

DISEÑO Y MONTAJE DE UN REACTOR DE LECHO EMPACADO CON
MATERIAL NANO COMPUESTO PARA LA DEGRADACIÓN CATALÍTICA DE
COLORANTES CONTENIDOS EN LAS AGUAS RESIDUALES DE LA
INDUSTRIA TEXTIL.

LUIS CARLOS FONSECA HERREÑO

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA

2015

DISEÑO Y MONTAJE DE UN REACTOR DE LECHO EMPACADO CON
MATERIAL NANO COMPUESTO PARA LA DEGRADACIÓN CATALÍTICA DE
COLORANTES CONTENIDOS EN LAS AGUAS RESIDUALES DE LA
INDUSTRIA TEXTIL.

LUIS CARLOS FONSECA HERREÑO

Trabajo de grado para optar al título de Ingeniero Químico

Directores

MARIANNY YAJAIRA COMBARIZA MONTAÑEZ

Química, Ph. D

CRISTIAN BLANCO TIRADO

Químico, Ph. D

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA

2015

Dedicado a

Los grandes amores de mi vida

Sonia Susana

Sonia Smith

Diana Milena

“Como todos los actos del universo, la dedicatoria de un libro es un acto mágico. También cabría definirla como el modo más grato y más sensible de pronunciar un nombre”-JLB.

Agradecimientos especiales

A los profesores **MARIANNY YAJAIRA COMBARIZA MONTAÑEZ** y **CRISTIAN BLANCO TIRADO**, directores del proyecto, por su apoyo y confianza.

A **DIANA MILENA VALDES SOLANO**, por su constante apoyo en cada aspecto de mi vida. Gracias por las risas, los sueños y sobre todo por tu amor. Te quirin...

A **LUIS CAMILO LEÓN LÓPEZ**, por su trabajo y dedicación en el desarrollo de este proyecto.

A **EDUARDO CARREÑO** y **WILSON CARREÑO**, técnicos de soporte académico del laboratorio de procesos de ingeniería química, por su colaboración y asesoría.

Al **laboratorio de rayos X del parque tecnológico Guatiguará**, bajo dirección del Doctor **JOSE ANTONIO HENAO MARTINEZ**, por su ayuda en el análisis de las muestras obtenidas.

A **FABRICATO S.A.** por facilitarnos las muestras de agua residual real para las pruebas experimentales.

Al personal del Parque Tecnológico Guatiguará por su oportuna asistencia.

A nuestros profesores, quienes por su entrega y dedicación aportaron a nuestra formación como ingenieros y personas valiosas para la sociedad.

A nuestros compañeros del grupo de investigación **GIFTEX-CEIAM**, por su solidaridad y buena voluntad.

TABLA DE CONTENIDO

INTRODUCCIÓN	14
1 MARCO TEÓRICO.....	16
1.1 TINTES.....	16
1.2 REACCIÓN	17
1.3 CATÁLISIS.....	18
1.4 OXIDACIÓN CATALÍTICA.....	19
1.5 REACTORES	19
1.6 CONTROL DE PROCESOS.....	21
1.7 ARDUINO.....	21
1.8 MODULACIÓN POR ANCHO DE PULSO	23
2 METODOLOGÍA.....	25
2.1 DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DEL PROCESO	25
2.1.1 Reactor.....	26
2.1.2 Alimentación.....	27
2.1.3 Sistema de calentamiento.	29
2.1.4 Sistema de tuberías.....	30
2.2 DISEÑO DEL SISTEMA DE CONTROL.....	30
2.2.1 Control con Arduino.....	31
2.2.2 Circuito regulador de voltaje.....	32
2.2.3 Control automático de temperatura.	33
2.3 EVALUACIÓN DEL DESEMPEÑO.....	33
2.3.1 Ensayos físicos.....	33
2.3.2 Ensayo de reacción química.	34
3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	35
3.1 ENSAYOS FÍSICOS.....	35
3.2 ENSAYOS DE REACCIÓN QUÍMICA.....	35
4 CONCLUSIONES.....	41
5 RECOMENDACIONES	42

BIBLIOGRAFÍA..... 43
ANEXOS..... 45

Lista de Figuras

Figura 1. Estructura Química de los tintes índigo carmín y negro de azufre.....	17
Figura 2. Rutas de degradación del Índigo Carmín.....	18
Figura 3. Ciclo de trabajo PWM	23
Figura 4. Proceso Piloto.....	25
Figura 5 . Sistema de canastillas con catalizador	27
Figura 6. Tanque de Alimentación TK-1	29
Figura 7. Resistencia de Calentamiento	29
Figura 8. Tablero de controles	30
Figura 9. Sensor de flujo en la entrada del reactor	31
Figura 10. Microcontrolador Arduino conectado al sistema	31
Figura 11. Sensor de temperatura	32
Figura 12. Circuito Regulador de Voltaje	32
Figura 13. Prueba de contacto, Azul de metileno	34
Figura 14. Muestras recién salidas del proceso.....	37
Figura 15. Muestras reposadas	37
Figura 16. Variación de la absorbancia en las muestras tratadas.....	39
Figura 17. Lodos secos.....	40

Lista de Tablas

Tabla 1. Concentración de Azul de metileno	35
Tabla 2. Variación de parámetros en el tiempo, prueba de laboratorio.....	36
Tabla 3. Variación de parámetros en el tiempo, prueba piloto 1	36
Tabla 4. Variación de parámetros en el tiempo, prueba piloto 2	37
Tabla 5. Composición elemental de los lodos.....	40

Lista de Anexos

Anexo A. Cálculos.....	45
Anexo B. Planos	55
Anexo C. Código de programación	59
Anexo D. Protocolo de encendido.....	64

Resumen

Título: Diseño y montaje de un reactor de lecho empacado con material nano compuesto para la degradación catalítica de colorantes contenidos en las aguas residuales de la industria textil.*

Autores:

Luis Carlos Fonseca Herreño.†

Palabras Clave:

Biocompositos, Oxidación catalítica, Aguas residuales, Tintes,

Descripción:

En los últimos años los contaminantes en aguas residuales se han convertido en un problema ambiental. Entre los compuestos contaminantes de mayor importancia se encuentran los tintes utilizados por la industria textil. Esto ha impulsado la investigación en alternativas para su tratamiento, sin embargo, no ha sido posible implementarlos a una escala mayor al laboratorio.

Uno de los métodos de tratamiento de tintes en aguas residuales más prometedores es la oxidación catalítica de moléculas complejas. Estudios recientes señalan que es posible sintetizar materiales bio nano compuestos con acción catalítica que permiten la reducción de la DQO en las aguas residuales de la industria textil. En este trabajo se utilizó un material desarrollado por investigadores de la UIS, que permite la oxidación catalítica de los contaminantes contenidos en esta agua residuales, especialmente el índigo y el negro de azufre.

En este trabajo se utilizó el material desarrollado en la UIS, para, a escala piloto, demostrar su eficiencia en la oxidación de los colorantes contenidos en aguas residuales de una empresa de Medellín. Para este fin se diseñó un reactor de lecho empacado que permitiera un contacto adecuado entre el agua residual a tratar y el catalizador. Para mantener las condiciones de reacción, se diseñó un sistema de monitoreo y control utilizando hardware y software libre.

Para verificar la funcionalidad del montaje se llevó a cabo una serie de ensayos en los cuales se cuantificó, mediante técnicas analíticas físicas y químicas, la demanda química de oxígeno, turbiedad y color aparente. Los análisis demostraron una disminución considerable del carácter contaminante de los efluentes residuales de la industria textil.

* Trabajo de Grado

† Facultad de Ingenierías Físicoquímicas, Escuela de Ingeniería Química, Directores: Ph. D. Marianny Yajaira Combariza Montañez, Ph. D. Cristian Blanco Tirado

Abstract

Title: Design and assembly of a packed bed reactor with Nano compound material for the catalytic degradation of colorants contained in textile industry wastewater.‡

Authors:

Luis Carlos Fonseca Herreño.§

Key Words:

Biocomposites, Catalytic Oxidation, Wastewaters, Dyes.

Description:

Pollutants in wastewaters have become an environmental issue. Dyes represent one of the most important contaminant compounds in waste waters. Although this issue has promoted a great deal of research, an industrial application is not ready yet.

Catalytic oxidation of complex molecules is one of the most promising methods of wastewaters treatment. Recent studies shows that is possible to get COD reductions by using biocomposites.

In this report we show the results of a pilot scaled process based on a recent development in our school. Specifically, we used a nano bio composite material developed by a team of research scientists at UIS, which have shown a great capability as catalysts to oxidize industrial waste waters containing indigo and sulfur black dyes. To get a good contact between the wastewater and the catalyst, which is needed for the oxidation of dyes, we design a packed bed reactor. The reaction conditions were controlled and monitored by a system designed using an open source platform.

The results of the process were verified via quantitation of the residual water quality, by measuring its physical and chemical properties such as COD, turbidity and apparent color. The tests show a considerable reduction of the contaminants of the textile industry wastewaters effluents.

‡ Trabajo de Grado

§ Facultad de Ingenierías Físicoquímicas, Escuela de Ingeniería Química, Directores: Ph. D. Marianny Yajaira Combariza Montañez, Ph. D. Cristian Blanco Tirado

INTRODUCCIÓN

El agua es uno de los componentes más importantes para el desarrollo de la vida en nuestro planeta; lamentablemente, las actividades humanas afectan la calidad de este recurso. En Colombia existen empresas textiles que producen grandes cantidades de telas *denim* que en su mayoría se exportan al mercado internacional. La producción de estas telas implica el uso de colorantes, compuestos químicos con estructuras moleculares complejas, que le brindan al material el color deseado. Por ejemplo, el índigo carmín y el negro de azufre, colorantes que le brindan a las telas los colores azul y negro, respectivamente.

Las moléculas colorantes son un problema de contaminación para las fuentes hídricas. Los residuos de la industria son vertidos a los ríos y demandan una gran cantidad de oxígeno para su oxidación natural (Batthacharya, et al. 2010). Existen metodologías, en la literatura, que permiten la degradación de estos contaminantes en las aguas residuales. Estas metodologías se basan en procesos avanzados de oxidación que resultan costosos por dos razones principalmente, la primera debido a que los catalizadores están en fase homogénea y la segunda porque las plantas necesarias para los tratamientos requieren inversiones altas en infraestructura. En nuestro grupo de investigación se han desarrollado nuevos materiales nano-estructurados con base en fibras duras naturales y nano partículas de Fe y Mn, que han demostrado a nivel de laboratorio que son útiles para la oxidación catalítica de los colorantes (Chacon-Patiño, y otros 2013), de manera que el catalizador permanece en fase heterogénea. Mediante el uso de estos catalizadores es posible facilitar este proceso, obteniendo moléculas más sencillas, logrando así reducir el impacto generado en el ambiente. Esto es muy importante teniendo en cuenta que el DQO se reduce en más de un 50%.

Para implementar la oxidación catalítica de colorantes a gran escala, es necesario utilizar un equipo que permita controlar y garantizar las condiciones de reacción, que este fabricado en un material resistente a las sustancias involucradas y que permita manejar el volumen requerido por la industria; es decir, un reactor. Los

reactores químicos son equipos especialmente diseñados para cada reacción y proceso, existen diversos tipos siendo los más representativos el reactor de tanque agitado continuo (CSTR), el reactor de flujo pistón (PFR) y el reactor de lecho empacado (PBR), que se operan de forma continua, o reactores tipo BATCH que se utilizan bajo condiciones discontinuas o por lotes; por supuesto al trabajar con un catalizador fibroso que se puede disponer como empaque lo indicado es diseñar un reactor de lecho empacado que cumpla con las especificaciones de reacción y que permita el contacto adecuado entre los reactivos y el catalizador.

Con este trabajo se busca diseñar y construir un reactor semicontinuo de 10 L, así como un sistema de monitoreo y control, para la degradación catalítica de los contaminantes de las aguas residuales industriales de Fabricato S.A.

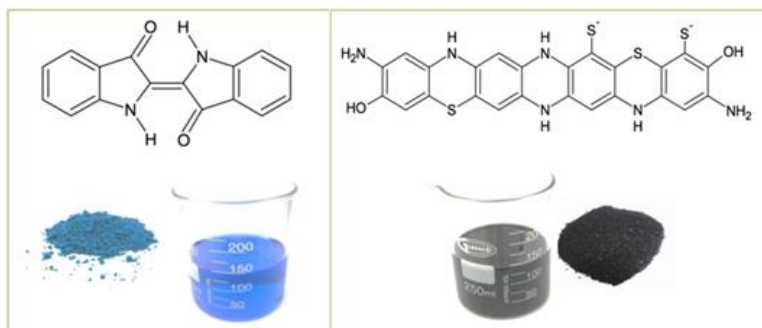
1 MARCO TEÓRICO

En este capítulo se revisarán los conceptos básicos utilizados a lo largo de esta investigación. Se hará una breve descripción química del contaminante a tratar; seguidamente se revisará el mecanismo de tratamiento que se desea implementar, definiendo los conceptos de catálisis, oxidación catalítica y la reacción que se lleva a cabo. Finalmente se listarán los tipos de reactores, así como la plataforma seleccionada para el monitoreo de las variables involucradas en el proceso.

1.1 TINTES

Los tintes de sulfuro son materiales de origen sintético, de estructuras aromáticas complejas y alto peso molecular, lo que los hace difíciles de degradar. Son ampliamente utilizados en la industria textil, debido a que son económicos y fáciles de aplicar (Nguyen and Juang 2013). Se clasifican de acuerdo a su aplicación y estructura molecular. Según la estructura se encuentran los tintes puros, que sólo tienen enlaces de sulfuro, y tintes de tina sulfurados, que incluyen enlaces de tipo sulfuro y grupos carbonilos. De acuerdo a la aplicación se encuentran en forma de polvos, reducidos y solubles en agua, estos últimos se producen mediante un baño en una solución alcalina de sulfuro de sodio. El tinte más utilizado en la industria textil es el negro de azufre, con nombre químico *sulphur black 1* identificado bajo el número CAS 1326-82-5 y con índice de color 53185, gracias a que se adhiere con mayor facilidad y de manera más estable a las fibras de celulosa (Chakraborty 2011). En la figura 1 se puede ver la estructura molecular de estos tintes.

Figura 1. Estructura Química de los tintes índigo carmín y negro de azufre

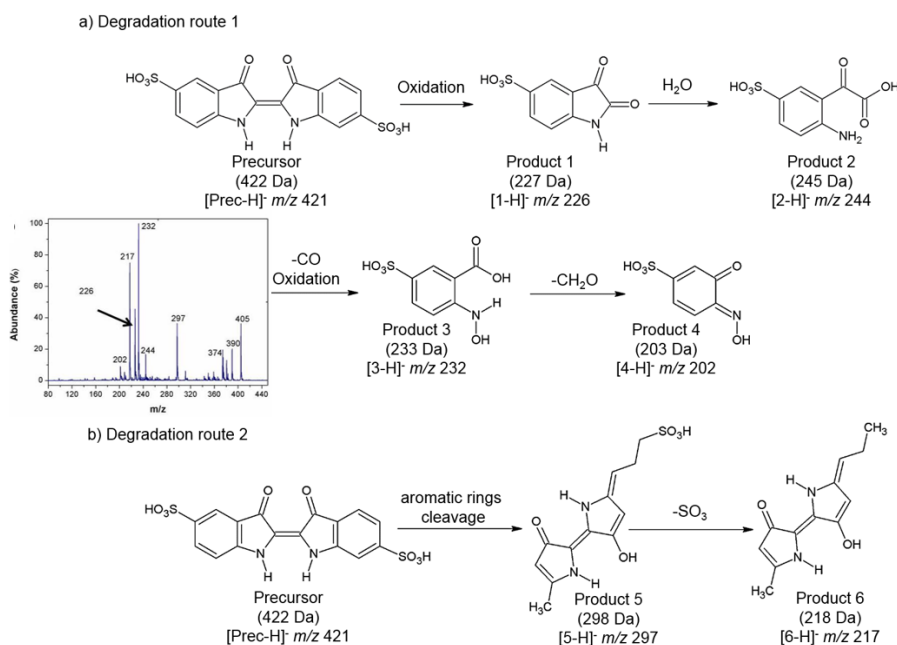


1.2 REACCIÓN

La reacción** que se desea implementar a escala piloto consiste en una oxidación catalítica, cuyo propósito es degradar las moléculas complejas que componen el tinte negro de azufre a moléculas sencillas con un menor impacto ambiental y de fácil disposición. Aunque se desconoce la cinética de la reacción, el tiempo de reacción es conocido e igual a 120 minutos para muestras de agua residual real. Para que la reacción se lleve a cabo, es necesaria la adición de oxígeno por medio de aireación y peróxido de hidrogeno de manera gradual en relación $\frac{8 \text{ H}_2\text{O}_2}{100 \text{ agua residual}}$ volumen. La temperatura óptima de reacción es 60°C, el pH debe estar alrededor de 2,5 y es necesario garantizar un buen contacto con el catalizador (Ross 2012). En la figura 2 se muestran las posibles rutas de degradación del *Índigo Carmín*.

** Los mecanismos de la reacción mencionada se manejan de forma confidencial dentro del grupo de investigación GIFTEX-CEIAM

Figura 2. Rutas de degradación del Índigo Carmín.



Fuente: Chacon-Patiño, Blanco-Tirado, Hinestroza, & Combariza, 2013.

1.3 CATÁLISIS

La catálisis es el proceso mediante el cual se modifica la velocidad de una reacción con el fin de favorecer la formación de un producto deseado, esto ocurre gracias a la presencia de un agente externo a la reacción llamado **catalizador** (Carballo Suarez 2002). Según el estado de agregación en que se encuentre el catalizador, la catálisis puede ser homogénea, si el catalizador está en la misma fase que los reactivos, o heterogénea, en el caso contrario (Izquierdo, y otros 2004).

El catalizador que se utilizará es un bio nano compuesto formado por óxido de hierro (Fe_3O_4) sintetizado sobre la superficie de fibras de fique. Este material ha demostrado ser un excelente catalizador que de manera muy eficiente promueve

la degradación de colorantes negro de azufre e índigo en muestras de aguas residuales de la industria textil (Ravelo Nieto and Combariza Montañez 2013).

1.4 OXIDACIÓN CATALÍTICA

Frente a la oxidación convencional, la oxidación catalítica presenta grandes ventajas. En combustiones evita las grandes formaciones de NOx. En oxidaciones parciales incrementa la selectividad. A lo largo de los años se han utilizado técnicas biológicas, térmicas y fisicoquímicas, para remover los contaminantes del agua. Aunque el método biológico ha sido muy utilizado, éste requiere largos tiempos mientras los microorganismos degradan los contaminantes, además es necesario tener en cuenta la susceptibilidad de la biomasa. Los procesos térmicos requieren cantidades elevadas de energía y traen consigo emisiones de residuos peligrosos a la atmósfera (Kim and Ihm 2011). Los procesos de oxidación catalítica se presentan como una alternativa para el tratamiento de aguas residuales. A diferencia de los procesos físicos, degrada el contaminante en lugar de separarlo y en general los tiempos de reacción son relativamente cortos. No obstante debido al precio de los catalizadores pueden resultar costosos.

1.5 REACTORES

Un reactor químico es el equipo en el que es posible mantener las condiciones necesarias para llevar a cabo una reacción química. Existen diversos tipos y variaciones de reactores químicos. De acuerdo con Sanju Nanda (2008), pueden clasificarse como sigue:

Según su forma operación:

1. Batch: Un reactor se denomina batch cuando las sustancias involucradas en la reacción se agregan al inicio de la operación y no se retiran productos ni se agregan reactantes hasta que esta ha finalizado.

2. Continuo: Es el reactor en el cual los reactantes son alimentados y los productos son removidos mientras la reacción se va llevando a cabo.

Según el número de fases:

1. Homogéneo: Son aquellos en los cuales los reactivos, los productos y cualquier otra sustancia que intervenga en la reacción se encuentran en la misma fase.
2. Heterogéneo: En los reactores heterogéneos se encuentran una o más fases involucradas.

Según la geometría:

1. Reactor de tanque agitado: *“Puede ser considerado el reactor químico básico; modelando a gran escala el vaso de laboratorio convencional”*. Consiste en un tanque con un agitador cuya función es homogenizar la mezcla de los reactantes. Es particularmente útil si se requiere una buena transferencia de masa y energía (Kwack, et al. 2011).
2. Reactor tubular: Generalmente utilizado para reacciones en fase gaseosa, está formado por uno o más tubos en un arreglo paralelo. Es posible variar el diámetro para favorecer la transferencia de calor y comúnmente es implementado en arreglos similares a los intercambiadores de calor de tubo y carcasa (Bildea, Steur and Dimian 2007).
3. Reactor de lecho empacado: Son reactores especializados para incrementar el área de contacto entre las fases, Específicamente útiles en reacciones catalíticas heterogéneas. Presentan una pobre transferencia de calor en diámetros mayores (Afandizadeh and Foumeny 2000).
4. Reactor de lecho fluidizado: Se presenta como la combinación de los dos tipos de reactor más utilizados, el reactor de lecho empacado y el tanque agitado, permite altas tasas de transferencia de masa y energía a la vez que aumenta el área de contactos entre fases, el empaque puede ser un

catalizador. Se trata de un sólido suspendido en el flujo ascendente de uno de los reactantes (Werther 2007).

1.6 CONTROL DE PROCESOS

En los procesos químicos existen una gran cantidad de variables, que afectan significativamente la operación. Estas deben ser cuidadosamente monitoreadas de tal forma que todo el equipo funcione bajo las mejores condiciones. De esta necesidad nace el control de procesos, el cual por medio de un sistema de medición y manipulación garantiza que todas las variables se mantengan en el valor deseado, denominado *set-point*. Para lograr esto se utilizan una serie de dispositivos mecánicos, eléctricos y electrónicos, como son (Smith and Corripio 1991):

- Sensor: También conocido como elemento primario, es un dispositivo diseñado para recibir la información de una magnitud exterior y transformarla en una que se pueda cuantificar y manipular de acuerdo a las necesidades respectivas. Para este trabajo se utilizaron sensores digitales de temperatura y flujo, así como termopares tipo J.
- Controlador: El cerebro del sistema de control, es el elemento encargado de recibir la información de las variables, compararla con el *set-point* y tomar la decisión adecuada de acuerdo a su programación. En este caso se utilizó un micro controlador flexible y económico llamado Arduino.
- Elemento final de control: Es un elemento del sistema que se encarga de ejercer la acción sobre la variable manipulada.

1.7 ARDUINO

Arduino es una plataforma de hardware libre, fundada en el concepto de código abierto (arduino.cc 2014). Consiste en un microcontrolador programable en

lenguaje c/c++ lo que conlleva a una serie de ventajas como son (Enriquez Herrador 2009):

1. Económico: Las placas Arduino son más económicas que los micros controladores especializados. Además por tratarse de hardware libre no es necesario adquirir ningún tipo de licencia para su uso.
2. Entorno de programación simple y claro: El entorno de programación de Arduino ofrece una interfaz simple, para principiantes, pero flexible, para los usuarios más avanzados.
3. Código abierto: La arquitectura y programación de Arduino están protegidas bajo la licencia *Creative Commons Attribution Share-Alike*, esto permite el libre desarrollo de nuevo hardware y software basado en los originales.
4. Software extensible: Permite a los usuarios extender el lenguaje de programación mediante el uso de librerías C++ y otros recursos.
5. Hardware extensible: Ya que los planos de la placa están disponibles es posible construir el modulo agregándole extensiones propias de usuario, permitiendo que se adapte mejor a su entorno de trabajo.

Arduino se presenta como una alternativa viable para la implementación de control, ya sea manual o automático. El módulo permite acoplar sensores para medir los datos requeridos, también es posible enviar órdenes a elementos finales de control según la programación. Es particularmente útil en el uso de periféricos, como pantallas LCD u otros dispositivos mediante redes Bluetooth o Wi-Fi (Banzi 2011).

Además es posible escoger entre enviar esta información a una pantalla o mandar una orden a un actuador, el cual se encarga de manipular las variables.

1.8 MODULACIÓN POR ANCHO DE PULSO

PWM como también es conocido por sus siglas en inglés (pulse width modulation), es un tipo de señal de voltaje utilizada para enviar información o para modificar la energía entregada a una carga. Esto se logra cambiando el ciclo de trabajo, que consiste en variar el ancho relativo de la onda con respecto a su periodo, de esta manera se logra que el valor promedio de la señal sea el voltaje que se desea obtener. Lo anterior se ilustra en la figura 3.

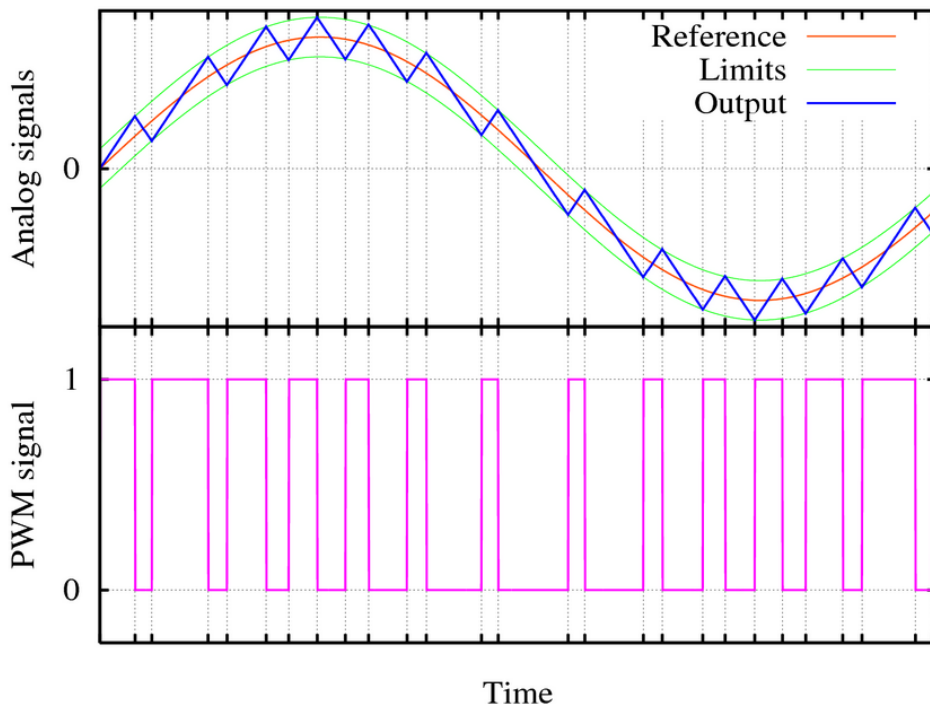
$$D = \frac{\tau}{T} * 100$$

D= Ciclo de trabajo

τ = Tiempo que la señal es positiva

T= Periodo

Figura 3. Ciclo de trabajo PWM



Fuente: Ahmad, Z. Pulse Width Modulation. Recuperado de: ume.gatech.edu

Este tipo de señales se utiliza para cambiar la intensidad de una luz, mover servomotores, controlar la velocidad de motores de corriente continua y controlar motores eléctricos de inducción o asíncronos.

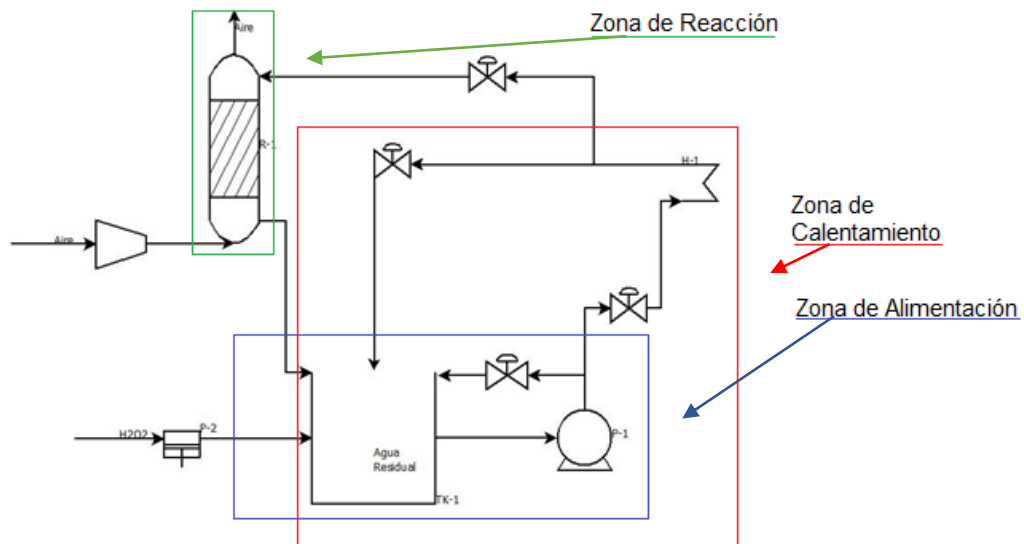
2 METODOLOGÍA

En este capítulo se describe el procedimiento utilizado durante el desarrollo de este proyecto. Principalmente consta de dos etapas: la etapa de diseño y construcción, en la cual se hace un registro de las decisiones tomadas para determinar el tipo de reactor, la conformación del proceso y el sistema de control a utilizar; y la etapa de evaluación del desempeño en la cual se realizaron las pruebas y verificación del desempeño general del proceso. . Los cálculos se pueden encontrar en el anexo A.

2.1 DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DEL PROCESO

Como se muestra en la figura 4 el proceso diseñado a escala piloto comprende 3 zonas principales: la zona de alimentación, la zona de calentamiento, y la zona de reacción, a continuación se explicará cada una de ellas.

Figura 4. Proceso Piloto



2.1.1 Reactor.

Para realizar el diseño del reactor se consideraron las condiciones de reacción, determinadas a escala laboratorio en un estudio anterior (Ravelo Nieto and Combariza Montañez 2013).

-Sustancias reaccionantes: Muestra de agua residual real (100mL), oxígeno atmosférico (aire), Peróxido de hidrógeno (8mL).

-Tiempo de degradación para muestra real: 120min.

-pH: ~2,5.

-Temperatura: 60°C.

-Catalizador: Fe_3O_4 sintetizado sobre la superficie de fibras de fique (2g)

Debido a que se trata de una reacción de catálisis heterogénea con catalizador sólido, se determinó que el reactor debía ser de tipo torre empacada, de flujo descendente y lecho fijo, a lo largo de la cual el catalizador estaría empacado por medio de canastillas de manera que se pudiese garantizar un contacto importante entre las fases de líquido y gas presentes. Ya que los tiempos de reacción en laboratorio son de alrededor de dos horas se decidió utilizar una configuración en semicontinuo, con una carga inicial de agua residual y un flujo continuo de peróxido de hidrógeno y aire.

El reactor fue construido a partir de un biodigestor fuera de uso que fue facilitado por el CEIAM^{††}, a partir de éste, se realizaron una serie de modificaciones para que cumpliera con la estructura necesaria para la reacción. El equipo presenta las siguientes características:

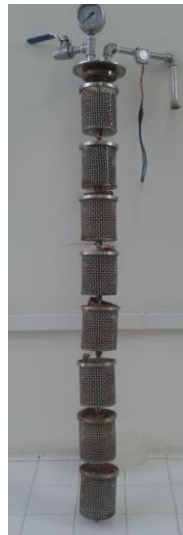
Altura: 100,7 cm

^{††} Centro de Estudios e Investigaciones Ambientales. Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga.

Diámetro interno: 9,7 cm
Diámetro externo: 10,2 cm
Volumen: 7,09 L
Material: Acero Inoxidable 316

Adicionalmente, como se aprecia en la figura 5, posee un sistema de 8 canastillas en acero inoxidable 316 acopladas a su interior con altura de 9,5 cm y 7,8 cm de diámetro. En cada una se aloja 32,5g de catalizador.

Figura 5 . Sistema de canastillas con catalizador



2.1.2 Alimentación.

Para la zona de alimentación se utilizó un tanque TK-1, mostrado en la figura 6, cuyo diámetro es 30 cm, altura 30 cm y volumen 21,2 L. El contenido del tanque es bombeado a través del sistema de tuberías por medio de una bomba centrífuga cuyas especificaciones son:

Potencia:	½ hp	Diámetro de carga:	1 in
Voltaje:	110 VAC	Diámetro de descarga:	1 in
Flujo nominal:	35 L/min	H máx.:	33 m

El flujo de entrada al reactor fue controlado por medio de un sistema de bypass de tubería con retorno al tanque de alimentación, esto fue posible gracias a la característica de flujo constante de la bomba centrífuga. El caudal es medido por un sensor y el dato es reportado en pantalla^{##}, de manera que el operador puede ajustar el flujo manipulando las válvulas del *bypass*.

El peróxido de hidrógeno es alimentado al tanque TK-1 por medio de una bomba de diafragma de corriente alterna, el flujo fue regulado mediante un circuito de regulación de voltaje. Sus especificaciones son:

Potencia:	45 W	Flujo nominal:	61.3 L/h
Voltaje:	115 VAC	Diámetro de carga:	3/8 in
Presión:	60 psi	Diámetro de descarga:	3/8 in

El Aire es alimentado al reactor por medio de un compresor de aire:

Potencia:	1 hp	Volumen:	24 L
Voltaje:	110 VAC	Presión Máx.:	110 psi

El flujo de salida del compresor fue fijado y medido a 5 m/s utilizando un anemómetro digital facilitado por el laboratorio de procesos de la escuela de ingeniería química.

^{##} Ver Sistema de control.

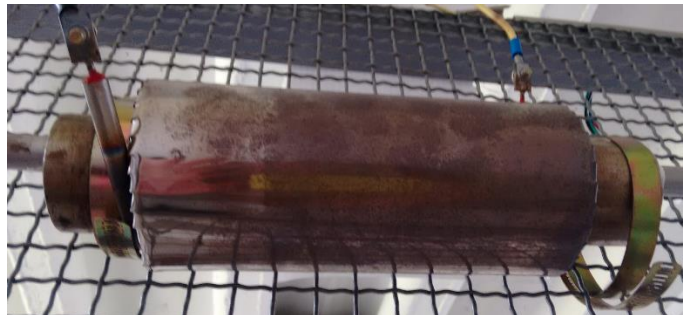
Figura 6. Tanque de Alimentación TK-1



2.1.3 Sistema de calentamiento.

Para llevar el alimento a la condición de temperatura requerida se instaló, en el sistema de tuberías, una resistencia de calentamiento tubular, mostrada en la figura 7, de 2400 W fabricada en INCOLOY 516, empleando óxido de magnesio como aislante y núcleo de ferroníquel. Fue acoplada por medio de una abrazadera de Acero 430, que utiliza como aislante asbesto, a un tubo de 4,8 cm de diámetro, con un arreglo interno de 6 deflectores a manera de mezclador para aumentar la transferencia de calor. Adicionalmente se diseñó un ciclo dentro del sistema de tuberías, que permite el flujo cerrado del alimento hasta llegar a la temperatura deseada, una vez alcanzados los 60°C se abre el paso hacia el reactor.

Figura 7. Resistencia de Calentamiento



2.1.4 Sistema de tuberías.

Con los equipos ya dimensionados, se utilizó la herramienta CAD Solidworks^{§§}, para realizar el diseño. El sistema de tuberías se construyó en tubo de acero inoxidable 304 con diámetro 1/4", para conectar la bomba al tanque de alimentación, se utilizó tubería de 1" del mismo tipo de acero.

2.2 DISEÑO DEL SISTEMA DE CONTROL

Las variables controladas en el proceso son: La temperatura, que afecta directamente el desempeño de la reacción, para esto se manipula la potencia entregada a la resistencia; y el nivel, para evitar la inundación de la torre, mediante la manipulación del flujo de entrada. (Ver anexo A. Calculos)

El pH, aunque también afecta la reacción, no fue controlado debido a que no se apreciaron cambios notables durante el tiempo de reacción.

Se diseñó una caja (figura 8) que aloja el controlador y los dispositivos eléctricos y electrónicos, necesarios para la manipulación de los equipos del proceso, como son la bomba centrífuga, la bomba de diafragma y la resistencia de calentamiento (el compresor posee un interruptor propio).

Figura 8. Tablero de controles



§§ © Dassault Systèmes. Solid Works Corp.

2.2.1 Control con Arduino.

Para controlar el flujo de alimento, se implementó el microcontrolador Arduino programado para recibir los datos de dos sensores de flujo, que se ven en la figura 9, instalados en el reactor, uno a la entrada y otro a la salida, y escribir en una pantalla LCD de manera que el operador pueda leer el flujo en tiempo real y regular manualmente utilizando las válvulas de paso en el *bypass* de la bomba.

Figura 9. Sensor de flujo en la entrada del reactor



Para controlar el flujo de peróxido de hidrógeno se utilizó el microcontrolador (figura 10) por medio de un circuito regulador de voltaje, que permite manipular el flujo de salida de la bomba de diafragma variando el voltaje entregado al motor. Utilizando una relación de voltaje suministrado al motor contra flujo entregado, fue posible determinar una función del caudal de peróxido de hidrógeno en la salida de la bomba, el cual es reportado en pantalla.

Figura 10. Microcontrolador Arduino conectado al sistema



Adicionalmente, se instalaron 3 sensores digitales de temperatura, mostrados en la figura 11, conectados al microcontrolador, que interpreta estos datos y los reporta en pantalla. Con el fin de monitorear la temperatura en el interior del reactor.

Figura 11. Sensor de temperatura



2.2.2 Circuito regulador de voltaje.

El circuito empleado para controlar el flujo de la bomba de diafragma, fue diseñado utilizando la herramienta CAD EAGLE, y consiste en un *dimmer* de corriente alterna. Este, alimentado con 120 V AC, permite al microcontrolador leer la frecuencia de la corriente y de acuerdo a esta envía señales a un relevador (optoacoplador) que corta la onda regulando el voltaje de salida, de acuerdo al principio de PWM. El circuito se puede ver en la figura 12.

Figura 12. Circuito Regulador de Voltaje



2.2.3 Control automático de temperatura.

La temperatura se controló por medio de un sistema on/off con histéresis, para esto se utilizó un pirómetro, en conjunto con un termopar tipo J, conectado a la resistencia de calentamiento.

2.3 EVALUACIÓN DEL DESEMPEÑO

Para evaluar el desempeño del reactor se realizaron una serie de ensayos físicos, en los cuales se verifica las suposiciones de flujo, contacto y calentamiento hechas durante la etapa de diseño, y químicos, en los cuales se opera el proceso en condiciones reales.

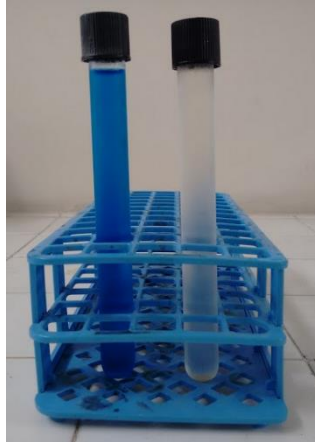
2.3.1 Ensayos físicos.

Para comprobar si el sistema funciona de la manera esperada se realizaron pruebas de calentamiento, en las cuales se confirmó que la resistencia entregara el calor necesario, que el controlador funcionara de acuerdo a la programación y que los sensores estuvieran calibrados. Estas pruebas fueron típicas, se comparó el flujo reportado en la pantalla con medidas directas tomadas con recipientes aforados y cronómetro, mientras que el calentamiento y los sensores de temperatura se probaron haciendo comparaciones con instrumentos calibrados del laboratorio.

Se ejecutaron pruebas de remoción de azul de metileno en las cuales se confirmó que la disposición del empaque ofreciera la superficie suficiente para que todo el flujo entrara en contacto con el catalizador. Estos ensayos se llevaron a cabo haciendo pasar un flujo de una solución acuosa de azul de metileno con una concentración de 2,2 ppm a través del reactor, previamente empacado con el soporte del catalizador. Se analizó la composición del efluente para determinar la concentración final y de esta manera obtener datos cuantitativos que permitieran demostrar que la disposición física fuese adecuada. En la figura 13, se puede

apreciar la solución indicadora antes y después de pasar por el empaque de fique crudo.

Figura 13. Prueba de contacto, Azul de metileno



2.3.2 Ensayo de reacción química.

Esta etapa consistió de dos pruebas realizadas de manera similar y se diferencian en la cantidad de catalizador y peróxido utilizado y el tipo de ácido empleado. Se operó el reactor con el objetivo de procesar 10L de agua residual real, integrando cada una de las etapas previamente diseñadas. Inicialmente se ajusta el pH del alimento agregándole ácido, sulfúrico en la primera prueba y clorhídrico en la segunda. Se enciende el ciclo de calentamiento para llevar a la temperatura de 60°C. Seguidamente se abre el paso de peróxido de hidrógeno al tanque TK- 1 y se comienza a alimentar el reactor, la llave de salida del reactor se mantiene cerrada hasta alcanzar el nivel establecido, luego se abre la llave igualando los flujos de entrada y de salida con la ayuda de los sensores. Se comienza la operación tomando muestras de 10 ml cada 10 minutos durante 2 horas.

3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En esta sección se presentarán los resultados obtenidos a partir de los ensayos de evaluación del desempeño y se discutirán las implicaciones y observaciones de los mismos.

El equipo ensamblado en este trabajo de grado es una buena aproximación al escalamiento a nivel piloto, es el primer intento de utilizar este material, que está siendo patentado por la UIS. Se ha logrado degradar muestras modelo en el laboratorio, en 5 minutos es posible eliminar el índigo y en 15 minutos el negro de azufre. En este caso se utilizan muestras reales que contienen surfactantes y otras sustancias que prolongan los tiempos de reacción.

3.1 ENSAYOS FÍSICOS

A partir de la prueba de recuperación de azul de metileno, por medio de un análisis de espectroscopia UV-visible, fue posible determinar el contacto efectivo entre las fases al interior del reactor.

En la tabla 1 se muestran los resultados obtenidos:

Tabla 1. Concentración de Azul de metileno

Muestra	Inicial	Final
Concentración [ppm]	2,2	0,8

Con una remoción de 63,6% lo que indica una buena superficie específica (Raúl E. Contreras 2013). Por tanto, es posible afirmar que con la disposición propuesta existe contacto efectivo entre las fibras empacadas y el flujo de agua en el reactor.

3.2 ENSAYOS DE REACCIÓN QUÍMICA

En los ensayos de laboratorio se hicieron pruebas de comparación para evaluar el desempeño del montaje. Los resultados obtenidos en estas pruebas se pueden ver en la tabla 2.

Tabla 2. Variación de parámetros en el tiempo, prueba de laboratorio.

Tiempo [min]	0	30	60	90	120
Turbiedad [NTU]	8000	1300	450	230	100
Color [Pt/Co]	40000	17500	1100	315	110
DQO [mgO ₂ /L]	7387	5698,67	4579,33	3840,67	3263

Durante el tiempo de reacción de 2 horas, se tomaron muestras cada diez minutos, estas fueron sometidas a análisis de turbiedad, color aparente y DQO. Los resultados son los mostrados a continuación:

Tabla 3. Variación de parámetros en el tiempo, prueba piloto 1

Tiempo [min]	0	30	60	90	120
Turbiedad [NTU]	8000	1400	450	240	100
Color [Pt/Co]	41000	15500	12000	350	110
DQO [mgO ₂ /L]	7390	5809	4587	3756	3273

En la tabla 2 se observa una reducción drástica en los 3 parámetros observados. Particularmente el color real y la turbiedad disminuyen casi en su totalidad (97,3% para el color aparente y 94,4% para la turbiedad) en 60 minutos de reacción. Mientras que el DQO disminuye paulatinamente y luego de 120 minutos ha disminuido en 55,8%.

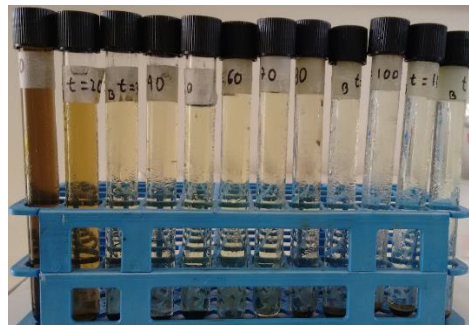
Se observó un burbujeo intenso culminado el tiempo de reacción además de un precipitado negro en tiempos tempranos (antes de 60 minutos) y un precipitado cobrizo al final. Por lo anterior se decidió realizar un ensayo con una menor cantidad de peróxido y catalizador.

Las muestras tomadas se pueden apreciar en las figuras 14 y 15.

Figura 14. Muestras recién salidas del proceso



Figura 15. Muestras reposadas



Debido a que no se encontraba disponible la cantidad de ácido sulfúrico necesaria, se utilizó ácido clorhídrico en esta segunda prueba. Los ensayos adicionales se efectuaron con la mitad del catalizador utilizado (130 g) y con 700 mL de H₂O₂ (12,5% menos). Las demás condiciones se mantuvieron iguales en todas las pruebas, al igual que los patrones de muestreo y análisis fisicoquímicos.

Los resultados obtenidos se registraron en la tabla 4:

Tabla 4. Variación de parámetros en el tiempo, prueba piloto 2

Tiempo [min]	0	30	60	90	120	140
Turbiedad [NTU]	8000	1200	750	600	450	200
Color [Pt/Co]	47000	7500	4200	3100	2300	1350
DQO [mgO ₂ /L]	2863	1730	1430	1276	1153	1026,

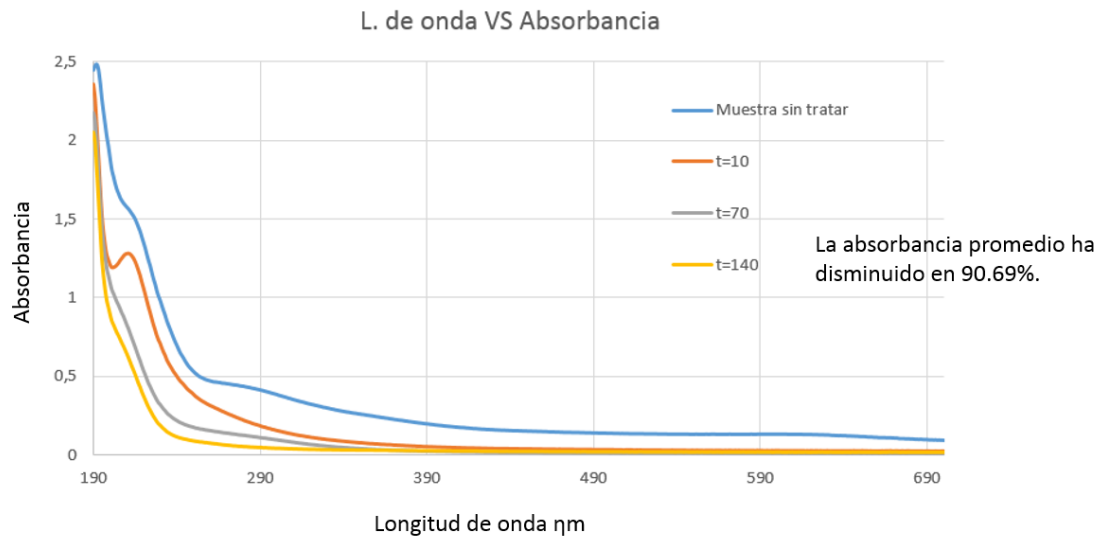
De la tabla 3 se puede ver que al igual que en la primera prueba, los tres parámetros disminuyen considerablemente, esta vez, los cambios más drásticos se dan después de 30 minutos para todos los parámetros, con disminuciones de 85% para la turbiedad, 84% en color aparente y 39,5% en DQO. Al cabo de 140 minutos la DQO ha disminuido en 64%.

Es importante destacar que, para ambas pruebas, la magnitud de los valores de DQO es relativa, ya que las muestras se encuentran diluidas, además la celulosa y el hierro presentes en el catalizador han demostrado causar interferencias con la técnica utilizada para medir este parámetro. La segunda prueba se vio afectada aún más ya que los cloruros también generan interferencias (*Boyles 1997*).

Se demostró que es posible obtener una oxidación satisfactoria con cantidades menores de catalizador y tiempo de reacción mayores, lo que indica que el proceso se puede optimizar.

Mediante la técnica de UV-Vis se analizó la absorción de luz ultravioleta visible con el fin de ver la disminución en la concentración y coloración del agua residual tratada. Para esto las muestras fueron diluidas en una relación $\frac{1 \mu\text{L muestra de agua residual}}{3 \text{ mL agua}}$.

Figura 16. Variación de la absorbancia en las muestras tratadas



En la figura 16 se puede observar como disminuye la absorbancia en el tiempo. Teniendo en cuenta la ley de Beer, una menor absorbancia indica un decaimiento en la concentración (Walton and Reyes 1983). De manera que es posible afirmar que ocurre una disminución del contenido de sustancias colorantes disueltas en el agua.

Finalmente, se obtuvo un precipitado que fue separado y secado para su análisis por fluorescencia de rayos X que se puede ver en la tabla 5. Es posible que el color negro, observado en la figura 17, del precipitado temprano sea debido a la reacción incompleta en estos tiempos, donde aún se tienen altas concentraciones de colorante. Ya que al final proceso se genera un precipitado de color café claro que no obedece al color original del tinte y que se cree es debido a los óxidos de hierro, celulosa y otros materiales residuales.

Figura 17. Lodos secos.



Tabla 5. Composición elemental de los lodos

Elemento	Concentración 30min	Concentración 120min
Na	18,87 %	6,03 %
Cl	15,22 %	8,55 %
S	12,79 %	5,59 %
Fe	10,94 %	33,56 %
Cu	1,96 %	6,27 %

4 CONCLUSIONES

Se alcanzaron reducciones importantes en los parámetros de DQO, turbiedad y color real en tiempos no mayores a 120 minutos, por lo que se puede afirmar que la implementación de la reacción a escala piloto fue exitosa.

Mediante el uso de software y hardware libre es posible desarrollar un sistema de monitoreo y control económico y eficaz, ya que el utilizado funcionó de manera correcta permitiendo garantizar y manipular las condiciones de reacción.

De los análisis de los lodos generados al final de la reacción, se puede afirmar que no contienen una cantidad apreciable de contaminantes.

5 RECOMENDACIONES

Realizar los ensayos experimentales utilizando un ácido que no contenga cloruros, ya que estos interfieren con los análisis de DQO.

En una escala industrial, implementar un sistema de control de pH al proceso, con el fin de poder contrarrestar posibles variaciones.

Utilizar válvulas de precisión que permitan una mejor manipulación de los flujos.

BIBLIOGRAFÍA

- Afandizadeh, S., y E.A. Foumeny. «Design of packed bed reactors: guides to catalyst shape, size, and loading selection.» *Applied Thermal Engineering*, 2000: 669-682.
- arduino.cc*. Septiembre de 2014. www.arduino.cc.
- Banzi, Massimo. *Getting Started with Arduino*. O'Reilly Media, Inc., 2011.
- Batthacharya, Priyankari, Shatrupa Dutta, Sourja Ghosh, Swami Vedajnananda, y Sibdas Bandyopadhyay. «Crossflow microfiltration using ceramic membrane for treatment of sulphur black effluent for garment processig industry.» *Desalination*, 2010: 67-72.
- Bildea, Costin S., Klaas Steur, y Alexandre C. Dimian. «Design and control of PFR - Separation - Recycle systems with simultaneous exothermic and endothermic reactions.» *17 Symposium on Computer Aided Process Engineering*. Elsevier B.V., 2007.
- Boyles, Wayne. *The science of chemical oxigen demand*. Colorado: Hach company, 1997.
- Carballo Suarez, Luis Maria. *Introduccion a la Catálisis Heterogénea*. Bogotá, 2002.
- Chacon-Patiño, Martha L., Cristian Blanco-Tirado, Juan P. Hinestroza, y Marianny Y. Combariza. «Biocomposite Of nanostructures Mno2 and fique fibers for efficient dye degradation.» *Green Chemistry*, 2013: 2920-2028.
- Chakraborty, J.N. *Fundamentals and practices in colourations of textiles*. Jalandar: Woodhead publishing limited, 2011.
- Enriquez Herrador, Rafael. *Guia de Usuario de Arduino*. Universidad de Cordoba, 2009.
- Izquierdo, Jose Felipe, Fidel Cunill, Javier Tejero, Monserrat Iborra, y Carles Fité. *Cinética de las Racciones Químicas*. Barcelona: EDICIONS DE LA UNIVERSITAT DE BARCELONA, 2004.
- Kim, Kyoung-Hun, y Son-Ki Ihm. «Heterogeneous catalytic wet air oxidation of refractory organic pollutants in industrial wastewaters: A review.» *Journal of Hazardous Materials*, 2011: 16-34.

- Kwack, Seung-Ho, Myung-June Park, Jong Wook Bae, Seon-jo Park, Kyoung-Su Ha, y Ki-Won Jun. «Modeling a slurry CSTR with Co/P–Al₂O₃ catalyst for Fischer–Tropsch synthesis.» *Fuel Processing technology*, 2011: 2264-2271.
- Nguyen, Thai Anh, y Ruey-Shin Juang. «Treatment of waters and wastewaters containing sulfur dyes: a review.» *Chemical engineering journal*, 2013: 109-117.
- Raúl E. Contreras, Israel Hernandez, Ranulfo O. González, Alfonso García, María Arriaga. «REMOCIÓN DE AZUL DE METILENO EN MEDIO ACUOSO MEDIANTE EL USO DE BAGAZO DE CAÑA DE AZÚCAR Y RASTROJO DE MAÍZ MODIFICADOS CON IONES SO₄.» *Avances en Ciencias e Ingeniería*, 2013: 29-37.
- Ravelo Nieto, Eduardo, y Marianny Yajaira Combariza Montañez. «SINTESIS Y CARACTERIZACION DE BIONANOCOMPOSITOS CON BASE EN FIBRAS DE FIQUE Y OXIDO DE HIERRO (FE₃O₄) Y EVALUACION DE SU ACTIVIDAD EN LA DEGRADACION DE COLORANTES.» Bucaramanga, Santander, 2013.
- Ross, J. R. H. *Heterogeneous Catalysis: Fundamentals and Applications*. Oxford: Elsevier, 2012.
- Smith, Carlos A., y Armando B. Corripio. *Control Automatico de Procesos*. Mexico: Noriega Limusa, 1991.
- Walton, Harold F., y Jorge Reyes. *Analisis Quimico e Instrumental Moderno*. Barcelona: Reverte S.A., 1983.
- Werther, Joachim. *Fluidized-Bed Reactors*. Wiley-VCH verlag GmbH & Co., 2007.

ANEXOS

Anexo A. Cálculos

Selección de la bomba:

Para seleccionar la bomba adecuada para el proceso se tuvieron en cuenta dos aspectos, el tipo y la potencia requerida para transportar el líquido a través de la tubería.

El cálculo de la potencia se lleva a cabo mediante la siguiente formula:

$$W_{bomba} = \rho \times Q \times g \times h_b \quad Ec. A1$$

W_{bomba}	Potencia de la bomba
ρ	Densidad del líquido, $998.02 \text{ Kg}/\text{m}^3$
Q	Caudal de liquido
h_b	Perdidas de la bomba

Las pérdidas de carga en la bomba son:

$$h_b = (Z_2 - Z_1) + h_T \quad Ec. A2$$

Z_1	Altura inicial, 0.15 m
Z_2	Altura Final, 1.74 m
h_T	Pérdidas totales

A su vez las pérdidas de carga totales son:

$$h_T = h_M + h_m \quad Ec. A3$$

h_M	Perdidas mayores, por fricción
h_m	Perdidas menores, por accesorios

Perdidas por fricción:

$$h_M = \frac{f \times L \times \rho \times v_{prom}^2}{2 \times g \times D} \quad Ec. A4$$

f	Factos de fricción de Darcy
L	Longitud de la tubería, 3.44 m
D	Diámetro de la tubería, 0.01 m
v_{prom}	Velocidad promedio
g	Gravedad, 9.8 m/s^2

Primero se calculó el número de Reynolds

$$Re = \frac{\rho \times v_{prom} \times D}{\mu} \quad Ec. A5$$

Re	Numero de Reynolds
μ	Viscosidad del agua residual, $0.549 \text{ N} \times \text{s}/\text{m}^2$

Para efectos de diseño se consideró el flujo máximo, el cual fue estimado de para mantener un nivel Z_r de 0.29 m por debajo de la última canastilla, garantizando que no se inundara la torre.

$$v = \sqrt{2 \times g \times Z_r} \quad \text{Ec. A6}$$

v Velocidad lineal del líquido
 Z_r Altura del agua residual acumulada en el reactor

De la ecuación anterior se despeja la velocidad lineal del líquido

$$v = \sqrt{2 \times 9.8 \times 0.29}$$

$$v = 2.38 \text{ m/s}$$

La velocidad promedio del líquido se define como:

$$v_{prom} = \frac{v}{2} \quad \text{Ec. A7}$$

$$v_{prom} = \frac{2.38}{2}$$

$$v_{prom} = 1.19 \text{ m/s}$$

De la ecuación A5:

$$Re = \frac{998.02 \times 1.19 \times 0.01}{0.0549}$$

$$Re = 21.63$$

Factor de Darcy:

$$f = \frac{64}{Re} \quad Ec.A8$$

$$f = \frac{64}{21.63}$$

$$f = 2.96$$

Utilizando la ecuación A4:

$$h_M = \frac{2.96 \times 3.44 \times 998.02 \times 1.19^2}{2 \times 9.8 \times 0.01}$$

$$h_M = 73.56 \text{ m}$$

Pérdidas por accesorios:

$$h_m = \frac{K_l \times v_{prom}^2}{2 \times g} \quad Ec.A9$$

K_l Coeficiente de pérdida

$$K_l = f \times \frac{l_{eq}}{D} \quad Ec.A10$$

l_{eq} Longitud equivalente del accesorio, leída en tablas para cada accesorio.

Se calculan de forma independiente para cada accesorio utilizando las ecuaciones A9 y A10 así:

- Codos

$$\frac{l_{eq}}{D} = 30$$

$$K_l = 2.96 \times 30 = 88.8$$

$$h_m = \frac{88.8 \times 1.19^2}{2 \times 9.8} \\ = 6.42 \text{ m}$$

Como se tienen 6 codos:

$$h_m = 6.42 \times 6$$

$$h_m = 38.49 \text{ m}$$

- Tee

$$\frac{l_{eq}}{D} = 20$$

$$K_l = 59.2$$

$$h_m = 4.28 \text{ m}$$

Multiplicado por 3 Tee totales

$$h_m = 12.83 \text{ m}$$

- Válvulas

$$\frac{l_{eq}}{D} = 340$$

$$K_l = 1006.4$$

$$h_m = 72.71 \text{ m}$$

Multiplicado por 2 válvulas totales

$$h_m = 142.42 \text{ m}$$

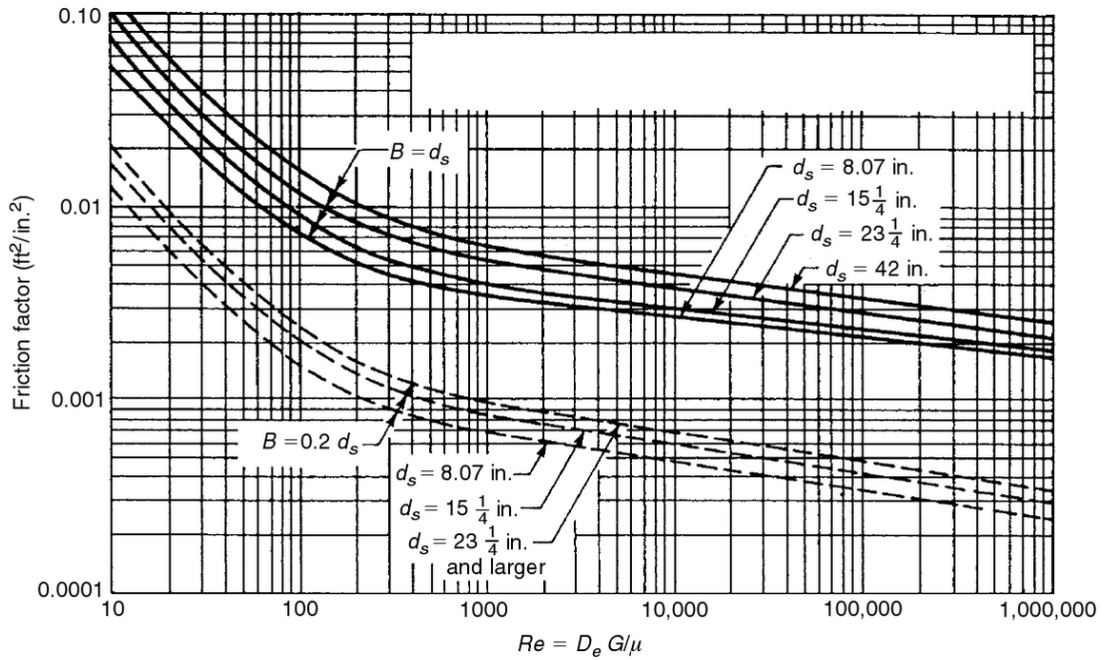
En el caso de los tubos con deflectores se utilizaron las ecuaciones de un intercambiador de calor, como se encuentran en *process and heat transfer principles and applications* páginas 191-192, para aproximar la pérdida de carga.

Pérdida de presión:

$$\Delta P_f = \frac{f \times G^2 \times d_s \times (n_b + 1)}{(7.5 \times 10^{12}) \times d_e \times S \times \emptyset} \quad \text{Ec. A11}$$

ΔP_f	Pérdida de presión
G	Flux másico, $46935.25 \text{ lbm}/h \times ft^2$
d_s	Diámetro interno del tubo externo, 1.692 in
n_b	Numero de baffles, 6
d_e	Diámetro equivalente, 1.692 in
S	Gravedad específica del fluido 1
\emptyset	Factor de corrección de la viscosidad 1

Factor de fricción:



Tomado de "Process Heat Transfer: Principles and Applications" capítulo 5, pág. 191

$$f = 144(f_1 - 1.25 \times \left(1 - \frac{B}{d_s}\right) \times (f_1 - f_2)) \quad \text{Ec. A12}$$

f_1 Factor de fricción de la gráfica para $B/d_s = 1$

f_2 Factor de fricción de la gráfica para $B/d_s = 0.2$

B Espaciamiento entre bafles

$$f_1 = \exp \times [0.092 \times (\ln Re)^2 - 1.48 \times \ln Re - 0.000526 \times d_s^2 + 0.0478 \times d_s - 0.338] \quad \text{Ec. A13}$$

$$f_2 = exp \times [0.123 \times (\ln Re)^2 - 1.78 \times \ln Re - 0.00132 \times d_s^2 + 0.0678 \times d_s - 1.34] \quad Ec. A14$$

Utilizando las ecuaciones A13 y A14 se obtiene respetivamente:

$$f_1 = 0.0195$$

$$f_2 = 3.932 \times 10^{-3}$$

Reemplazando en la ecuación A12:

$$f = 2.23$$

A partir de A11:

$$\Delta P_f = 4.585 \times 10^{-3} \text{ psi}$$

$$\Delta P_f = 31612.462 \text{ Pa}$$

La pérdida se carga se calcula así:

$$h_m = \frac{\Delta P_f}{\rho \times g}$$

$$h_m = \frac{31612.462}{998.02 \times 9.8}$$

$$h_m = 3.265 \text{ m}$$

Se tienen dos arreglos de tubos con baffles, entonces:

$$h_m = 6.529 \text{ m}$$

Teniendo todas las pérdidas de fricción y accesorios se halla la pérdida de carga total utilizando la ecuación A3:

$$h_T = 73.56 + 38.49 + 12.83 + 145.42 + 6.529$$

$$h_T = 276.829 \text{ m}$$

Con la ecuación A2:

$$h_b = (1.74 - 0.15) + 276.829$$

$$h_b = 278.419$$

Calculada toda esta información se puede utilizar la formula A1 para encontrar la potencia de la bomba:

$$W_{bomba} = 254.33 \text{ W}$$

$$W_{bomba} = 0.34 \text{ hp}$$

Por tanto se escogió una bomba de 0.5 hp.

Masa de catalizador

Las pruebas de laboratorio previas a este proyecto, establecieron una relación

$\frac{2g \text{ Catalizador}}{100mL \text{ agua residual}}$, por medio de esta se determina:

$$10L \text{ agua residual} \times \frac{2g \text{ Catalizador}}{0,1L \text{ agua residual}} = 200g \text{ Catalizador}$$

Por efecto de contacto no uniforme al interior del reactor, se resolvió utilizar un 30% adicional de catalizador, así:

$$200g \text{ Catalizador} \times 1,3 = 260g \text{ Catalizador}$$

El catalizador fue soportado en 8 canastillas a lo largo de la columna. La masa de catalizador en cada canastilla se determinó de la siguiente manera:

$$\frac{260g \text{ Catalizador}}{8 \text{ Canastillas}} = 32,5g \text{ Catalizador en cada canastilla}$$

Dimensionamiento de la resistencia.

$$Q = m(h_2 - h_1) \quad \text{Ec. A15}$$

$$Q = v \times \rho \times \int_{T_1}^{T_2} C_p dT \quad \text{Ec. A16}$$

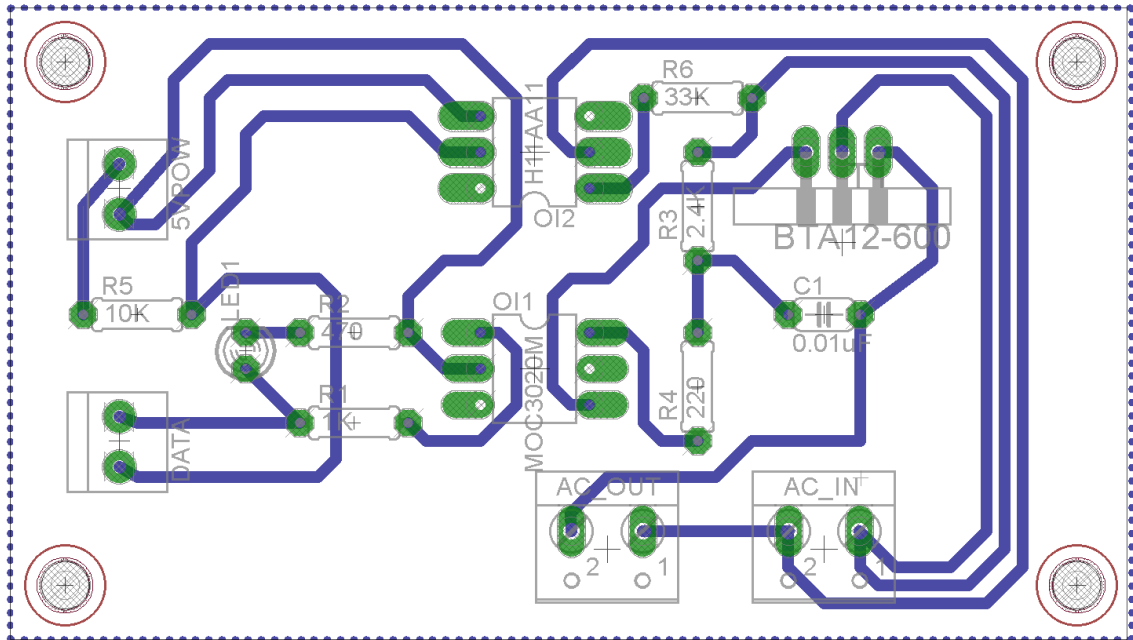
Utilizando la ecuación A16 de obtiene la potencia de la resistencia

$$Q = (9.34 \times 10^{-5}) \times (988.02) \times (8.314) \\ \times \left(\int_{25}^{50} 8.712 + (1.25 \times 10^{-3}) \times T - (0.18 \times 10^{-6}) \times T^2 \right)$$

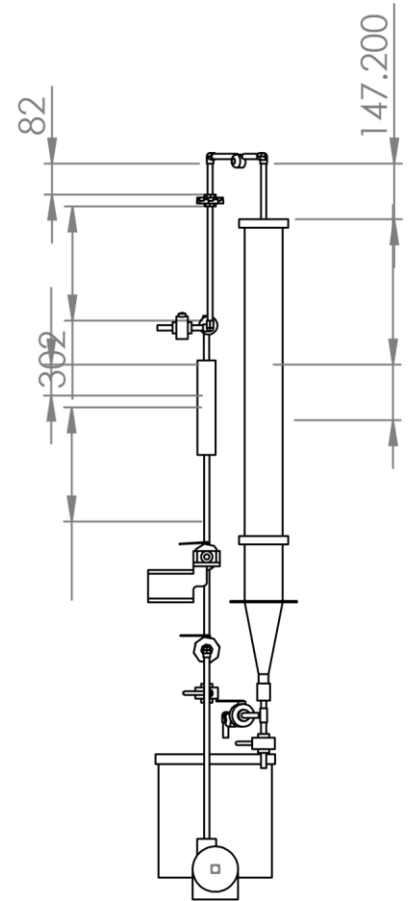
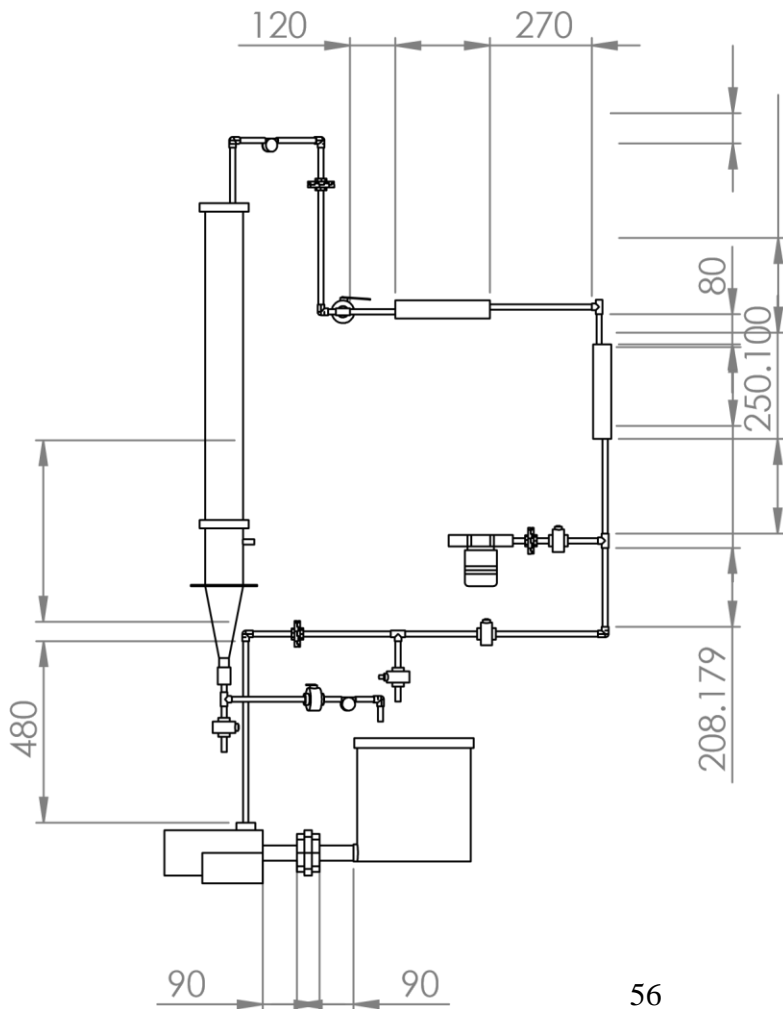
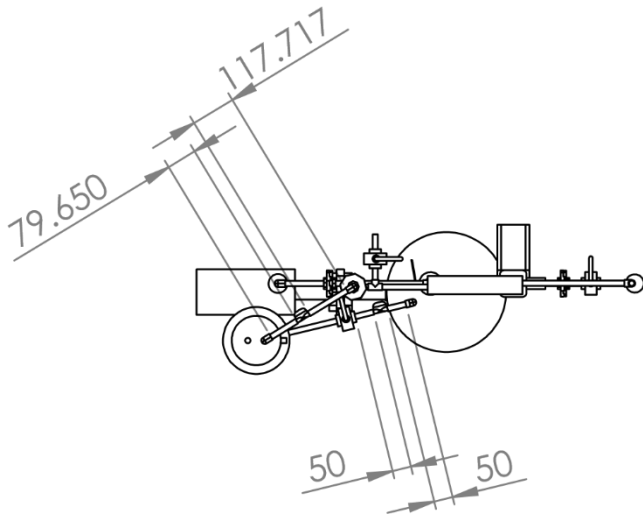
$$Q = 9333.077 \text{ W}$$

Anexo B. Planos

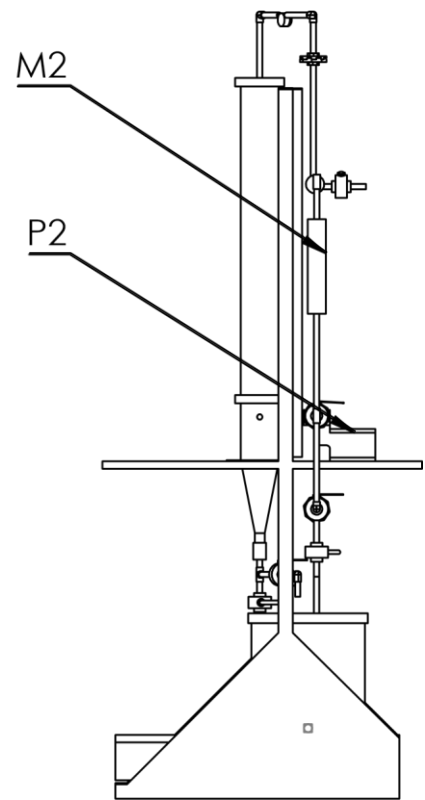
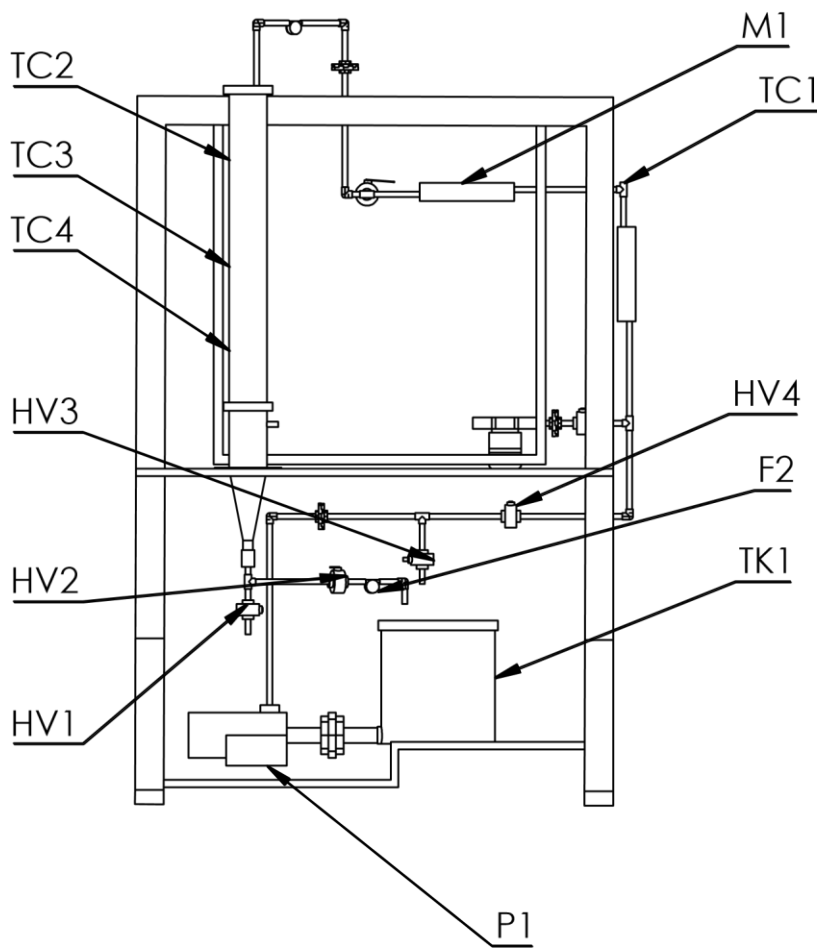
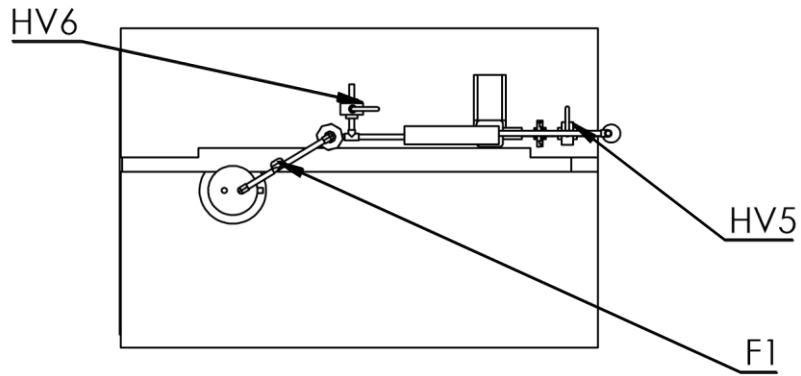
Plano de PCB



Plano de las tuberías



Plano del Proceso



Válvula Manual	HV
Sensor de Flujo	F
Sensor de Temperatura	TC
Mezclador	M
Tanque	TK

Anexo C. Código de programación

La programación del microcontrolador Arduino se realizó por medio del entorno de desarrollo integrado Arduino IDE, el código utilizado es el siguiente:

```
#include <OneWire.h>

#include <DallasTemperature.h>

#include <LiquidCrystal.h>

#include <ooPinChangeInt.h>

#include <FlowCounters.h>

#include <TimerOne.h>

FlowCounters Sensor1(2,75);

FlowCounters Sensor2(3,75);

LiquidCrystal lcd(13, 11, 10, 12, 9, 8);

#define LCD_CLEAR 0b00000001 // 0x01

#define ONE_WIRE_BUS 2

volatile int i=0;

volatile int j=0;

volatile boolean zero_cross=0;

int AC_pin = 6;

int POT_pin = A0;

int dim = 0;

int freqStep = 65;
```

```

OneWire oneWire(ONE_WIRE_BUS);

OneWire oneWireA (7);

OneWire oneWireB (5);

OneWire oneWireC (4);

DallasTemperature sensorsA (&oneWireA);

DallasTemperature sensorsB (&oneWireB);

DallasTemperature sensorsC (&oneWireC);

int Af, Ac, Bf, Bc, Cf, Cc, Tprom;

float Fa, Fb ;

void setup(void) {

    Serial.begin(9600);

    lcd.begin(16, 2);

    sensorsA.begin();

    sensorsB.begin();

    sensorsC.begin();

    pinMode(AC_pin, OUTPUT);

    attachInterrupt(0, zero_cross_detect, RISING);

    Timer1.initialize(freqStep);

    Timer1.attachInterrupt(dim_check, freqStep);

}

void zero_cross_detect() {

    zero_cross = true;

```

```

    j=0;

    digitalWrite(AC_pin, LOW);
}

void dim_check() {
    if(zero_cross == true) {
        if(j>=dim) {
            digitalWrite(AC_pin, HIGH);

            j=0;

            zero_cross=false;

        }

        else {

            j++;

        }

    }

}

void loop(void) {

    sensorsA.requestTemperatures();

    sensorsB.requestTemperatures();

    sensorsC.requestTemperatures();

    Af=sensorsA.getTempFByIndex(0);

    Bf=sensorsB.getTempFByIndex(0);

    Cf=sensorsC.getTempFByIndex(0);

```

```

Ac=((Af-32)*(0.555));
Bc=((Bf-32)*(0.555));
Cc=((Cf-32)*(0.555));
Tprom = ((Ac+Bc+Cc)/3);
Fa = Sensor1.readLitersPerMin();
Fb = Sensor2.readLitersPerMin();
Serial.print("Temperature is: ");
Serial.println("TA=");
    Serial.println(Ac);
Serial.println("TB=");
    Serial.println(Bc);
Serial.println("TC=");
    Serial.println(Cc);
Serial.println("TB=");
    Serial.println(Bc);
Serial.println("Tprom=");
    Serial.println(Tprom);
Serial.print("Sensro 1 L/min: ");
Serial.println(Fa);
Serial.print("Sensor 2 L/min: ");
Serial.println(Fb);
lcd.setCursor(0, 0);

```

```
lcd.print("T=");  
lcd.print("A_");  
lcd.print(Ac);  
lcd.print("B_");  
lcd.print(Bc);  
lcd.print("C_");  
lcd.print(Cc);  
lcd.print("C");  
lcd.setCursor(0, 1);  
lcd.print("F=");  
lcd.print("A_");  
lcd.print(Fa);  
lcd.print("B_");  
lcd.print(Fb);  
lcd.print("Lm");  
dim = analogRead(POT_pin) / 8;  
  delay(1000);  
}
```

Anexo D. Protocolo de encendido

1. Inspección visual.
2. Acondicionamiento y lavado previos.
3. Carga del tinte en el tanque de alimentación TK-1.
4. Revisión de pH de la alimentación.
5. Carga del catalizador en el reactor.
6. Encendido de la bomba y la resistencia de calentamiento en posición de reciclo total hasta alcanzar la temperatura deseada.
7. Simultáneamente: Apertura de la válvula de paso hacia el reactor y Cierre de la válvula de ciclo de calentamiento.
8. Encendido del compresor y bomba de diafragma.