduzione delle resistenze al trasporto che si ottiene facendo ricircolare la soluzione.

Al fine di sfruttare i vantaggi offerti dalla configurazione a fibre (elevata compattezza), sono stati realizzati 4 moduli a fibre, il primo dei quali in flusso (configurazione 2), il secondo dotato di agitatore (configurazione 3), il terzo capace di ruotare intorno al proprio asse (configurazione 4) e l'ultimo a "fibre immerse" (configurazione 5).

3.4.3 Configurazione 2



- *Soluzione al 10%*

La portata operativa utilizzata per i test è di 28,8 L/h; le dimensioni delle fibre, utilizzate per la realizzazione del modulo, non hanno permesso di effettuare prove a portate superiori che avrebbero determinato un aumento delle perdite di carico e quindi della pressione all'ingresso del modulo con conseguente possibile perdita di idrofobicità della membrana (causata dal superamento della "breakthrough pressure").

La temperatura operativa è di 30°C e solo per la seconda prova i primi 30 minuti sono stati condotti a 45°C ed i successivi 30 minuti a 30°C; la pressione lato distillato è di circa 40 mbar.

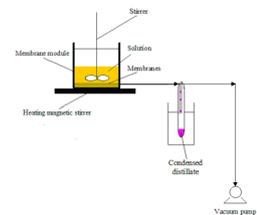
La tabella successiva riporta i risultati ottenuti.

Tab 19. Risultati delle prove sperimentali; soluzione al 10%; Pd=40 mbar

Prova	T [°C]	J _m [Kg/m ² h]	t _{tot} [h]
3	30	0.87	4
4	45→30	5.93	1

I dati mostrano che i flussi di distillato aumentano quando si opera nell'intervallo 45-30°C: tale risultato è dovuto all'aumento esponenziale della tensione di vapore con la temperatura. Anche in questo caso, come in quello relativo alla configurazione 1 in flusso, inviando in ricircolo la soluzione mediante la pompa, al concentrarsi della soluzione si ha un deposito della stessa lungo l'intero circuito con conseguente riduzione del volume di soluzione a contatto con le fibre (volume effettivamente trattato nel processo). Inoltre, i flussi ottenuti sono inferiori rispetto a quelli della configurazione 1. Si è, pertanto, deciso, di non continuare ad utilizzare configurazioni in flusso.

3.4.4 Configurazione 3



- *Soluzione al 10%*

Sono state eseguite due prove alla temperatura di 30°C, partendo da differenti valori di massa della soluzione.

La prova 5 è stata condotta per un tempo totale di 12 h di cui 5.17 h con agitazione e 6.83 h senza; la prova 6 è stata condotta per tutto il tempo, 3.5 h, in assenza di agitazione.

I risultati ottenuti sono riportati nella tabella successiva.

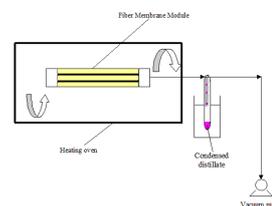
Tab 20. Risultati delle prove sperimentali; soluzione al 10%; T=30°C; Pd=40 mbar

Prova	m _{start} [g]	J _m [Kg/m ² h]
5	50	2.26
6	5.7	1.72

I dati mostrano che il flusso di distillato è maggiore nel caso in cui la soluzione è sottoposta ad agitazione, in quanto essa favorisce il trasporto di materia: la differenza osservata nei flussi è del 24%; i flussi di distillato sono paragonabili a quelli ottenuti con il modulo piano con agitatore (configurazione 6) (si veda Fig. 47).

Il principale problema riscontrato durante le prove condotte con la configurazione 3 riguarda la riduzione del livello della soluzione nel tempo, che lascia le fibre non a contatto con la soluzione. Tutto ciò inficia il processo di concentrazione e non permette di godere dei benefici che offre, in generale, la configurazione a fibre: alte aree superficiali ed ingombri ridotti.

3.4.5 Configurazione 4



- *Soluzione al 10%*

Le prove effettuate sono state due alla temperatura di 30°C e per un tempo di 2h: la prima (prova 7) con velocità di rotazione massima del modulo (5 giri/min) e la seconda (prova 8) senza rotazione: l'intento è stato quello di studiare gli effetti della rotazione sulla concentrazione della soluzione.

I risultati sono mostrati nella tabella 21.

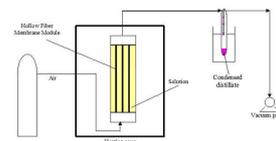
Tab 21. Risultati delle prove sperimentali; soluzione al 10%; modulo a fibre rotante; T=30°C

Prova	Pressione distillato [mbar]	m _{start} [g]	J _m [Kg/m ² h]
7	20	6	1.8
8	20	6	1.73

I flussi di distillato ottenuti sono simili fra loro: questo significa che la rotazione del modulo non porta ad un sostanziale miglioramento del processo.

Oltre al problema dell'abbassamento del livello, avutosi anche nel caso della configurazione 3, la rotazione del modulo ha comportato l'adesione di parte della soluzione alle pareti.

3.4.6 Configurazione 5



▪ Soluzione al 40%

Per quanto riguarda la configurazione 5, sono state condotte numerose prove al fine di verificare l'effetto della presenza dell'aria nel processo di concentrazione. L'aria viene utilizzata sia per evitare che particelle solide vadano ad occludere i pori della membrana man mano che la soluzione di partenza si concentra, sia per favorire la stessa concentrazione della soluzione sfruttando l'effetto di "asciugatura". In questo caso il modulo è messo in posizione verticale in modo da limitare i problemi di eccessiva riduzione dell'area di membrana in contatto con la soluzione incontrati con le configurazioni 3 e 4.

A tal proposito sorge un riferimento ai sistemi già esistenti dei reattori a membrana immersi (MBR) utilizzati, per esempio, per il trattamento di reflui urbani. I bioreattori a membrana immersi combinano i trattamenti biologici delle acque reflue con un processo di separazione solido-liquido estremamente efficiente quale la filtrazione attraverso membrane. Il sistema di filtrazione è costituito spesso da moduli a membrana di tipo a fibra cava con diametro nominale dei pori pari a 0.2 micron (micro-ultrafiltrazione) che vengono immersi nella vasca a fanghi attivi. L'acqua trattata per mezzo dei processi biologici viene aspirata attraverso la superficie delle membrane grazie ad una pompa che crea una depressione all'interno della fibra cava. La stessa pompa, ad intervalli costanti, opera il controlavaggio delle membrane invertendo il flusso del permeato. Per ridurre ulteriormente lo sporco, i moduli di filtrazione sono dotati di un sistema di insufflazione di aria che consente, attraverso una maggiore turbolenza in prossimità delle fibre, di minimizzare il deposito della biomassa sulle fibre stesse [2].

Le prove sperimentali sono state eseguite prima senza aria e a vari tempi operativi in modo da stabilire la durata ottimale del processo. I risultati sono mostrati nella successiva tabella in termini di residuo secco.

Tab 22. Prove di concentrazione a vari tempi;
soluzione al 40%;msol=9g;T~30°C; Pd=20 mbar

Prova	t [h]	Rs[%]
9	0	40
10	1	~80
11	2	94
39	3	95

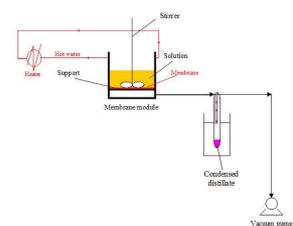
I dati in tabella mostrano che il tempo ottimale di processo è di 2 ore partendo da una massa iniziale di circa 9g: tempi maggiori non consentono incrementi significativi di concentrazione. Le prove eseguite con insufflazione di aria al modulo non hanno portato ad un significativo miglioramento del processo: questo dipende dal fatto che via via che la soluzione si concentra ed il livello si riduce, parte dell'aria attraversa la membrana andando a diminuire il grado di vuoto ottenibile, con conseguente riduzione della forza spingente. Il grado di vuoto avuto con questo tipo di configurazione è, infatti, di circa 60 mbar e non si mantiene costante durante tutta la durata della prova tendendo a diminuire ulteriormente al concentrarsi della soluzione. A tal proposito si è pensato che la soluzione migliore fosse quella di utilizzare la VMD per un tempo di 2 h come primo step di concentrazione, arrivando a valori di residuo secco dell'ordine di 95%, e di completare il processo inviando aria nel modulo. Con insufflazione di questa ultima per 1 h, si è ottenuto un prodotto finale con valori di residuo secco dell'ordine del 98%.

Sulla base dei risultati ottenuti con le diverse configurazioni analizzate, la configurazione 5 è risultata essere l'unica in grado di fornire valori elevati di residuo secco. Tuttavia, il 98% è stato ottenuto solo a seguito di insufflazione d'aria. La configurazione in oggetto ha presentato, inoltre, difficoltà nel recupero del solido e deposito dello stesso lungo le pareti del modulo. Si è pensato, perciò, di investigare le potenzialità della configurazione 6, piana non in flusso, in cui la soluzione resta a diretto contatto con la membrana per l'intera durata del processo e che, pertanto, non presenta presenza di deposito di solido sulle pareti della cella.

3.4.7 Configurazione 6

- *Soluzione al 10%*

Le prove sono state condotte alla temperatura di 30°C partendo da differenti valori di massa della soluzione e di stoccaggi (soluzione 1 e soluzione 2), il primo dei quali deteriorato (colore giallastro del prodotto e colorazione giallastra sul contenitore in corrispondenza della fase liquida smiscelata): lo scopo è stato quello di investigare le problematiche legate allo sporco della membrana (figura 46).



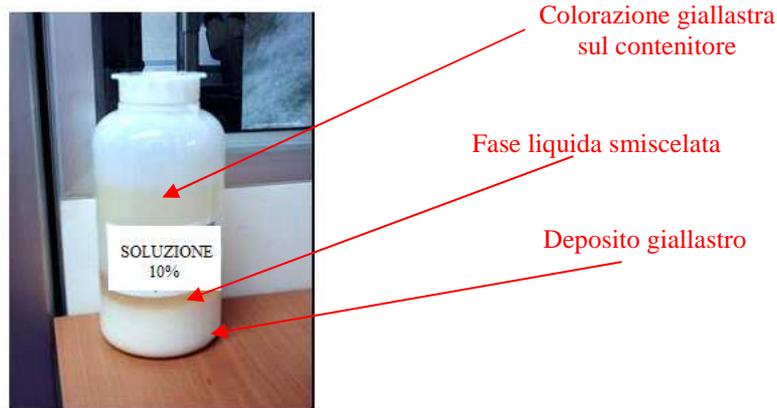


Fig. 46. Foto del contenitore della soluzione 1 (al 10%).

Le prove sperimentali sono state eseguite più volte per verificare la riproducibilità dei risultati ed utilizzando diversi pezzi di membrana al fine di analizzare gli effetti di sporcamento della membrana sul flusso di distillato.

Per le prove in cui si è partiti da una massa pari a 50 g il tempo operativo è stato di circa 3.50 h (di cui $t_{\text{mixing}}=2.50$ h), mentre per quelle effettuate partendo da 100 g di soluzione si è lavorato per circa 6.50 h (di cui $t_{\text{mixing}}=4.50$ h).

Le condizioni utilizzate ed i risultati ottenuti sono riportati, rispettivamente, nella tabella 23 e nella figura 47.

Tab 23. Condizioni operative usate durante le prove sperimentali; soluzione al 10%; modulo piano con agitatore; $T=30^{\circ}\text{C}$; $P_d=20$ mbar

Prova	Soluzione	Membrana	m_{start} [g]
12	1	M_1	50
13	1	M_1	50
14	1	M_2	50
15	1	M_2	50
16	1	M_2	50
17	1	M_3^*	50
18	1	M_3^*	50
19	1	M_4	50
20	1	M_5	50
21	2	M_6	50
22	2	M_7	50
23	2	M_7	50
24	2	M_7	50
25	2	M_7	50
26	2	M_7	100
27	2	M_7	50
28	2	M_7	100

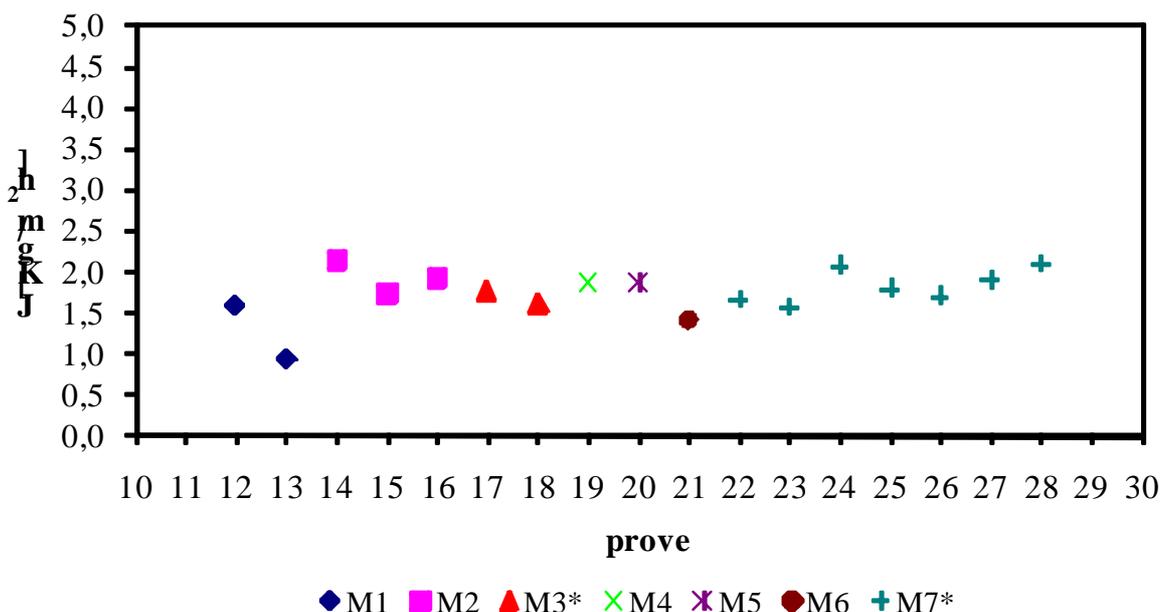


Fig.47. Andamento dei flussi di distillato durante le prove sperimentali; Soluzione al 10%; T=30°C; Pd=20 mbar.

Prove effettuate con la stessa membrana, utilizzando la soluzione 1 (che nel tempo ha cambiato la sua colorazione), mettono in evidenza una diminuzione dei flussi di distillato (si vedano in figura 47 i dati relativi alle membrane M1, M2 ed M3); questo significa che nel tempo la membrana si sporca e che un semplice lavaggio con acqua distillata (effettuato per tutte le prove) o con KOH e acido citrico (effettuato solo prima di condurre la prova 16) non permette di ripristinare i flussi iniziali (avuti con la membrana mai usata). Anche visivamente (figura 48) si nota una certa differenza del concentrato (in termini di compattezza) ottenuto con membrana nuova e con membrana già usata.

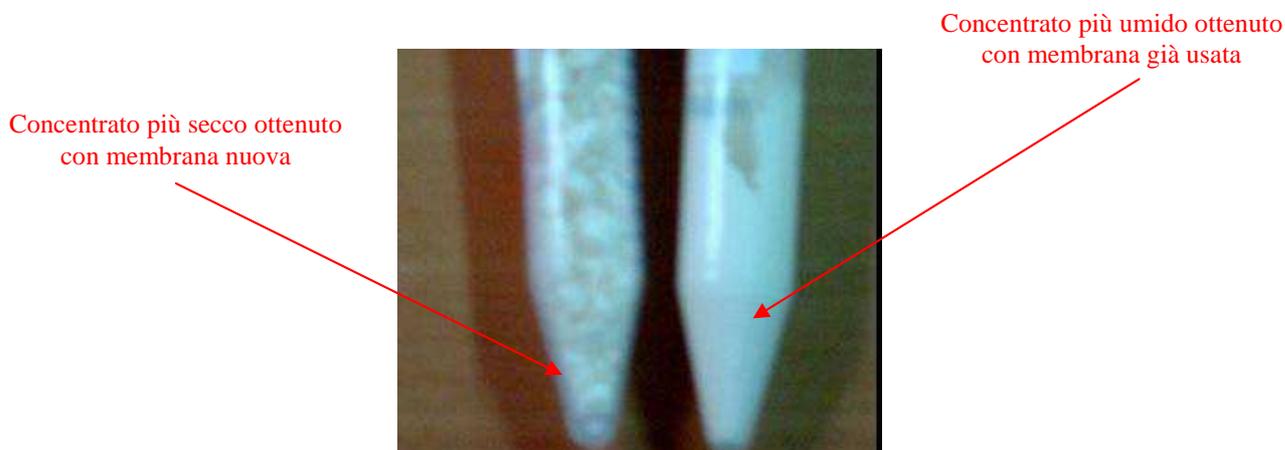


Fig. 48. Campioni di concentrato; soluzione 1 al 10%.

Tali considerazioni non valgono nel caso dei test effettuati con la soluzione 2: i flussi di distillato sono paragonabili sia utilizzando una membrana nuova che una già usata (e sono intorno a $1.8 \text{ Kg/m}^2\text{h}$). La soluzione 2, pertanto, non ha effetti di sporcamento sulla membrana.

Per quanto riguarda le prove effettuate al variare della massa di soluzione caricata (da 50 a 100 g), si sono avuti valori di flusso paragonabili.

È stata eseguita, inoltre, una prova (n°29), completamente senza agitazione della soluzione, in modo da rendersi conto di quanto potesse influire l'agitazione sul processo di concentrazione. Il flusso di distillato ottenuto è $0.7 \text{ Kg/m}^2\text{h}$ alle stesse condizioni operative utilizzate in precedenza: si ha, quindi, una diminuzione del flusso di circa il 60% a causa della maggiore resistenza al trasporto di materia. Il confronto con i risultati ottenuti con la configurazione 3 a fibre, per la quale la differenza osservata nei flussi è stata del 24%, mette in evidenza che la configurazione piana risente maggiormente della presenza o meno dell'agitazione della soluzione.

L'effetto della temperatura operativa è stato analizzato conducendo prove di concentrazione dal 10 al 40% a temperature maggiori di 30°C , a partire da una massa iniziale di 30 g e con agitazione della soluzione.

I risultati ottenuti sono mostrati nella tabella successiva.

Tab 24. Risultati delle prove sperimentali; soluzione al 10%; $P_d=20 \text{ mbar}$

Prova	T [$^\circ\text{C}$]	J_m [$\text{Kg/m}^2\text{h}$]	$t_{\text{tot}}=t_{\text{mixing}}$ [min]
30	40	3.21	30
31	50	3.82	30
32	55	4.23	21

I flussi di distillato aumentano con la temperatura operativa per l'aumento della tensione di vapore dell'acqua.

- *Soluzione al 40%*

Le prove sono state condotte alla temperatura di 30°C partendo da 50 g (circa) di soluzione e sono state ripetute più volte sia con membrane nuove (M3 e M8) che con una membrana già usata (M7*).

In questo caso, nel tempo, non si è notato nessun cambiamento di colore della soluzione.

Le condizioni utilizzate sono riportate nella tabella successiva.

Tab 25. Condizioni operative usate durante le prove sperimentali;
soluzione al 40%; T=30°C;Pd=20 mbar

Prova	Membrana	t _{tot} [h]	t _{mixing} [h]
33	M ₈	1.50	1
34	M ₃	1.50	1
35	M ₃	1.50	1
36	M ₃	1.50	1
37	M ₇ *	2	1

Per tutte le prove condotte è stato ottenuto un flusso di circa 1.5 Kg/m²h.

La membrana M₃ è stata usata per la prima volta per effettuare prove con la soluzione al 40% (M3) e successivamente per le prove con la soluzione 1 al 10% (M3*), mentre la M₇ è stata usata prima per la soluzione 2 al 10% (M7) e successivamente per quella al 40% (M7*).

I risultati ottenuti mostrano che entrambe le membrane permettono di ottenere flussi di distillato confrontabili, sia quando vengono usate per la prima volta che quando sono state già utilizzate per le prove; la soluzione al 40% e la soluzione 2 al 10%, pertanto, non hanno effetti di sporco sulla membrana.

Anche visivamente non si riesce a cogliere nessuna differenza sostanziale tra i concentrati (si veda figura 49).



Fig.49. Campioni di concentrato ottenuti con membrane nuove (a destra) e già usate (a sinistra); soluzione al 40%.

Di seguito si riportano i valori di residuo secco misurati su alcuni dei concentrati ottenuti con la configurazione 6.

Tab 26. Valori di Residuo secco (Rs) dei campioni;
soluzione 2 al 10%; Pd=20 mbar

Prova	21	22	23	24	25
Rs %	68,4	67,9	67	67,1	69,4

Tab 27. Valori di Residuo secco (Rs) dei campioni;
soluzione 40%;Pd=20 mbar

Prova	33	34	35	36	37
Rs %	59,1	59,8	58,5	58,4	61,2

I valori mostrano che la massima concentrazione ottenuta per i test effettuati a partire da 50 g di soluzione caricata (sia al 10 che al 40%) non supera il 70%.

Un'ultima prova è stata effettuata partendo da un diverso valore della massa della soluzione da concentrare; nelle condizioni di massa soluzione pari a 9 g, in assenza di agitazione e ponendo il modulo in un box termostato, a $P_d = 40$ mbar e temperatura di 30°C, in un tempo di 2 h si è arrivati ad un prodotto con valore di residuo secco dell'ordine del 98%.

Pertanto, l'aumento della massa della soluzione da trattare comporta l'ottenimento di un prodotto concentrato con valori via via più bassi di residuo secco. Tale risultato può essere attribuito al fatto che, a causa della rimozione dell'acqua dalla soluzione, in prossimità della superficie della membrana essa diventa più concentrata, aumentando così la resistenza al trasporto dell'acqua ancora contenuta nella restante soluzione liquida. Di conseguenza, all'aumentare dei quantitativi di soluzione caricati nella cella, tale fenomeno non consente un'efficace rimozione dell'acqua dal bulk di soluzione.

Avendo ottenuto lo stesso valore di residuo secco raggiunto con la configurazione 5, si è effettuato un confronto fra le due configurazioni, operando nelle stesse condizioni.

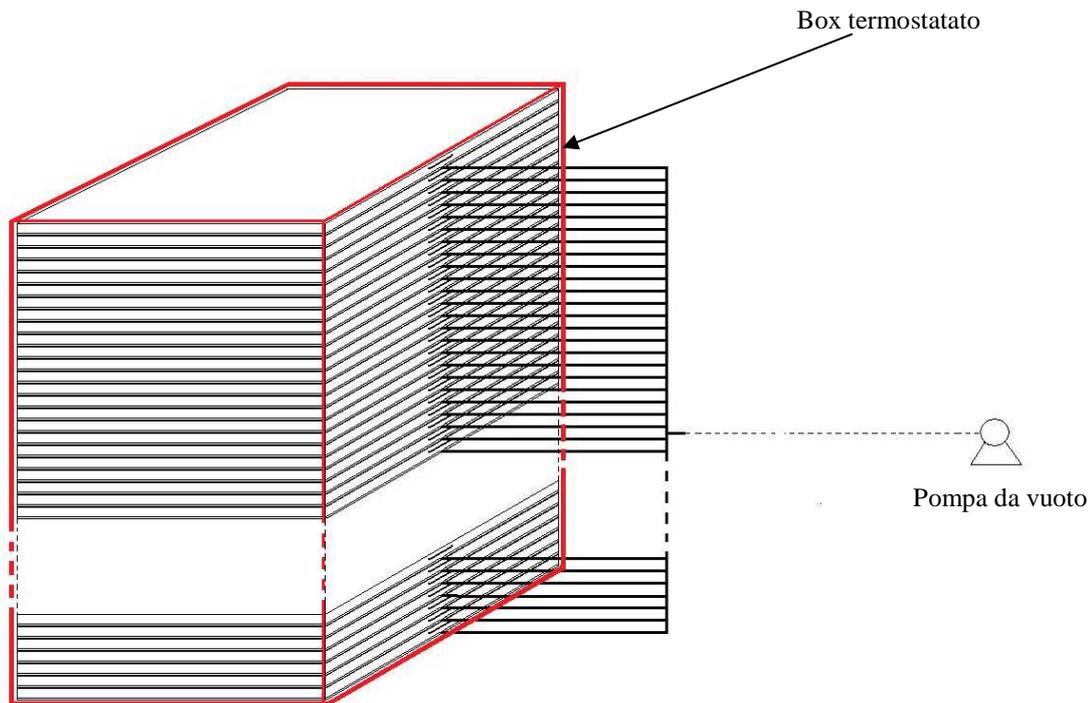


Fig.50. Schema dell' apparecchiatura a "cassettoni".

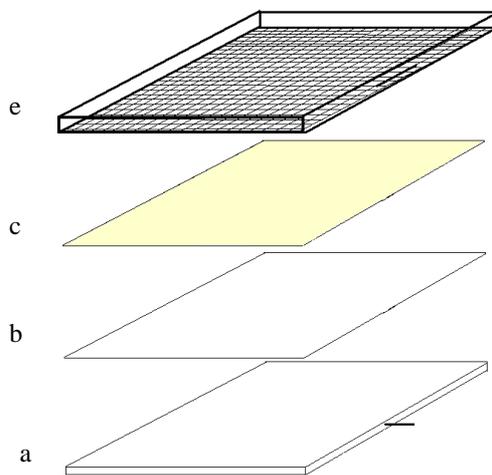


Fig.51. Struttura di un "cassettone":
a. Parte inferiore collegata al vuoto;
b. Supporto;
c. Membrana;
d. Parte superiore con base a retina.

Riferimenti bibliografici

1. A. Criscuoli, M.C. Carnevale, E. Drioli, Evaluation of energy requirements in membrane distillation, *Chemical Engineering and Processing*, 47 (2008) 1098-1105.
2. Aileen N.L. Ng, Albert S. Kim, A mini-review of modeling studies on membrane bioreactor (MBR) treatment for municipal wastewaters, *Desalination* 212 (2007) 261–281.