



Subsecretaría de Educación Superior Tecnológico Nacional de México Instituto Tecnológico de Orizaba

"Año del Centenario de la Promulgación de la Constitución Política de los Estados Unidos Mexicanos"







Subsecretaría de Educación Superior Tecnológico Nacional de México Instituto Tecnológico de Orizaba

"Año del Centenario de la Promulgación de la Constitución Política de los Estados Unidos Mexicanos"

FECHA:27/10/2017DEPENDENCIA:POSGRADOASUNTO:Autorización de ImpresiónOPCIÓN:I

#### C. NURIA ESTEFANIA PRADO MORA CANDIDATO A GRADO DE MAESTRO EN: CIENCIAS EN INGENIERIA QUIMICA

De acuerdo con el Reglamento de Titulación vigente de los Centros de Enseñanza Técnica Superior, dependiente de la Dirección General de Institutos Tecnológicos de la Secretaría de Educación Pública y habiendo cumplido con todas las indicaciones que la Comisión Revisora le hizo respecto a su Trabajo Profesional titulado:

> "ESCALAMIENTO (SCALE UP) DE UN FOTO-PROCESO DE REMOCION FENOLICA EN VINAZAS MEZCALERAS A ESCALA PILOTO".

Comunico a Usted que este Departamento concede su autorización para que proceda a la impresión del mismo.

MENT E

RUBEN POSADA GOMEZ JEFE DE LA DIV. DE ESTUDIOS DE POSGRADO



SECRETARIA DE EDUCACIÓN PUBLICA INSTITUTO TECNOLÓGIC DE ORIZABA

ggc



Avenida Oriente 9 Núm. 852, Colonia Emiliano Zapata, C.P. 94320 Orizaba, Veracruz, México Teléfonos: (272) 7 24 40 96 Fax. (272) 7 25 17 28 e- mail: Orizaba@itorizaba.edu.mx www.itorizaba.edu.mx





"Año del Centenario de la Promulgación de la Constitución Política de los Estados Unidos Mexicanos"

FECHA : 09/10/2017

ASUNTO: Revisión de Trabajo Escrito

C. RUBEN POSADA GOMEZ JEFE DE LA DIVISION DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACION.

PRESENTE

Los que suscriben, miembros del jurado, han realizado la revisión de la Tesis del (la) C. :

NURIA ESTEFANIA PRADO MORA

la cual lleva el título de:

"ESCALAMIENTO (SCALE UP) DE UN FOTO-PROCESO DE REMOCION FENOLICA EN VINAZAS MEZCALERAS A ESCALA PILOTO".

Y concluyen que se acepta.

ATENTAMENTE

PRESIDENTE : DR. DENIS CANTU LOZANO

SECRETARIO : DR. CARLOS MONTALVO ROMERO

VOCAL : DRA. GUADALUPE LUNA SOLANO

VOCAL SUP. : M.I. NORMA ALEJANDRA VALLEJO CANTU



EGRESADO(A) DE LA MAESTRIA EN CIENCIAS EN INGENIERIA QUIMICA

OPCION: I Tesis







Avenida Oriente 9 Núm. 852, Colonia Emiliano Zapata, C.P. 94320 Orizaba, Veracruz, México Teléfonos: (272) 7 24 40 96 Fax. (272) 7 25 17 28 e- mail: Orizaba@itorizaba.edu.mx www.itorizaba.edu.mx

#### DEDICATORIAS

A *DIOS* gracias por tus escuchas y provisiones durante este proyecto que hoy culmina como una meta personal cumplida exitosamente, por tus cuidados en los viajes realizados en este periodo de la Maestría; pero sobre todo mi DIOS te agradezco por tu infinito amor, por tu misericordia, por todas tus bendiciones y bondades recibidas así como tu compañía que ha estado a lo largo de mi vida. Para ti este pensamiento que nació desde el fondo de mi corazón:

"Grande es mi Señor que actuó cuando le abrí mi corazón y su respuesta fue simple: fue una forma de hacerte ver que nunca tienes que dejar de creer en ti"

#### Nuria Estefania

A ti *papá* **Roberto Isaias**, por ser mi primer y gran amor, por ser mi padre por excelencia y mi orgullo, ser mi mayor ejemplo de trabajo, gracias porque siempre has sido cuidadoso en que no me falte nada, gracias por tus consejos, por las alegrías, por los abrazos y besos, por llenar de optimismo mi camino y hacerme ver qué todo cuanto se quiere lograr se puede llevar a cabo.

A ti mamá *Alejandrina Rosario*, por ser mi otro primer y gran amor, ejemplo admirable de amor, gracias por ser la mejor amiga inseparable y de toda la vida, por ser mi consejera quien siempre quiere y busca lo mejor para mí, por tus besos y abrazos que siempre reconforman, por tu amor incondicional, por los ánimos durante mis caídas y tus ojos brillantes durante mis logros.

A ti hermano *Isaias*, mi colega, gracias por compartir tus conocimientos para conmigo y por ayudarme en resolver mis dudas aun estando involucrado en otra área, y estoy segura de que podemos llegar a ser un gran equipo.

A ti hermano *Juan de Jesús*, mi hermanito por siempre, gracias por los buenos momentos que hemos pasado juntos, gracias por confiar en mí, y gracias por tus sonrisas y locuras que hacen que olvide las veces que me haces enojar.

A ti *Jorge*, gracias por todo el tiempo que hemos compartido juntos, gracias por estar en todo momento, gracias por cada palabra, canción y poema que de tu boca sale, gracias por tus ánimos, consejos y apoyo, gracias por ser el complemento perfecto.

A Ud. mi asesor *Dr. Denis Cantú Lozano*, gracias por la confianza depositada en mi persona para emprender este proyecto, gracias por su apoyo, enseñanzas, consejos y su tiempo; gracias también por esas otras buenas charlas que recordaré.

A ustedes *Paulina* y *Sharon*, gracias por su amistad sincera e incondicional, gracias por sus consejos, su apoyo y esos ánimos, gracias por esas experiencias de viaje que no olvidaré, esas noches de desvelo, gracias por cada momento juntas.

#### RECONOCIMIENTOS

A mi asesor el *Dr. Denis Cantú Lozano* por su acompañamiento profesional a lo largo de la Maestría pero especialmente por su invaluable dirección durante el periodo comprendido para este proyecto de investigación, el cual puedo decir que es la generación de una idea nueva dentro de una de las áreas de investigación en las que Ud. Dr. tiene la experiencia y capacidad y con las que inicia el cumplimiento de uno de sus sueños como en alguna ocasión lo mencionó.

A mi co-asesor el *Dr. Carlos Montalvo Romero* por sus atenciones durante este periodo así como también por sus comentarios y recomendaciones para enriquecer la presente investigación.

Al *Dr. Gabriel Ascanio Gasca* - UNAM por sus infinitas atenciones académicas, por la confianza brindada, por su valioso tiempo que dispuso para compartir para conmigo pese a tener una agenda muy ocupada, por los conocimientos y experiencias compartidas, por las enseñanzas, ideas y aportaciones de invaluable utilidad para enriquecer este proyecto, proyecto del cual Ud. fue parte importante para su cumplimento.

Al *Maestro Miguel Ángel Bazán Ramírez -* **UNAM** por su tiempo brindado en atención a este proyecto, por la confianza y por las ideas para enriquecer esta investigación, gracias también por sus recomendaciones y propuestas hechas.

Al *QFB. José Domingo Orozco Valdivieso* por todas las atenciones de su parte, por la confianza a mi persona, por compartir esos conocimientos y esas enseñanzas que han sido producto de sus vivencias, de su experiencia, pero sobre todo de la dedicación y el amor con que realiza su trabajo, Salud.

A *Etna*, por el tiempo para compartir tus conocimientos, por tu ayuda y consejos, gracias también por recordarme siempre que todo es posible en Dios, en el Señor que nos fortalece.

A *CONACyT* por la beca otorgada con el número de apoyo 422924 que me permitió solventar mis estudios de posgrado y hacer posible la realización de este proyecto.

A la *mezcalería "La costumbre"* ubicada en San Pablo Villa de Mitla en Oaxaca y a la *Industria de alimentos Tenerife S.A. de C.V.* de Orizaba por facilitar las muestras de vinazas necesarias para el desarrollo del presente proyecto.

A los *profesores* Dra. Rosalía Cerecero Enríquez, M.I.A Adrián Reyes Benítez, Dra. Guadalupe Luna Solano, M.I.Q. Norma A. Vallejo Cantú, Dr. Alejandro Alvarado Lassman, Dr. Juan Manuel Méndez Contreras, Dr. Galo Rafael Urrea García, Dra. Leticia López Zamora y M.C. María Elena García Reyes por sus aportes a mi formación profesional.

#### RESUMEN

## "Escalamiento (*Scale up*) de un foto-proceso de remoción fenólica en vinazas mezcaleras a escala piloto"

Elaborada por:I.Q. Nuria Estefanía Prado MoraDirigida por:Dr. Denis Cantú LozanoDr. Carlos Montalvo Romero

Las vinazas mezcaleras y alcoholeras son subproductos no deseados dentro de los procesos de producción del mezcal y de alcohol respectivamente y que son consideradas como un residuo altamente contaminante, tóxico y que son difícilmente biodegradables debido a su alto contenido de fenol. La mayoría de las vinazas son descargadas en aguas superficiales sin ser previamente tratadas, lo que trae como consecuencia un grave problema de contaminación ambiental. Una de las soluciones propuestas a dicha problemática es el tratamiento de éstas en un Reactor Fotocatálitico de Discos Rotatorios (RFDR) como lo es el utilizado en el presente proyecto. Este RFDR tiene la capacidad de tratar un volumen de 6.740 L, por lo que es considerado de nivel laboratorio, sin embargo; la cantidad promedio de las vinazas generadas en ambos procesos es de 10 L de vinazas por cada litro del producto final deseado, es por ello que en la presente investigación se estudiaron los tres principios de similitud (geométrica, cinemática y dinámica) para poder desarrollar el escalamiento del proceso y tratar al menos 80 L de vinazas para considerarse un nivel de planta piloto. Para llevar a cabo el estudio de estos principios de similitud se analizaron muestras de vinazas mezcaleras y alcoholeras considerando un equipo geométricamente similar teniendo como equipo modelo el RFDR en su escala laboratorio. El conocimiento de las variables utilizadas para el estudio de estos principios permitió seleccionar tres criterios de escalamiento: la relación P/V (Potencia por unidad de Volumen), la velocidad tangencial de agitación y control a través de Reynolds identificando a la velocidad de rotación (N) como la variable de mayor interés en el proceso. También, cabe hacer mención de que se consideraron otros fluidos con la intención de dar inicio a una investigación más exhaustiva dentro del campo de la agitación, poco explorado para estos procesos en particular.

#### ABSTRACT

## "Scaling up of a photo-process of phenol removal in mescal vinasses to pilot scale"

By: I.Q. Nuria Estefanía Prado Mora Advisors: Dr. Denis Cantú Lozano Dr. Carlos Montalvo Romero

Mescal and bioethanol vinasses are an unwanted by-product within the mescal and alcohol production processes respectively and they are considered as a highly polluting and toxic wastes and which are hardly biodegradable due to its high content of phenol. Most of the vinasses are discharged into surface waters without being previously treated, which results in a serious environmental pollution problem. One of the proposed solutions to this problem is the treatment of these in a Photocatalytic Reactor of Rotary Disks (RFDR, for its acronym in Spanish) as used in this project. This RFDR has the capacity to treat a volume of 6.740 L, so it is considered a laboratory level, however; the average amount of the vinasses generated in both processes is 10 L of vinasses for each litre of the final product desired, is for this reason that in the present investigation the three principles of similarity were studied (geometric, kinematics and dynamics) to be able develop the scaling process and treat at least 80 L of vinasses to be consider a pilot plant level. To carry out the study of these principles of similarity, mescal and bioethanol vinasses samples were analyzed in a geometrically similar equipment taking as an equipment model the RFDR in scale laboratory. The knowledge of the variables used for the study of these principles allowed to select three scaling criteria: the relationship P/V (power per unit volume), the tangential speed of agitation and control through Reynolds identifying the rotational speed (N) as the variable of interest in the process. Also, it should be noted that other fluids were considered with the intention to initiating a more exhaustive investigation within the field of agitation, little explored for these particular processes.

### ÍNDICE

LISTA DE FIGURAS	iv
LISTA DE TABLAS	vi
NOMENCLATURA	vii
INTRODUCCIÓN	1
CAPÍTULO 1. FUNDAMENTOS TEÓRICOS	2
1.1 El mezcal en México	3
1.1.1 El proceso de producción del mezcal	4
1.1.2 Las vinazas mezcaleras	7
1.1.3 Compuestos fenólicos presentes en las vinazas mezcaleras	7
1.1.4 Alternativas para el tratamiento de fenoles presentes en vinazas mezcaleras	9
1.2 La catálisis heterogénea	. 10
1.2.1 La fotocatálisis heterogénea	. 10
1.2.2 El semiconductor dióxido de titanio (TiO2)	. 12
1.3 El foto-proceso de remoción de compuestos fenólicos presentes en vinazas mezcaleras	. 13
1.3.1 Reactor Fotocatalítico de Discos Rotatorios (RFDR)	. 14
1.3.2 Configuración de un RFDR	. 14
1.3.3 Flujo cerca de un disco rotativo	. 15
1.4 Reología	. 20
1.4.1 Conceptos básicos	. 21
1.4.2 Parámetros reológicos	. 22
1.4.3 Clasificación de los fluidos de acuerdo a comportamiento reológico	. 24
1.4.4 Modelos reológicos	. 26
1.5 Generalidades del Scale up	. 27
1.5.1 El análisis dimensional	. 27
1.5.2 Los números o grupos adimensionales	. 28
1.5.3 Los principios de similitud	. 29
1.5.4 Criterios de escalamiento	. 31
1.5.5 <i>Scale up</i> de un proceso con fluidos no Newtonianos	. 34

CAPÍTULO 2. MATERIALES Y MÉTODOS	37
2.1 Descripción general de la metodología	39
2.2 Obtención de parámetros geométricos	39
2.2.1 Dimensiones lineales del RFDR modelo	41
2.3 Componentes del RFDR modelo	44
2.3.1 Impregnación de los discos con el catalizador de TiO2	45
2.4 Corridas de calibración del RFDR modelo	45
2.4.1 Caracterización reológica de fluidos de calibración	45
2.4.2 Corridas en el RFDR modelo de los fluidos de calibración	47
2.5 Obtención de parámetros cinemáticos	47
2.6 Obtención de parámetros dinámicos	48
2.7 Obtención de modelos matemáticos	48
2.8 Análisis de los resultados	49
2.9 Validación de los resultados	50
2.9.1 Caracterización reológica de las vinazas mezcaleras	50
2.9.2 Corridas con las muestras de vinazas en el RFDR modelo	50
CAPÍTULO 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	51
3.1 Obtención de los parámetros geométricos	52
3.1.1 Consideraciones para el factor de escala	52
3.1.2 Diseño de la base del RFDR prototipo	55
3.1.3 Diseño de la tapa del RFDR prototipo	56
3.1.4 Diseño del sistema de agitación	57
3.1.5 Dimensiones lineales del RFDR prototipo	58
3.2 Adaptaciones necesarias al RFDRM para las corridas experimentales	61
3.3 Corridas de calibración del RFDR modelo	63
3.4 Obtención de parámetros cinemáticos y dinámicos	69
3.4.1 Cálculo del adimensional Froude	69
3.4.2 Cálculo de los adimensionales potencia y Reynolds	70
3.5 Corridas experimentales con vinazas	74
3.5.1 Caracterización reológica de las vinazas	75

3.6 Obtención de modelos matemáticos	. 78
3.6.1 Selección de los criterios de escalamiento para el fotoproceso de remoción fenólica	78
3.6.2 Estimación de la velocidad de rotación de trabajo idónea del RFDRP bajo ciertos criterios de escalamiento	79
3.7 Análisis de los resultados	. 83
3.8 Consumo de potencia	. 85
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	86
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	90

#### LISTA DE FIGURAS

Figura Página
1.1 Producción del mezcal por año (COMERCAM, 2016)4
1.2 Diagrama del proceso de producción del mezcal6
1.3 El fenol y sus derivados más comunes
1.4 Las vinazas mezcaleras y su alto poder contaminante
1.5 Procesos que ocurren en la interfaz semiconductor-electrolito bajo
iluminación (Domenech, 2001)11
1.6 Esquema del proceso fotocatalítico sobre una partícula semiconductora de
TiO <sub>2</sub> (Sarria <i>et al.</i> , 2005)12
1.7 Representación del funcionamiento del RFDR, vista lateral (Montalvo-
Romero <i>et al</i> ., 2015)
1.8 Esquema del flujo de un disco rotativo (Adaptado de Shanbghazani et al.,
2009)
1.9 Modelo físico de un disco rotativo (Adaptado de Shanbghazani et al., 2009). 17
1.10 Regímenes de flujo que se observan a medida que se incrementa el
número de Reynolds. Las regiones de flujo turbulento están sombreadas
(Bird <i>et al</i> ., 2014)
1.11 Flujo laminar cerca de un disco rotando (Sohrab, 2002)
1.12 Posible flujo laminar cerca de un disco rotando de un RFDR (Adaptado de
Sohrab, 2002)
1.13 Deformación de un fluido sujeto a una tensión de cizalladura (Perry et al.,
2010)
1.14 Reograma del comportamiento esquemático de la viscosidad dinámica o
absoluta y la viscosidad aparente (Gómez-Arias et al., 2009)
<b>1.15</b> Tipos de fluidos (Bird <i>et al.</i> , 2010)25
1.16 Clasificación de acuerdo a comportamiento reológico (Steffe, 1996)25
1.17 Curvas para fluidos típicos independientes del tiempo (Steffe, 1996)

1.18 Interrelación de los principios de similitud en el escalamiento y los
respectivos grupos adimensionales (Rushton et al., 1950 modificado por
Cantú-Lozano, 1982)
2.1 Metodología general
<b>2.2</b> Reómetro
2.3 RFDR modelo (escala laboratorio)
3.1 Esquema general del equipo re-diseñado
3.2 RFDR modelo re-diseñado
<b>3.3</b> a) Disco sin impregnar y b) disco impregnado con el fotocatalizador TiO <sub>2</sub> 64
3.4 Montaje del sistema de agitación del RFDR modelo64
3.5 Reogramas de los fluidos Newtonianos
3.6 Reogramas de los fluidos no Newtonianos (pseudoplásticos)
3.7 Reogramas de los fluidos no Newtonianos (dilatantes)
3.8 Valores del adimensional Froude NFr para las diferentes velocidades
N[rpm] del sistema de agitación del RFDR <sub>M</sub> 70
<b>3.9</b> Curvas de par de los fluidos para la calibración en el RFDR <sub>M</sub>
3.10 Curvas de potencia de los fluidos Newtonianos para la calibración en el
RFDR <sub>M</sub>
3.11 Curvas de potencia de los fluidos no Newtonianos para la calibración en
el RFDR <sub>M</sub>
3.12 Curvas linealizadas del número de potencia frente a número de Reynolds
para el sistema de agitación de discos del RFDR <sub>M</sub> utilizando diferentes
fluidos74
3.13 Reogramas de las vinazas
<b>3.14</b> Curvas de par y de potencia de las vinazas
3.15 Curvas linealizadas del número de potencia frente a número de Reynolds
para el sistema de agitación de discos del RFDR $_{M}$ con vinazas77

#### LISTA DE TABLAS

Tabla     Página
1.1 Clasificación de los procesos avanzados de oxidación (Montalvo et al., 2015)
1.2 Modelos reológicos
1.3 Diferentes criterios para cambio de escala en tanques geométricamente
similares, con medio y propiedades físicas constantes ( $NRe > 104$ , $NPo$
constante)
2.1 Descripción de las partes básicas del RFDR 40
<b>2.2</b> Dimensiones lineales de la base del RFDR <sub>M</sub>
2.3 Dimensiones lineales de la tapa del RFDR <sub>M</sub>
2.4 Dimensiones lineales del sistema de agitación del RFDR <sub>M</sub>
2.5 Componentes del RFDR <sub>M</sub>
2.6 Técnicas de cálculo para los parámetros de los adimensionales Froude,
Reynolds y potencia
<b>3.1</b> Cambios en los volúmenes de la base del RFDR <sub>M</sub> para su escalamiento
a nivel planta piloto
<b>3.2</b> Cambios en las dimensiones de la base del RFDR <sub>M</sub> para su escalamiento
a nivel planta piloto
<b>3.3</b> Cambios en las dimensiones de la tapa del RFDR $_{M}$ para su escalamiento
a nivel planta piloto
3.4 Cambios en las dimensiones del sistema de agitación del RFDR <sub>M</sub>
3.5 Dimensiones lineales de la base del RFDRP
3.6 Dimensiones lineales de la tapa del RFDRP
3.7 Dimensiones lineales del sistema de agitación del RFDRP60
<b>3.8</b> Componentes auxiliares adaptados y acoplados al RFDR
3.9 Caracterización de los fluidos de calibración Newtonianos
3.10 Caracterización de los fluidos de calibración no Newtonianos
3.11 Caracterización de las vinazas
3.12 Velocidades de agitación para el RFDR <sub>M</sub> y RFDR <sub>P</sub> 84

#### NOMENCLATURA

Símbolo	Definición	Unidades

#### Sistema arábigo

D	Diámetro	m
g	Constante de gravedad	$m/s^2$
h	Altura	m
k	Factor de escala	-
М	Torque	N m
Ν	Velocidad de rotación	rpm
Ρ	Potencia	W
R	Relación	m
r	radio	m
V	Volumen	L

### Símbolos griegos

Ý	Velocidad de corte	$s^{-1}$
τ	Esfuerzo de corte	Ра
Κ	Índice de consistencia	Pa s <sup>n</sup>
n	Índice de comportamiento de flujo	
η	Viscosidad aparente	Pa s
μ	Viscosidad absoluta	Pa s
ρ	Densidad	$kg/m^3$

#### Subíndices

Μ	Modelo	-
Р	Prototipo	-
UM	Útil del modelo (volumen)	L
UP	Útil del prototipo (volumen)	L

#### INTRODUCCIÓN

Una herramienta que resulta vital para transferir la información de laboratorio a una escala de planta piloto es un *Scale up* permitiendo reducir errores en los cambios a escala en un proceso industrial por la falta de información (Anaya-Durán y Pedroza-Flores, 2008). Además tiene como ventajas: 1) la generación de fuentes de trabajo, 2) la formación de recursos humanos, 3) la creación de productos competitivos y 4) soluciones en los procesos donde son generadas grandes cantidades de contaminantes.

La mayoría de estudios e investigaciones se realizan a nivel laboratorio con resultados satisfactorios, sin embargo, pocos son llevados a un nivel de planta piloto donde existe la posibilidad de ser registradas como transferencias tecnológicas además de verificar si el proyecto en esta escala es realmente viable técnica y económicamente y que resulte ser factible para un futuro escalamiento a nivel industrial.

Es por ello que en la presente investigación, se estudiaron las consideraciones para el desarrollo del *Scale up* de un foto-proceso de remoción de compuestos fenólicos en vinazas mezcaleras con el propósito de ofrecer una solución al problema ambiental derivado de las grandes cantidades de vinazas generadas en el país; ya que las vinazas que quedan al final de la destilación de los azúcares fermentados provenientes de diferentes especies de agave son consideradas un residuo altamente contaminante debido a su alto contenido de fenol, lo que trae como consecuencia un grave problema de contaminación ambiental al ser descargadas en aguas superficiales sin ser previamente tratadas.

Pese a esta situación, México no ha implementado sistemas de tratamiento para este tipo de vinazas por lo que lograr la remoción de los compuestos fenólicos presentes en éstas a través de un foto-proceso en una escala de planta piloto es un importante aporte para contribuir en la solución de esta problemática ambiental, además de que este *Scale up* sería el punto de partida para una futura escala industrial en caso de que llegará a considerarse.

# CAPÍTULO 1 FUNDAMENTOS TEÓRICOS

### CAPÍTULO 1 FUNDAMENTOS TEÓRICOS

#### 1.1 El mezcal en México

El mezcal conocido entre la mitología náhuatl como "La bebida llegada del cielo" se ha convertido en uno de los productos más representativos de México a nivel internacional a tal grado de recibir el título de "denominación de origen", es decir, un producto que cuya calidad y características lo hacen ser propio y exclusivo de México (ProMéxico, 2014).

El mezcal es una bebida alcohólica que se caracteriza por ser un líquido de olor y sabor que va de acuerdo a su tipo; es incoloro o ligeramente amarillento cuando es reposado o añejado en recipientes de madera de roble o de encino, o cuando se aboque sin reposarlo o añejarlo (NOM-070-SCFI-1994).

Para producir el mezcal se aprovecha el tallo del agave; este mezcal se obtiene mediante la destilación de los azúcares extraídos de las cabezas maduras de la planta, previamente cocidas o hidrolizadas y sometidas a una fermentación alcohólica de ahí que la palabra mezcal en náhuatl significa "pencas de maguey cocidas".

La NOM-070-SCFI-1994 establece las características y especificaciones que deben de cumplir los usuarios autorizados para producir o comercializar el mezcal, esta Norma es promovida por el Consejo Mexicano Regulador de la Calidad del Mezcal (COMERCAM) quien tiene la obligación de vigilar su cumplimiento con la finalidad de garantizar y salvaguardar la "denominación de origen" y certificar el mezcal con base en lo establecido en dicha Norma.

Para el año 2015, la producción de mezcal aumentó en un 147% con respecto al año 2011 siendo Oaxaca el Estado con la mayor distribución porcentual de dicha producción con más del 90%. Al aumentar la producción, el aumento en el envasado para el Mercado Nacional e Internacional también aumentaron un 458 y 128% respectivamente y cuyos porcentajes son referentes a la cantidad de litros de

mezcal producidos anualmente como se muestra en la Figura 1.1 (COMERCAM, 2016).



Figura 1.1 Producción del mezcal por año (COMERCAM, 2016)

#### 1.1.1 El proceso de producción del mezcal

El proceso de producción de mezcal es descrito de manera breve a continuación:

 Recolección de la materia prima: Implica la recolección del agave o maguey realizándose tres actividades principales: el corte de las pencas que tiene la finalidad de eliminar lo que no resulta útil para su procesamiento, posteriormente se realiza la extracción de la piña que se efectúa desde la base y finalmente mediante el rasurado se consigue el corazón propio de esta y cuyo órgano de la planta es el realmente útil.

Posterior a la recolección, se llevan a cabo las cuatro etapas principales del proceso: el cocimiento, la molienda, la fermentación y la destilación (Ramales y Ortiz, 2010).

 Cocimiento: La cocción se lleva a cabo para hidrolizar o transformar los fructanos en fructuosa, monosacárido apropiado para que se lleve a cabo la fermentación. Esta operación se lleva a cabo en un horno construido a partir de un agujero cavado en la tierra en donde son colocadas las piñas, y se utiliza bagazo de maguey previamente mojado con la finalidad de distribuir uniformemente la temperatura del horno que es cubierto con tierra para que esta etapa pueda ser completada.

- Molienda: Tiene la finalidad de hacer que los monosacáridos obtenidos en la cocción sean más viables o disponibles a la acción microbiana, así como a la captación de microorganismos del medio para favorecer la fermentación. La molienda se lleva a cabo generalmente utilizando un molino conocido como "molino egipcio" el cual está conformado por una rueda de aproximadamente 500 Kg de peso unida a un eje y que es tirada por un caballo. Al finalizar esta etapa, se traspasa la pulpa desde el molino a la tina de fermentación para continuar con la siguiente etapa.
- Fermentación: Durante esta etapa los azúcares contenidos en las piñas se transforman en etanol por medio de la fermentación alcohólica, ruta metabólica propia de las levaduras. Esta operación se lleva a cabo en tinas de madera durante un tiempo aproximado de 8 a 10 días, tomando en consideración la temperatura ambiente.
- Destilación: En esta operación se efectúa la separación del etanol del agua aprovechando sus diferentes puntos de ebullición. El etanol, debido a su estructura molecular tiene un punto de ebullición más bajo que el del agua (78.5 °C), por lo tanto se separa de ésta al alcanzar dicha temperatura. El dispositivo utilizado para la destilación es el alambique el cual está fabricado en cobre debido a su alta conductividad térmica, de tal forma que facilita la transferencia de calor ya sea calentándose o enfriándose fácilmente alcanzando así la temperatura apropiada para la separación. Durante esta última etapa se obtiene el mezcal de primera destilación y también un residuo llamado vinazas.

Por último durante el proceso, están las etapas de refinación y envasado.

- Refinación: El mezcal de primera destilación que es obtenido en la etapa tiene una graduación de alcohol baja para los requerimientos de envasado (43 °G.L.), de ahí que necesite refinarse para elevar su contenido en alcohol. El equipo a utilizar es el mismo que en la destilación y durante esta etapa se busca conseguir el grado alcohólico requerido para su venta.
- Envasado: Se realiza en diferentes envases que pueden ser de vidrio, de plástico o hasta en ollas de barro y que van dependiendo del tipo de mezcal a envasar y la presentación de éste que va desde los 50 hasta los 750 mL.

El proceso anteriormente descrito puede ser resumido en la Figura 1.2, dónde se observa que durante la etapa de la destilación además de obtener el producto deseado (mezcal) se obtiene un subproducto no deseado (vinazas).



Figura 1.2 Diagrama del proceso de producción del mezcal

#### 1.1.2 Las vinazas mezcaleras

Pese a que actualmente el mezcal se ha convertido en una bebida distintiva de México, durante el proceso se elaboración de éste, y como se mencionó anteriormente, es en la etapa de destilación donde son generan las vinazas, las cuales resultan ser un producto no deseado que es desechado y que se descargan en altos volúmenes sin un tratamiento previo.

Para el 2016 en su informe la COMERCAM reportó una producción de 2,419,175 L de mezcal correspondiente al año 2015. Un aumento en su producción podría generar un aumento significativo en el volumen de vinaza desechada (Leal *et al.*, 2003) ya que por cada litro de agave destilado se producen aproximadamente 10 L de vinazas.

Las vinazas en términos generales, contienen altas cargas de sólidos disueltos, de materia orgánica (polímeros nitrogenados de color café, fenoles, etc.) gran parte de la cual es recalcitrante, cenizas, bajos pH (3-5). La Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO) y la Demanda Química de Oxígeno (DQO) las cuales son un índice de su carácter contaminante, se encuentran en un intervalo de 35,000 a 150,000 mg O<sub>2</sub>/L respectivamente. Usualmente las vinazas son descargadas a temperaturas de 95 °C (Villalobos-Castillejos, 2009).

#### 1.1.3 Compuestos fenólicos presentes en las vinazas mezcaleras

Dentro de la composición química de las vinazas mezcaleras se encuentran los fenoles, que han sido objeto de investigación en su interés por ser removidos debido a su alto poder contaminante.

Los fenoles son compuestos orgánicos derivados del benceno por sustitución de átomos de hidrógeno que presentan en su estructura un grupo funcional hidroxilo unido a un radical arilo. El compuesto típico de este grupo es el propio fenol C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>OH (Marín, 2003). La fórmula general para un fenol se escribe como Ar-OH; los fenoles se nombran generalmente como derivados del miembro más sencillo de la familia es decir del fenol, también llamado hidroxibenceno. Para algunos fenoles, suelen emplearse nombres comunes como cresoles (metilfenoles), catecol (odihidroxibenceno), resorcinol (m-dihidroxibenceno) e hidroquinona (pdihidroxibenceno) como se muestra en la Figura 1.3.



Figura 1.3 El fenol y sus derivados más comunes

Los fenoles se consideran de carácter tóxico y se presentan en el ambiente de forma natural en pequeñas cantidades producto del metabolismo y excreciones de organismos vivos como algunos hongos o bacterias. También, el hombre dentro de sus actividades desarrolladas genera de forma indirecta o directa una gran cantidad de fenoles principalmente en las agroindustrias (Meléndez *et al.*, 2015) y algunos procesos productivos como en la producción del mezcal (Figura 1.4).



Figura 1.4 Las vinazas mezcaleras y su alto poder contaminante

## 1.1.4 Alternativas para el tratamiento de fenoles presentes en vinazas mezcaleras

La complejidad de los residuos fenólicos los convierten en compuestos que no pueden ser eliminados tan fácilmente al ser residuos no biodegradables, sin embargo, se ha planteado y demostrado la alternativa de la aplicación de los Procesos Avanzados de Oxidación o PAOs logrando resultados exitosos en la remoción o eliminación de éstos (Oropeza, 2013 y Gines, 2015).

Los PAOs son procesos de destrucción química que hacen uso de diferentes sistemas reactivos, como la catálisis y la fotoquímica que se basan en el diseño y construcción de sistemas para el aprovechamiento de la radiación UV o luz visible, de reactores fotoquímicos y métodos de preparación de nuevos fotocatalizadores, operando usualmente a presión y temperatura ambiente (Andreozzi *et al.*, 1999).

A continuación se muestra una clasificación de los PAOs, los cuales han sido procesos que han cobrado importancia a través del tiempo en su empleo en la solución de problemáticas de contaminación ambiental.

Fotoquímicos	No fotoquímicos
<ul> <li>Oxidación de agua sub/supercrítica</li> <li>Fotólisis del agua en el ultravioleta de vacío (UVV)</li> <li>UV / H<sub>2</sub>O<sub>2</sub></li> <li>UV / O<sub>3</sub></li> <li>Foto-Fenton y relacionadas</li> <li>Fotocatálisis heterogénea</li> </ul>	<ul> <li>Ozonización en medio alcalino (O<sub>3</sub> / OH<sup>-</sup>)</li> <li>Ozonización con peróxido de hidrógeno (O<sub>3</sub> / H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)</li> <li>Procesos Fenton (Fe<sup>2+</sup> / H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) y relacionados</li> <li>Oxidación electroquímica</li> <li>Radiólisis y tratamiento con haces de electrones</li> <li>Plasma no térmico</li> <li>Ultrasonido</li> </ul>

Tabla 1.1 Clasificación de los procesos avanzados de oxidación (Montalvo et al., 2015)

Como se cita en la Tabla 1.1, la fotocatálisis es uno de los procedimientos que parte de los PAOs y actualmente es uno de los procesos más utilizados en temáticas de remediación ambiental al ser un tratamiento capaz de reducir una molécula orgánica hasta su completa mineralización (CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O y ácidos minerales) utilizando un adecuado catalizador; esto se abordará en la siguiente sección.

#### 1.2La catálisis heterogénea

La mayoría de los procesos industriales involucran a la catálisis, la cual hace referencia al proceso de la variación en la velocidad de una reacción química mediante el uso de un catalizador, el cual es una sustancia que no es modificada por la propia reacción.

Cuando el catalizador y los reactivos están dispersos en la misma fase, la catálisis se dice que es homogénea y cuando el catalizador constituye una fase separada, la catálisis es heterogénea. En este último caso, la reacción química ocurre en la interface entre las fases y su velocidad es proporcional al área respectiva. En catálisis heterogéneas son posibles diversas combinaciones de fases, pero en general, el catalizador es un sólido, en cuanto que los reactivos y los productos se distribuyen por una o más fases fluidas.

Dentro de la catálisis heterogénea, específicamente en los procesos de control de la contaminación ambiental se encuentra la fotocatálisis heterogénea, la cual utiliza un semiconductor como catalizador sólido. El semiconductor sólido más utilizado es el dióxido de titanio (TiO<sub>2</sub>), aunque también se utilizan el óxido de zinc (ZnO) y otros semiconductores (Montalvo *et al.,* 2012).

#### 1.2.1 La fotocatálisis heterogénea

La fotocatálisis heterogénea es un proceso que se basa en la adsorción directa de energía radiante (visible o UV) por un sólido (el fotocatalizador heterogéneo) que normalmente es un semiconductor de banda ancha el cuál acelera la velocidad de la reacción química.

En la capa límite entre el catalizador y la solución tienen lugar las reacciones de degradación de los compuestos orgánicos por acción de los radicales OH•, generados en la superficie del catalizador por acción del par electrón-hueco (Montalvo *et al.,* 2012).

Para que se lleve a cabo una reacción foto catalítica son tres los componentes básicos:

- Una fuente de fotones con una longitud de onda apropiada.
- Una superficie catalítica, usualmente un material semiconductor.
- Un aceptor de electrones que en la mayoría de los casos es el oxígeno.

La fotocatálisis heterogénea se puede describir en cinco pasos (Figura 1.5).

- a) Transferencia de al menos uno de los reactantes de la fase fluida a la superficie del catalizador.
- b) Adsorción de ese reactivo.
- c) Reacción en la fase absorbida por la acción de la luz incidente sobre la superficie del catalizador.
- d) Desorción de los productos.
- e) Transferencia de los productos a la fase fluida (remoción de los productos de la región interfacial).



Figura 1.5 Procesos que ocurren en la interfaz semiconductor-electrolito bajo iluminación (Domenech, 2001)

En la actualidad, la fotocatálisis heterogénea es una tecnología empleada para la degradación de compuestos orgánicos presentes en algunos contaminantes, como es el caso de los fenoles presentes en vinazas mezcaleras.

#### 1.2.2 El semiconductor dióxido de titanio (TiO<sub>2</sub>)

El dióxido de titanio (TiO<sub>2</sub>) es un semiconductor que cumple la función de fotocatalizador, aumenta la velocidad de reacción sin alterar el equilibrio y es el catalizador que más se ha utilizado (Fujishima *et al.*, 2000) aunque existen diferentes marcas comerciales con propiedades físicas distintas como el área superficial y el diámetro de partícula que cuando entran en contacto con el agua las fuerzas interpartícula se modifican y tiende a formar aglomerados. Estas características físicas son de mucha importancia ya que efectuarán la dispersión y transmisión de la luz, un diámetro pequeño de aglomerado permitirá una mayor absorción de luz y mayor dispersión (Montalvo-Romero *et al.*, 2015).



**Figura 1.6** Esquema del proceso fotocatalítico sobre una partícula semiconductora de TiO<sub>2</sub> (Sarria *et al.*, 2005)

La Figura 1.6 muestra que cuando el TiO<sub>2</sub> es bombardeado con fotones estos son absorbidos creándose pares de electrón–hueco, que son generados por movimientos electrónicos. Cuando un fotón con energía superior o igual a la energía de la banda de valencia es absorbido por el semiconductor TiO<sub>2</sub> el electrón (e<sup>-</sup>) es promovido de la banda de valencia a la banda de conducción generándose así un defecto de carga (hueco h<sup>+</sup>) en la banda de valencia.

Por otra parte, en presencia de fase fluida ya sea gas o líquido, se produce una adsorción espontánea de las especies presentes en dicha fase sobre la superficie del semiconductor TiO<sub>2</sub>. De este modo, el flujo neto de electrones es nulo y se establece la excitación fotónica como el primer paso de activación del sistema, razón por la que el fotón incidente ha de ser considerado como un reactivo y a la corriente fotónica como una fase fluida especial o fase electromagnética.

# 1.3 El foto-proceso de remoción de compuestos fenólicos presentes en vinazas mezcaleras

Las vinazas mezcaleras provocan un cambio serio en el ecosistema cuando son descargadas en suelos o mantos acuíferos sin un tratamiento previo, por lo que esto puede ser considerado como un problema ambiental emergente. Una alternativa de solución a este problema es un tratamiento que pudiera ser aplicado a éstas.

Un proceso que es aplicado para el tratamiento de vinazas con la finalidad de remover los compuestos fenólicos presentes en éstas es la fotocatálisis heterogénea. Una parte esencial dentro de la aplicación de este tratamiento catalítico es el uso y diseño de un equipo adecuado para efectuarlo, es decir del reactor el cual tiene una característica que lo hace peculiar: la luz UV que dentro de él es propagada.

#### 1.3.1 Reactor Fotocatalítico de Discos Rotatorios (RFDR)

Un RFDR puede ser considerado como un sistema fotorreaccionante novedoso y particularmente conveniente para aplicaciones a gran escala, constituye un buen ejemplo de un sistema que emplea un fotocatalizador soportado y puede operar con luz solar o luz UV en un sistema continuo.

Se puede decir, que un RFDR es un tipo de reactor que de manera global funciona como un flujo pistón, pero que cada una de las cámaras que lo componen funcionan como un reactor completamente mezclado (Montalvo-Romero *et al.,* 2015).

Un RFDR tiene como principales ventajas las siguientes:

- Bajo costo en consumo energético.
- Simplicidad de operación y mantenimiento.
- Minimización del espacio y volumen necesario.
- Simplicidad en el montaje.

Además de estas ventajas técnicas, un RFDR resulta de interés para el tratamiento de compuestos contaminantes presentes en diversos residuos líquidos.

#### 1.3.2 Configuración de un RFDR

La configuración de los RFDR es la idónea para establecerse en lugares con poco espacio y con una gran área de contacto. En este sistema, el catalizador esta soportado cada disco y el funcionamiento del RFDR consiste en hacer girar la serie de discos a diferentes revoluciones por minuto (rpm), en dependencia de la cantidad de oxígeno disuelto que se requiera o de la cantidad de materia orgánica presente.

Los RFDR constan de discos separados los cuales se usan como soporte del semiconductor, estos discos se encuentran montados en un eje horizontal que gira mientras están sumergidos en el efluente a tratar. Estos reactores están conformados por una serie de cámaras intercomunicadas entre sí, lo que permite depurar secuencialmente y de manera continua el líquido en tratamiento.

En estos sistemas se pueden presentar efectos difusivos por la trasferencia de masa que se elimina, aumentando la velocidad de rotación de los discos. El contacto entre estos y el fluido de tratamiento forman películas delgadas de agua sobre ellos; una fase está en contacto con el agua y la otra con el aire.

El agua adherida al disco entra en contacto, tanto con el oxígeno de la atmósfera como la luz ultravioleta que irradian las lámparas. En estos sistemas, los discos están sumergidos en el agua a tratar en un 40% de su área, de tal forma que se obtiene una película fina al momento de la rotación, como puede apreciarse en la Figura 1.7 (Cantú-Lozano, 1997; Montalvo-Romero *et al.*, 2015).

En la configuración del RFDR comúnmente es utilizado el TiO<sub>2</sub>, el cual es impregnado en los discos mediante el empleo de diversas técnicas como la de solgel.



Figura 1.7 Representación del funcionamiento del RFDR, vista lateral (Montalvo-Romero *et al.*, 2015)

#### 1.3.3 Flujo cerca de un disco rotativo

Un disco rotativo resulta ser uno de los componentes de mayor interés dentro de un RFDR, un disco junto con otros más forman un sistema de agitación dentro de este tipo de foto-reactor. La agitación es un movimiento que es inducido en el fluido

dentro del RFDR y generalmente es de forma circular y provoca "vórtices", que son flujos turbulentos en rotación espiral con trayectorias de corrientes cerradas.

Un diagrama del flujo para un disco en rotación se muestra en la Figura 1.8. Un disco en rotación se define como un disco rotativo plano con una velocidad angular constante  $\Omega$  alrededor de su eje.

La capa límite está formada sobre la superficie del disco en el que el fluido es bombeado axialmente y adherido radialmente hacia afuera bajo la acción de la fuerza centrífuga.

El flujo en la capa límite puede ser laminar o turbulento, la transición se produce cuando el número local de Reynolds  $N_{Re}$  excede un valor crítico. Este tipo de flujo fue investigado teóricamente por el científico T. Von Kármán (Shanbghazani *et al.*, 2009).



Figura 1.8 Esquema del flujo de un disco rotativo (Adaptado de Shanbghazani et al.,

2009)

La Figura 1.9 muestra el modelo físico de un disco rotativo, dónde R es el radio en un plano, s la superficie de contacto y la dirección de las flechas el sentido del flujo.



Figura 1.9 Modelo físico de un disco rotativo (Adaptado de Shanbghazani et al., 2009)

Las ecuaciones de continuidad y momento representadas a través de la velocidad axial, tangencial y radial para el disco y asumiendo propiedades termofísicas constantes son las siguientes (Shanbghazani *et al.*, 2009):

#### • Continuidad

$$\frac{\partial v_r}{\partial r} + \frac{v_r}{r} + \frac{\partial v_z}{\partial z} = 0$$
(1.1)

#### • Momentum

$$v_r \frac{\partial v_r}{\partial r} + v_z \frac{\partial v_r}{\partial z} - \frac{v_{\phi}^2}{r} = -\frac{1}{\rho} \frac{\partial p}{\partial r} + \frac{\mu}{\rho} \left( \nabla^2 v_r - \frac{v_r}{r^2} \right)$$
(1.2)

$$v_r \frac{\partial v_\phi}{\partial r} + v_z \frac{\partial v_\phi}{\partial z} + \frac{v_\phi v_r}{r} = \frac{\mu}{\rho} \left( \nabla^2 v_\phi - \frac{v_\phi}{r^2} \right)$$
(1.3)

$$v_r \frac{\partial v_z}{\partial r} + v_z \frac{\partial v_z}{\partial z} = -\frac{1}{\rho} \frac{\partial p}{\partial z} + \frac{\mu}{\rho} \nabla^2 v_z$$
(1.4)

Dónde  $\nabla^2 = \frac{\partial^2}{\partial r^2} + \frac{1}{r}\frac{\partial}{\partial r} + \frac{\partial^2}{\partial z^2}$ 

Con las condiciones límites siguientes:

- En la pared del disco, por ejemplo; z = 0,  $0 \le r \le R$ :  $v_r = 0$ ,  $v_{\phi} = \Omega r$ ,  $v_z = 0$
- El dominio al final de la integración, por ejemplo; z = s,  $0 \le r \le R$ :  $v_r = 0$ ,  $v_{\phi} = 0$ ,  $\partial v_z / \partial z = 0$
- En el centro del disco, por ejemplo; r = 0,  $0 \le z \le s$ :  $v_r = 0$ ,  $v_{\phi} = 0$ ,  $\partial v_z / \partial r = 0$
- En la circunferencia del disco, por ejemplo: r = R,  $0 \le z \le s$ :  $\partial/\partial r(v_r/r) = 0$ ,  $\partial/\partial r(v_{\phi}/r) = 0$ ,  $\partial v_z/\partial r = 0$

Las ecuaciones anteriormente citadas con las condiciones límite respectivas corresponden al flujo característico de un solo disco.

El régimen del flujo definido por el Número de Reynolds  $N_{Re}$  puede ser laminar, turbulento o estar en estado de transición.

Para más detalles los patrones de flujo que pueden ser observados se muestran en la Figura 1.10; a  $N_{Re}$ << 1el flujo es ordenado, como se observa en (*a*). A  $N_{Re}$ aproximadamente igual a 10 aparecen un par de vórtices, como puede observarse en (*b*). Este tipo de flujo persiste hasta alrededor de  $N_{Re}$ = 40, cuando aparecen "dos puntos de separación" a los cuales las líneas de flujo de corriente se separan de la superficie sólida. Además, el flujo se vuelve permanentemente no estacionario; los vórtices comienzan a "despegarse" para desplazarse corriente abajo. Con más aumento de  $N_{Re}$ , los vórtices se separan regularmente desde lados alternos, como se muestra en (*c*); este arreglo regular de vórtices se denomina "calle de vórtice de von Kármán". A  $N_{Re}$  aún mayor se presenta un movimiento fluctuante desordenado (turbulencia) dentro de la estela, como se ve en (*d*). Por último, a  $N_{Re}$  próximos a 10<sup>6</sup>, aparece turbulencia corriente abajo del punto de separación, y la estela se estrecha bruscamente como se muestra en (*e*) (Bird *et al.*, 2014).



**Figura 1.10** Regímenes de flujo que se observan a medida que se incrementa el número de Reynolds. Las regiones de flujo turbulento están sombreadas (Bird *et al.*, 2014)

Para el caso específico de un disco rotativo, Shorab (2002) planteó y estudió una teoría del flujo laminar cerca de un disco rotativo tomando como base la teoría de von Kármán, éste problema lo ilustró de una manera simple como se muestra en la Figura 1.11 y para el caso del disco en un RFDR colocado de manera horizontal, esta figura puede tomarse como base y ser adaptada para presentar el comportamiento del flujo cerca del disco rotativo para este foto-reactor.



Figura 1.11 Flujo laminar cerca de un disco rotando (Sohrab, 2002)



Figura 1.12 Posible flujo laminar cerca de un disco rotando de un RFDR (Adaptado de Sohrab, 2002)

#### 1.4 Reología

Un concepto formal del término Reología ( $\Pi \dot{\alpha} \nu \tau \alpha \dot{\rho} \epsilon \tilde{\iota}$ ; "Todo fluye" en griego clásico) sería: "Parte de la mecánica que estudia la elasticidad, plasticidad y viscosidad de la materia". El término Reología fue inventado por E.C. Bingham en 1928, palabra

que se aceptó y adoptó en la ciencia un año más tarde en la creación de la Sociedad Americana de Reología.

La Reología, es decir, "la ciencia del flujo y la deformación" estudia las propiedades mecánicas de los gases, líquidos, plásticos, substancias asfálticas, materiales cristalinos y otros. Por lo tanto, el campo de la reología se extiende, desde la mecánica de fluidos Newtonianos por una parte, hasta la elasticidad de Hooke por otra. La región comprendida entre ellas corresponde a la deformación (Ramírez Navas, 2006).

#### 1.4.1 Conceptos básicos

Algunas definiciones básicas dentro del campo de la Reología son:

- Fuerza: Una Fuerza "F" se define en términos de su capacidad de producir una aceleración, pero también es un agente capaz de deformar un cuerpo. La fuerza sin embargo, no constituye un criterio reológico útil, sino es más útil considerar la relación Fuerza/Área (F/A), cociente al que se denomina esfuerzo o tracción. La unidad de fuerza es el newton N y la del área m<sup>2</sup>, de ahí que el esfuerzo se mida en N/m<sup>2</sup>.
- Deformación: Puede ser definida como el cambio en el tamaño o forma de un cuerpo debido a esfuerzos internos producidos por una o más fuerzas aplicadas sobre este mismo. Queda claro que los cuerpos se deforman cuando sobre ellos actúa una fuerza cuando se les somete a una tensión.
- **Tensión:** Fuerza interna aplicada que actúa por unidad de superficie o área sobre la que cual se aplica.
- Cizalladura: Deformación o corte producido en un fluido por la acción de fuerzas opuestas, iguales o paralelas.

La Figura 1.13 ilustra la tensión de cizalladura en un fluido dónde un fluido esta contenido entre dos placas paralelas de área A, separadas por una distancia pequeña H. La placa interior esta fija. La aplicación de una fuerza F a la placa superior provoca un movimiento de la misma velocidad V. El fluido continúa la deformación tanto tiempo como la fuerza es aplicada (Perry *et al.*, 2010).



Figura 1.13 Deformación de un fluido sujeto a una tensión de cizalladura (Perry et al.,

2010)

#### 1.4.2 Parámetros reológicos

Dentro de la reología, los parámetros reológicos que caracterizan los fluidos son mencionados a continuación:

 Viscosidad: Está definida como la resistencia que opone un fluido a fluir, es decir, es la resistencia al flujo. La viscosidad da lugar a fuerzas que se oponen al movimiento relativo de capas adyacentes en el fluido. Se pueden encontrar tres tipos de viscosidad:

<u>Viscosidad dinámica o absoluta:</u> Denotada como  $\mu$ , es la relación existente entre el esfuerzo cortante y el gradiente de la velocidad de deformación. Sus unidades son *Pa s* o poises. Está representada por la expresión:

$$\mu = -\tau_{yx} \left(\frac{dv_x}{dy}\right)^{-1} \tag{1.5}$$
<u>Viscosidad cinemática</u>: Denotada como v, relaciona la viscosidad dinámica con la densidad (masa por volumen unitario) del fluido utilizado. Sus unidades son en m<sup>2</sup>/s.

$$v = \frac{\mu}{\rho} \tag{1.6}$$

<u>Viscosidad aparente</u>: Denotada como  $\eta$ , se define como el cociente entre el esfuerzo cortante y la velociad de deformación. Es conocida como "viscosidad no Newtoniana".

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \tag{1.7}$$

La Figura 1.14 muestra el comportamiento de la viscosidad aparente y la viscosidad dinámica o absoluta. La línea recta continua verde muestra la relación proporcional entre la velocidad de corte y el esfuerzo cortante (definidos más adelante) dando como resultado la viscosidad aparente; mientras que la línea continua roja muestra la viscosidad dinámica o absoluta que es evaluada en cualquier punto de la curva que caracteriza al fluido no Newtoniano (Gómez-Arias *et al.*, 2009).



Figura 1.14 Reograma del comportamiento esquemático de la viscosidad dinámica o absoluta y la viscosidad aparente (Gómez-Arias *et al.*, 2009)

- Esfuerzo de corte: O esfuerzo cortante, es denotado como τ, es la resistencia del fluido al movimiento deslizante de sus capas cuando se aplica una fuerza de forma tangencial. Ocurre pues, cuando sobre el fluido actúan fuerzas que tienden a cortarlo o a deformarlo. Sus unidades son *Pa*.
- Velocidad de corte: Denotada como γ
  , está definida como la diferencia entre las velocidades de dos capas dividido entre la distancia que los separa. Sus unidades son s<sup>-1</sup>.
- Índice de comportamiento de flujo: Denotado como n, indica la desviación del comportamiento reológico del fluido con respecto al de un Newtoniano, es decir, mientras más se aleje el valor de n de la unidad más pronunciadas serán las características no Newtonianas del fluido. Es un parámetro adimensional.
- Índice de consistencia: Denotado como *K*, es una caracterización numérica de la consistencia del fluido, es decir, es una medida indirecta de la viscosidad, pero sus unidades dependen de *n*. A medida que aumenta *K* el fluido se hace más viscoso. Sus unidades son *Pa s<sup>n</sup>*.

### 1.4.3 Clasificación de los fluidos de acuerdo a comportamiento reológico

Un fluido se deforma continuamente bajo la acción de un esfuerzo de corte (cizalla), por tanto, en ausencia de este, no habrá deformación. Los fluidos pueden clasificarse en tres tipos de acuerdo a su comportamiento reológico.

 Fluido Newtoniano: Fluido que cuya viscosidad puede considerarse constante con el tiempo, es decir existe una proporcionalidad entre el esfuerzo de corte y la velocidad de corte, por lo que la curva que muestra esta relación es lineal.

- Fluido no Newtoniano: Fluido cuya viscosidad puede variar con el esfuerzo de corte que se le aplica o con la Temperatura, es decir, este tipo de fluido no tiene un valor de viscosidad definido. No existe una proporcionalidad entre el esfuerzo de corte y la velocidad de corte o se requiere de un esfuerzo inicial para que comience a fluir denominado como "esfuerzo umbral" τ<sub>0</sub>.
- Fluido viscoelástico. Fluido que presenta tanto propiedades viscosas como elásticas cuando se deforman, es decir, se comporta tanto como líquido y como sólido.

La Figura 1.15 muestra los tres tipos de fluidos citados anteriormente, y la Figura 1.16 una clasificación más detallada al respecto.



Figura 1.15 Tipos de fluidos (Bird et al., 2010)



Figura 1.16 Clasificación de acuerdo a comportamiento reológico (Steffe, 1996)

Para representar esquemáticamente este tipo de fluidos de acuerdo a su comportamiento reológico, se ilustra en la Figura 1.17 mediante un reograma.



Figura 1.17 Curvas para fluidos típicos independientes del tiempo (Steffe, 1996)

## 1.4.4 Modelos reológicos

Un modelo reológico describe el comportamiento del flujo de un fluido, es decir, su comportamiento reológico caracterizando a estos de una manera muy propia y especifica. La Tabla 1.2 muestra los modelos reológicos de mayor interés:

Nombre	Modelo reológico	Valor del índice de comportamiento		
Newtoniano	$ au=\mu\dot{\gamma}$	n = 1		
Ley de potencias (pseudoplástico)	$ au = \mu \dot{\gamma}^n$	n < 1		
Ley de potencias (dilatante)	$ au = \mu \dot{\gamma}^n$	n > 1		
Bingham (viscoplástico)	$\tau = \tau_0 + \eta_p \dot{\gamma}$	n = 1		
Horschol-Bulklov	$\tau_{\dots} = \tau_{\dots} + K_{\dots} \dot{\chi}^n$	n < 1		
	$\iota_{HB} = \iota_{0_{HB}} + \Lambda_{HB} \gamma$	n > 1		

Tabla	1.2	Modelos	reológicos
-------	-----	---------	------------

## 1.5 Generalidades del Scale up

*Scale up* es la obtención de información aplicable en una escala mayor, mediante un modelo físico. Cuando el modelo es de menor tamaño que el prototipo o de lo que se desea escalar se tiene un caso de escalamiento hacia arriba, comúnmente conocido como *Scale up*. En Ingeniería Química este tipo de escalamiento es el más común y se le llama sencillamente como escalamiento.

El análisis dimensional es el punto de partida de la teoría de modelos físicos la cual establece las condiciones que el modelo ha de llenar para representar el sistema, así como la manera de aplicar la información obtenida con ellos a los sistemas mismos. Para que ambos sistemas, el modelo y el escalado sean similares, se requiere que los grupos adimensionales que gobiernan el proceso tengan respectivamente el mismo valor. Una forma de encontrar estos grupos es partiendo de las ecuaciones de mecanismo, introduciendo variables adimensionales (Dondé Castro, 2005).

## 1.5.1 El análisis dimensional

El concepto de dimensión se debe a Fourier que, en su obra "*Théorie analytique de la chaleur*" dice: "Es necesario hacer notar que cada magnitud, indeterminada o constante, tiene una dimensión que le es propia, y que en términos de una no podrán ser comparadas si no tuviesen el mismo exponente de dimensiones". Es decir, las ecuaciones deben ser homogéneas dimensionalmente hablando.

El análisis dimensional tiene aplicaciones en:

- 1. Detección de errores de cálculo.
- 2. Creación y estudio de modelos reducidos.
- Consideraciones sobre la influencia de posibles cambios en los modelos, tanto cambios reales como imaginarios.
- 4. Consideraciones en los cambios a escala entre un modelo y un prototipo.

Al considerar el análisis dimensional se muestra la importancia del conocimiento acerca de las dimensiones que representan a una determinada variable.

#### 1.5.2 Los números o grupos adimensionales

La realización de un trabajo de escalamiento requiere del conocimiento de grupos adimensionales, los cuales permiten reducir el número y la complejidad de las variables que se deben considerar para correlacionar los datos medidos en un modelo experimental con la información requerida para el diseño de un prototipo a escala mayor. Es importante entonces, generar un conjunto de grupos adimensionales a partir de las variables del problema en estudio mediante el análisis dimensional.

El *Scale up* se realiza de forma tal que los procesos en ambas escalas guarden similitud entre sí, esto es, que las variables adimensionales que controlan el proceso sean iguales en ambos casos. Para ello es necesario el empleo de los números adimensionales que son muy usados dentro del área de la Ingeniería Química, ya que relacionan las diferentes variables que son importantes dentro del proceso.

A continuación se definen los adimensionales: número de potencia (1.8), número de Froude (1.9) y número de Reynolds (1.10) de mayor interés para el desarrollo de un escalamiento:

$$N_{Po} = \frac{P}{\rho N^3 D^5} \tag{1.8}$$

$$N_{Fr} = \frac{DN^2}{g} \tag{1.9}$$

Para Re>300 (Rushton et al., 1950)

$$N_{Re} = \frac{D^2 N \rho}{\mu} \tag{1.10}$$

28

Donde:

P[W] es la potencia que se necesita para la rotación del fluido.

 $\rho[kg/m^3]$  es la densidad del fluido.

N[1/s] es la velocidad rotacional del fluido

D[m] es el diámetro de los discos.

 $g[9.81 m/s^2]$  es la constante gravitacional.

 $\mu[Pa \ s]$  es la viscosidad del fluido.

La mayoría de los fluidos se desvían de la Ley de Newton, por lo que el Número de Reynolds,  $N_{Re}$  de la ecuación (1.10) se modifica a la ecuación (1.11).

$$N_{Re_m} = \frac{D^2 N^{2-n} \rho}{0.1K} \left(\frac{n}{6n+2}\right)^n \tag{1.11}$$

Donde  $K[Pa s^n]$  es el índice de consistencia de flujo, igual al esfuerzo cortante  $\tau_{xy}$  correspondiente a una tasa de corte (o velocidad de corte)  $\dot{\gamma}$  y *n* es el índice de comportamiento de flujo. Estos parámetros reológicos permiten hacer el cálculo del número adimensional de Reynolds  $N_{Re}$  cuando se desconoce el valor de la viscosidad del fluido de trabajo.

#### 1.5.3 Los principios de similitud

El principio de similitud fue primeramente enunciado por Newton para sistemas de partículas sólidas en movimiento. No obstante, enseguida fue aplicado a sistemas fluidos dónde ha probado ser muy útil. Froude y Reynolds lo aplicaron a casos de ríos, estuarios y barcos y Rayleigh, Buckingham y otros lo generalizaron (Rushton *et al.*, 1950 citado por Cantú- Lozano, 1982).

Existen tres tipos de similitud entre dos sistemas, entre un modelo y un prototipo:

- 1. La similitud geométrica, que existe cuando las geometrías de ambos sistemas son similares. En un sentido más amplio se dice que dos sistemas son similares cuando cada punto de uno de ellos tiene su contraparte en el otro. Esta similitud solo se logra si todas las dimensiones espaciales tienen la misma relación de escala lineal. Así por ejemplo, un prototipo 1:2 (un unidad de longitud del modelo igual a 2 unidades de longitud del prototipo), significa que la longitud, la anchura y la altura del prototipo son cada una de ellas 2 veces más grandes que las correspondientes al modelo.
- 2. La similitud dinámica se da cuando las fuerzas en dos contrapartes de ambos sistemas guardan una relación constante que a comparación con la cinemática en dónde la relación constante se da entre velocidades correspondientes; dicho en otras palabras, este tipo de similitud se alcanza cuando todas las fuerzas que actúan en el prototipo están reproducidas con una relación constante respecto a las que ocurren en el modelo.
- 3. La similitud cinemática, la cual implica la similitud de movimientos. Este tipo de similitud es muy importante en ingeniería porque en los dos sistemas que la presenten, los patrones de flujo son parecidos y existen también, con algunas restricciones, una relación constante entre las velocidades de transferencia de calor y masa y otros coeficientes en puntos contraparte. La similitud cinemática asegura la existencia de la dinámica, ya que las velocidades son consecuencia de las fuerzas aplicadas localmente (Dondé Castro, 2005).

La Figura 1.18 ilustra estos tres principios de similitud y los correspondientes grupos adimensionales involucrados.





#### 1.5.4 Criterios de escalamiento

Para dar cumplimiento a los tres criterios de similitud geométrica, dinámica y cinemática para el escalamiento, se deben de considerar los criterios citados a continuación dónde la escala I es la escala menor y la escala II la mayor respectivamente.

Coeficiente de transferencia de oxígeno (k<sub>L</sub> · a): Este parámetro mide la capacidad de transferencia de masa, oxígeno en un reactor, es de suma importancia, por cuanto dicho valor determina la productividad del sistema (Erazo y Cárdenas, 2001). Es importante considerar el valor de k<sub>L</sub> · a óptimo encontrado en la escala más baja.

$$[k_L \cdot a]_{escala I} = [k_L \cdot a]_{escala II}$$
(1.12)

Donde  $k_L \cdot a = K \left(\frac{P_g}{V}\right)^{\alpha} v_s^{\beta}$ , K es la constante,  $P_g$  es la potencia con aireación,  $v_s[m/s]$  la velocidad superficial del gas y  $\alpha$  y  $\beta$  los exponentes (Quintero, 1981). Varios autores han desarrollado ya modelos para diferentes fluidos (Gill *et al.*, 2008).

 La relación Potencia por unidad de Volumen (P/V): Conocer los valores de la potencia que es suministrado al reactor permite mantener y controlar los niveles de agitación (Platas-Barradas, 2011). Se debe tener cuidado en no sobrepasar tanto los límites de esfuerzo de corte máximo y el nivel del transferencia de oxígeno mínima.

$$\left[\frac{P}{V}\right]_{escala I} = \left[\frac{P}{V}\right]_{escala II}$$
(1.13)

Donde  $P = N_{Po}N^3D^5\rho$  cumpliéndose siempre que P/V =  $N^3D^2$ .

 Velocidad tangencial de agitación, esfuerzo de corte: El conocimiento de esta variable permite mantener un nivel de agitación adecuado y óptimo. Debe prevalecer este criterio:

$$[\pi ND]_{escala I} = [\pi ND]_{escala II}$$
(1.14)

 Control a través del número de Reynolds: Este número también permite asegurar un nivel de agitación adecuado ya que indica el régimen del fluido en el sistema tratado. Así:

$$\left[\frac{D^2 N \rho}{\mu}\right]_{escala I} = \left[\frac{D^2 N \rho}{\mu}\right]_{escala II}$$
(1.15)

Para el caso de un fluido no Newtoniano, la ecuación (1.15) cambia a la ecuación (1.16):

$$\left[\frac{D^2 N^{2-n} \rho}{0.1K} \left(\frac{n}{6n+2}\right)^n\right]_{escala I} = \left[\frac{D^2 N^{2-n} \rho}{0.1K} \left(\frac{n}{6n+2}\right)^n\right]_{escala II}$$
(1.16)

 Velocidad de bombeo de aire: Asegura una adecuada aireación del sistema, pero no asegura una adecuada trasferencia de oxígeno, por lo que se debe de verificar en el proceso. La razón de bombeo es proporcional a la velocidad de agitación F/V. Así:

$$\left[\frac{F}{V}\right]_{escala I} = \left[\frac{F}{V}\right]_{escala II}$$
(1.17)

Donde  $F = Q/ND^3$  y representa el flujo y  $Q[m^3/s]$  representa el caudal.

La Tabla 1.3 resume los criterios empleados para cambio a escala anteriormente citados en tanques agitados por medios mecánicos y las relaciones entre las variables de operación y diseño, así como la consideración de algunos otros (Quintero, 1981).

Criterio	R	Relación
Potencia por unidad de volumen constante	$\frac{P}{V} \propto N^3 D^2$	$\frac{N_I}{N_{II}} = \left(\frac{D_I}{D_{II}}\right)^{2/3}$
Flujo proveniente del impulsor por unidad de volumen constante	$\frac{Q}{V} \propto N$	$\frac{P_I}{P_{II}} = \left(\frac{D_I}{D_{II}}\right)^3$
Velocidad tangencial constante	$\pi ND = K'$	$\frac{N_I}{N_{II}} = \frac{D_I}{D_{II}}$
N <sub>Re</sub> similar	$N_{Re} \propto ND^2$	$\frac{N_I}{N_{II}} = \left(\frac{D_{II}}{D_I}\right)^2$

**Tabla 1.3** Diferentes criterios para cambio de escala en tanques geométricamente similares, con medio y propiedades físicas constantes ( $N_{Re} > 10^4$ ,  $N_{Po}$  constante).

Continuación Tabla 1.3...

Tiempo de mezclado igual	$f = t_M N^{2/3} N^{-1/6}$	$\frac{N_I}{N_{II}} = \left(\frac{D_I}{D_{II}}\right)^{1/4}$
$k_L$ constante	$k_L \propto (ND)^{2\alpha - 1}$	$\frac{N_I}{N_{II}} = \left(\frac{D_{II}}{D_I}\right)^{2\alpha - 1/\alpha}$
$k_L \cdot a$ constante	$k_L \cdot a \propto \left(\frac{P}{D^3}\right)^{\alpha}$	$\frac{N_I}{N_{II}} = \left(\frac{D_I}{D_{II}}\right)^{2/3}$
$k_L \cdot a$ constante	$k_L \cdot a \propto \left(\frac{P}{D^3}\right)^{\alpha} v_s^{\beta}$	$\frac{N_{I}\alpha_{I}}{N_{II}\alpha_{II}} = \left(\frac{D_{II}}{D_{I}}\right)^{\beta/3} \left(\frac{D_{II}\alpha_{II}}{D_{I}\alpha_{I}}\right)^{2/3}$

Desde el punto de vista de diseño se deben tratar de delinear las variables físicas (geometría, número de impulsores, etc.) del equipo y procurar que se mantengan las mismas condiciones de mezclado, agitación y aireación, es por ello que la selección de los criterios se escoge de acuerdo a las limitaciones dimensionales y económicas que restringen los procedimientos del escalamiento.

#### 1.5.5 Scale up de un proceso con fluidos no Newtonianos

Los fluidos no Newtonianos, son fluidos estructuralmente complejos, entre estos se encuentran soluciones de polímeros, polímeros fundidos, soluciones jabonosas, suspensiones, emulsiones, pastas y algunos fluidos biológicos. Debido a que estos fluidos contienen moléculas de alto peso molecular con muchos grados de libertad internos, el comportamiento de estos es cualitativamente diferente al de los fluidos Newtonianos. Sus viscosidades dependen fuertemente de los gradientes de velocidad, además que pueden presentar "efectos elásticos" pronunciados. También, en los fluidos no Newtonianos, en el flujo cortante estacionario simple hay esfuerzos normales desiguales y diferentes de cero ( $\tau_{xx} \neq \tau_{yy} \neq \tau_{zz}$ ) que no se presentan en los Newtonianos (Bird *et al.*, 2014).

Para caracterizar a los fluidos no Newtonianos es necesario medir no solo la viscosidad, sino también los esfuerzos normales y las respuestas viscoelásticas. La ciencia relacionada con la medición de estas propiedades se denomina reometría, y los instrumentos se llaman reómetros.

Para el caso de un fluido Newtoniano, la viscosidad  $\mu$  [*Pa s*] está involucrada con el esfuerzo de corte  $\tau$  [*Pa*] y la velocidad de corte  $\gamma$  [*s*<sup>-1</sup>] mediante la ecuación reológica, dónde  $\mu$  solo depende únicamente del material y de la temperatura:

$$\tau = \mu \dot{\gamma} \tag{1.18}$$

Para el caso de un fluido no Newtoniano, la función reológica  $\mu \dot{\gamma}$  es formulada de manera adimensional con la estandarización de los parámetros H y  $\dot{\Gamma}$  con los cuales es posible transformar dicha función en otra reológicamente similar. H representa a  $\mu_0$  o  $\mu_\infty$  y  $\dot{\Gamma}$  representa a  $\dot{\gamma}_0$  o  $\dot{\gamma}_\infty$  (Zlokarnik, 2006):

$$\frac{\mu}{H} = f\left(\frac{\dot{\gamma}}{\dot{\Gamma}}\right) \rightarrow \frac{\mu}{\mu_0} = f\left(\frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_0}\right) \rightarrow \mu_{ef} = f(\dot{\gamma}_{ef})$$
(1.19)

A partir de esta función, se deduce el empirismo más sencillo para la función de viscosidad aparente,  $\eta_a$  (viscosidad no Newtoniana), conocida como Ley de potencias o Ley de Otswald de Waele:

$$\tau = K\dot{\gamma}^n \quad \to \quad \eta_a = K\dot{\gamma}^{n-1} \tag{1.20}$$

Donde *K* y *n* son dos constantes que caracterizan al fluido; esta relación describe la curva de viscosidad no Newtoniana sobre la porción lineal de la gráfica log-log de la viscosidad contra la velocidad de corte para muchos fluidos. Las unidades del parámetro *K* son *Pa* s<sup>n</sup>, y *n* – 1 es la pendiente de la gráfica de log  $\mu$  contra log  $\dot{\gamma}$ . Por lo tanto, una ecuación para  $\mu$  y  $\dot{\gamma}$  existe únicamente con la estandarización de dos parámetros, de los cuales  $\mu_0$  y  $\dot{\gamma}_0$  son relacionados uno con otro  $\mu_0 \dot{\gamma}_0^{1-n} = K$ . Estas ecuaciones son importantes para el cálculo de consumo de potencia dónde se tiene la ecuación (Steffe, 1996) del cálculo de la constante A para un agitador:

$$N_{Po} = \frac{A}{N_{Re}} \tag{1.21}$$

En la ecuación (1.21) pueden ser incorporadas las ecuaciones (1.8) y (1.10) quedando

$$\frac{P}{\rho N^3 D^5} = \frac{A}{\frac{D^2 N \rho}{\mu}} \longrightarrow \frac{P}{\rho N^3 D^5} = \frac{A \mu}{D^2 N \rho}$$
(1.22)

De la ecuación (1.22) usando la Ley de potencias  $\tau = K\dot{\gamma}^n$  y reemplazando la viscosidad Newtoniana  $\mu$  por la viscosidad aparente  $\eta = K\dot{\gamma}_{ef}^{n-1}$  puede ser evaluada la velocidad de corte efectiva definida con la ecuación siguiente:

$$\dot{\gamma}_{ef} = k_s N \tag{1.23}$$

Este concepto acerca de la viscosidad efectiva fue introducido por Metzner y Otto en 1957 usando la caracterización reológica del fluido  $\mu \dot{\gamma}$  para predecir el consumo de potencia en fluidos no Newtonianos, sugiriendo que esta velocidad de corte efectiva era proporcional a la velocidad rotacional del fluido *N* (Archard, 2006). En esta ecuación  $k_s$  es una constante que puede ser calculada y es característica para un agitador en específico. Por ejemplo, Cantú-Lozano (2000) reportó esta constante de proporcionalidad para un agitador helicoidal de doble hélice la correlación de  $\dot{\gamma}_{ef} = 17.8N$ .

Por lo anterior y de acuerdo a estas propiedades reológicas, en fluidos no Newtonianos la viscosidad  $\mu$  depende de la velocidad de corte efectiva,  $\dot{\gamma}_{ef}$ . Los modelos para el escalamiento pueden ser obtenidos a partir de parámetros reológicos como *n*,  $\mu_0$  y  $\dot{\gamma}_0$  (Zlokarnik, 2006).

# CAPÍTULO 2 MATERIALES Y MÉTODOS

# **CAPITULO 2**

# **MATERIALES Y MÉTODOS**

Para la realización de la presente investigación se siguió la metodología siguiente:



Figura 2.1 Metodología general

## 2.1 Descripción general de la metodología

La Figura 2.1 anteriormente citada generaliza la metodología que se empleó en el desarrollo del presente proyecto de investigación.

Primeramente, un punto importante a considerar es la revisión bibliográfica la cual permitió considerar las directrices básicas que involucran el desarrollo de un escalamiento, el punto central dentro de este trabajo; así como la revisión de material útil para dar fundamento a los métodos experimentales y procedimientos analíticos empleados para obtener los parámetros geométricos, cinemáticos y dinámicos con sus respectivos modelos matemáticos característicos no sin antes haber hecho las adaptaciones y la calibración del RFDR modelo para certificar la confiabilidad de los resultados de las corridas experimentales efectuadas.

Una vez alcanzado el objetivo de la obtención de los criterios de similitud se procedieron hacer las corridas experimentales con el fluido seleccionado para la investigación: las vinazas, las cuales previamente fueron preparadas para llevar a cabo su tratamiento en el RFDR. Cabe hacer mención que cada fluido tratado en el RFDR fue caracterizado reológicamente.

## 2.2 Obtención de parámetros geométricos

Para conseguir una similitud geométrica como primer criterio para el *Scale up* del foto proceso de remoción fenólica, se trabajó en base al equipo utilizado para lograr tal objetivo de remoción: el RFDR en su escala laboratorio llamándole como "modelo", y el RFDR escalado llamándole como "prototipo", cuya ventaja de este último es la posibilidad de tratar mayores volúmenes de vinazas.

Una escala piloto se considera a partir del tratamiento de volúmenes por encima de los 80 L (Quintero, 1981) por lo tanto, para cumplir con el criterio de similitud geométrica para el tratamiento de al menos esa cantidad de volumen de vinazas se procedió a la búsqueda de un "Factor a escala" que sirvió como base para el cálculo tanto del volumen buscado para el cumplimiento para escala piloto así como de todas las dimensiones lineales correspondientes para el RFDR prototipo, el equipo de interés a escalar para utilizar en la remoción de los compuestos fenólicos.

Las dimensiones lineales del RFDR modelo se midieron haciendo uso de un flexómetro y un Vernier para las partes más pequeñas. Se "dividió" el RFDR en tres partes básicas para un mejor estudio y posteriormente en base al factor de escala seleccionado se encontraron las nuevas medidas para el RFDR prototipo, es decir, para el RFDR escalado.

La Tabla 2.1 muestra las tres partes básicas en que fue dividido el RFDR así como la descripción de cada una de ellas.

No.	Componente	Descripción	Figura
1	Base	La base está hecha de un polímero altamente resistente, está dividida en tres etapas (a, b y c) a lo largo de las cuales se distribuye el fluido a tratar. El volumen total de la base es de 6.808 L con un volumen útil de operación de 6.740 L que se distribuye en las etapas.	
2	Тара	La tapa es de acero inoxidable y en su interior tiene colocadas dos lámparas UV de longitud de onda ( $\lambda$ ) de 360 nm y 15 W de potencia; estás lámparas tienen una longitud lineal de 44 cm (sin incluir los pines de conexión).	
3	Sistema de agitación	Consta de un eje de acero inoxidable de 1.905 cm (3/4 de pulgada) de diámetro a través del cual están colocados 6 discos (dos discos por etapa) fabricados de vidrio Pírex.	

# 2.2.1 Dimensiones lineales del RFDR modelo

Las Tablas 2.2, 2.3 y 2.4 muestran las dimensiones lineales a las que se aplicó la similitud geométrica al "dividir" el RFDR en sus tres partes básicas.



Tabla 2.2 Dimensiones lineales de la base del RFDR<sub>M</sub>



Tabla 2.3 Dimensiones lineales de la tapa del RFDR<sub>M</sub>



Tabla 2.4 Dimensiones lineales del sistema de agitación del RFDRM

# 2.3 Componentes del RFDR modelo

Actualmente el RFDR<sub>M</sub> cuanta con los componentes citados en la Tabla 2.5., no obstante, para el desarrollo de corridas experimentales se consideró la importancia del buen funcionamiento del RFDR, lo que involucró hacer las adaptaciones necesarias para conseguir los parámetros involucrados en el escalamiento así como la impregnación del catalizador en los discos del sistema de agitación y dar cumplimiento a los requerimientos para cada corrida experimental.

#### Tabla 2.5 Componentes del RFDR\_{M}

Componente	Utilidad
Motor de velocidad fija	Motor tipo Shaded Pole Gearmotor, modelo 3M137B de 115 Volts y 1/10 de HP de potencia, el cual permite accionar el sistema de agitación del RFDR. Marca: Dayton.
2 cajas de switch eléctrico	Una para el encendido y el apagado de motor y la otra para las lámparas de luz UV respectivamente.
Bomba peristáltica	Permite mantener un reflujo continuo de la mezcla de reacción entre las tres etapas que se encuentran intercomunicadas a través de mamparas de separación. El reflujo se mantenía continuo desde la etapa <i>c</i> a la etapa <i>a</i> , asegurando así la homogeneidad de la mezcla dentro del RFDR. Marca: Hanna Instruments.
Bomba de suministro de aire	Permite proporcionar el oxígeno necesario a la muestra para su reacción; este fue bombeado a través de una manguera de silicone de 9 mm de diámetro. Marca: Lomas.
Tapones de corcho	Utilizados para tapar las tres salidas de drenado con que cuenta el RFDR modelo.
Empaques de neopreno	Utilizados para asegurar la posición correcta de los discos utilizados en el sistema de agitación.

### 2.3.1 Impregnación de los discos con el catalizador de TiO<sub>2</sub>

La impregnación de los discos esmerilados de vidrio Pírex se hizo mediante la técnica de Sol-Gel utilizada por Oropeza (2013), donde los discos primeramente se lijaron de manera circular con una lija de agua para remover cualquier tipo de materia extraña; alternándose este ligado con enjuagues de agua potable y de agua destilada.

Para la preparación del catalizador de TiO<sub>2</sub> se suspendió 1 g de este mismo en aproximadamente 4 mL de agua destilada, obteniéndose una como lechada. Esta suspensión fue impregnada por cada cara del disco haciendo uso de una brocha para lograr dejar una capa delgada y uniforme del catalizador utilizado. Para lograr el secado de los discos impregnados con catalizador, estos fueron colocados en una estufa a temperatura de 90 °C por un lapso de tiempo de una hora y posteriormente fueron llevados a una Mufla a 450 °C durante una hora para conseguir la solidificación del catalizador, es decir, una completa impregnación.

### 2.4 Corridas de calibración del RFDR modelo

Las corridas de calibración para el RFDR<sub>M</sub> se hicieron con fluidos tanto Newtonianos como no Newtonianos preparando las cantidades necesarias de cada uno de estos fluidos (aproximadamente 7 L) para ser posteriormente llevados al RFDR modelo.

### 2.4.1 Caracterización reológica de fluidos de calibración

Los fluidos de calibración previamente se caracterizaron en un Reómetro rotacional Anton Paar modelo MCR301 (Figura 2.2) usando como sistema de medición la geometría de cilindros concéntricos CC27-SN9337, así como un plato Peltier para el control de la Temperatura. Las corridas de caracterización reológica se llevaron a cabo a una Temperatura de 25 °C y considerando un rango para la velocidad de corte de 1-1000 s<sup>-1</sup>. La cantidad de muestra utilizada de cada fluido para estas corridas fue de 19 mL.

Los fluidos de calibración que se utilizaron durante el desarrollo de la presente investigación fueron carboxil metil celulosa al 1.5%, carbopol al 2%, almidón de maíz al 5%, solución de sacarosa al 5%, jarabe de maíz y aceite vegetal de girasol, estos dos últimos de conocidas marcas comerciales.

Mediante la ecuación (2.1) se describió el comportamiento de los fluidos Newtonianos.

$$\tau = \mu \dot{\gamma} \tag{2.1}$$

Mientras que el comportamiento de los fluidos no Newtonianos se describió mediante la ecuación (2.2).

$$\tau = K \dot{\gamma}^n \tag{2.2}$$

El análisis de los datos para el modelamiento reológico se hizo con el software Rheoplus, el cual está instalado en la computadora que esta acoplada al reómetro.



Figura 2.2 Reómetro

## 2.4.2 Corridas en el RFDR modelo de los fluidos de calibración

Posteriormente a la caracterización reológica de los fluidos de calibración, se procedieron a efectuar las corridas experimentales en el RFDR<sub>M</sub> (Figura 2.3), llevando a este el volumen necesario respectivo de cada fluido de trabajo. Estas corridas se hicieron con la finalidad de determinar los valores característicos del RFDR modelo que resulten ser útiles en un futuro.



Figura 2.3 RFDR modelo (escala laboratorio)

## 2.5 Obtención de parámetros cinemáticos

Los parámetros cinemáticos involucraron el cálculo de los adimensionales Froude y Reynolds mediante las ecuaciones de (1.9) a la (1.11) respectivamente, para el último caso se aplicó según la naturaleza del fluido, es decir si el fluido es Newtoniano o no, previamente conocido mediante la caracterización reológica de éstos.

## 2.6 Obtención de parámetros dinámicos

Los parámetros dinámicos involucraron el cálculo del adimensional de número de potencia mediante la ecuación (1.8); este adimensional se consideró de suma importancia al estar relacionado directamente con la agitación que se efectúa dentro del RFDR, por lo que su cálculo permitió conocer los requerimientos de la potencia necesaria para accionar el sistema de agitación a diferentes velocidades de rotación, viscosidades y densidades de los fluidos que se trabajaron.

Es importante hacer mención que para el cálculo del número de potencia previamente se calculó el valor de la potencia mediante la aplicación de la ecuación (2.3).

$$P = 2\pi N M \tag{2.3}$$

En esta ecuación aparece una nueva variable: M que es el torque o mejor conocido como el "Par", y cuyas unidades son [N m] dentro del Sistema Internacional y N se consideró en unidades de  $[s^{-1}]$  para lograr la consistencia en las unidades.

Para la obtención del valor del torque, se utilizó un sensor que se acopló al RFDR modelo, tomando la lectura de los datos a través del display.

### 2.7 Obtención de modelos matemáticos

Los modelos matemáticos de la similitud geométrica se obtuvieron a partir de las dimensiones lineales del RFDR modelo en su *Scale up* al RFDR prototipo.

Por otro lado, los modelos matemáticos de la similitud cinemática se obtuvieron caracterizando reológicamente los fluidos de trabajo así como estudiando la variable *N* en el RFDR el fin de conseguir distintas velocidades de rotación, considerando este mismo estudio para los cálculos de *P* correspondiente a los parámetros dinámicos.

Las adecuaciones de las velocidades de rotación del sistema de agitación se consideraron necesarias para los fines prácticos del presente proyecto de investigación. Las revoluciones por minuto se manipularon mediante un control CD tipo gabinete acoplado a un motorreductor.

A continuación, la Tabla 2.6 cita los parámetros involucrados (descritos con anterioridad en el capítulo 1) y su técnica de obtención para su posterior aplicación en la fórmula correspondiente.

**Tabla 2.6** Técnicas de cálculo para los parámetros de los adimensionales Froude, Reynolds y potencia

Parámetro	Forma de cálculo u obtención	Unidades
D	Mediante la utilización de un vernier	т
N	Con el control de velocidad del motor, y verificadas con un tacómetro digital	rpm
g	No se calcula, ya que corresponde a la constante universal de la gravedad, su valor es 9.81 $m/s^2$	$m/s^2$
ρ	Picnometría	$kg/m^3$
μ	Reometría	Pa s
n	Reometría	-
K	Reometría	Pa s <sup>n</sup>
Р	Matemáticamente	W

#### 2.8 Análisis de los resultados

El análisis de resultados fue estudiado a lo largo de cada etapa clave de la metodología general, es decir, dentro de las etapas de la obtención de los parámetros geométricos, cinemáticos y dinámicos, los cuales representan los tres principios de similitud necesarios para el desarrollo del *Scale up*.

Los softwares utilizados para tal fin fueron Rheoplus, Sensit 2.3, Excel y KaleidaGraph para Windows.

### 2.9 Validación de los resultados

Se hizo la validación de resultados y modelos matemáticos con el fluido de interés de esta investigación, es decir, las vinazas, una vez que se finalizaron con las corridas de calibración del RFDR<sub>M</sub>.

Todos los modelos utilizados se validaron con el coeficiente de determinación R<sup>2</sup> de los análisis de regresión respectivos.

### 2.9.1 Caracterización reológica de las vinazas mezcaleras

Antes de someter las vinazas en el proceso fotocatalítico, se caracterizaron reológicamente utilizando una cantidad de 19 mL sin diluir. La caracterización reológica se hizo de la misma manera que como con los fluidos de calibración (Apartado 2.4.1, página 45).

### 2.9.2 Corridas con las muestras de vinazas en el RFDR modelo

Después de haber realizado la caracterización reológica de las vinazas, se procedieron a efectuar las corridas experimentales en el RFDR modelo (Figura 2.3), llevando a este el volumen necesario de vinazas. Estas corridas se hicieron considerando todos los aspectos necesarios para llevar a cabo la reacción de degradación, es decir, considerando la aireación, la presencia de luz UV y la impregnación del catalizador en cada disco del sistema de agitación.

# CAPÍTULO 3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 3.1 Obtención de los parámetros geométricos

Al hacer un *Scale up*, la similitud geométrica se expresó con la escala correspondiente de las dimensiones en todas direcciones del RFDR modelo considerando un factor de escala que involucraba directamente al volumen. Las dimensiones del RFDR prototipo (RFDR<sub>P</sub>) se obtuvieron en base a las dimensiones lineales del RFDR modelo (RFDR<sub>M</sub>) considerando este factor a escala.

## 3.1.1 Consideraciones para el factor de escala

Si un factor a escala es considerado, existe un aumento en las dimensiones y consecuentemente en el volumen del RFDR<sub>P</sub>; lo anterior significa que tanto el RFDR modelo como el prototipo son de igual forma pero de diferente tamaño.

Para la obtención del factor a escala se trabajó directamente sobre la consideración del volumen total y útil del RFDR<sub>M</sub> (6.808 L y 6.740 L respectivamente) reportado por López (2010), y cuyos volúmenes son albergados en la base semicilíndrica del RFDR.

Para una serie de recipientes cilíndricos, caracterizados por una relación altura/diámetro (R-h/D) el volumen está dado por (Quintero, 1981):

$$V = R \left(\frac{\pi}{4}\right) D^3 \tag{3.1}$$

Dado que la base del RFDR modelo es semicilíndrica, la relación anterior puede ser modificada y expresada como:

$$V = R \left(\frac{\pi}{8}\right) D^3 \tag{3.2}$$

Esta fórmula matemática representa la forma de la base del RFDR<sub>M</sub>, es decir del reactor fotocatalítico a escala laboratorio, y que corresponde también al RFDR<sub>P</sub>, es decir del reactor fotocatalítico a escala piloto, al considerarse la similitud geométrica entre ambos.

El producto  $R\left(\frac{\pi}{8}\right)$  es una constante y es independiente de la escala para el fotorreactor con una misma R-h/D, por lo que para resulta:

$$V \propto D^3 \tag{3.3}$$

Y por extensión de esto, dado que la relación del diámetro de la base y de los discos del sistema de agitación también es constante, se tiene:

$$V \propto D_d^{-3} \tag{3.4}$$

Por lo tanto, lo anterior se puede expresar como:

$$\frac{V_{\rm M}}{V_{\rm P}} = \frac{D_{\rm M}^3}{D_{\rm P}^3}$$
(3.5)

Donde los subíndices M y P son modelo y prototipo respectivamente.

La consideración del factor de escala en base a las dimensiones lineales y del diámetro del RFDR<sub>M</sub> queda expresada de la siguiente manera:

$$D_{\rm P} = k \cdot D_{\rm M} \tag{3.6}$$

Donde *k* representa el factor a escala como un número real y que al considerarse este factor, existe un cambio en las dimensiones y consecuentemente del volumen, como se mencionó con anterioridad.

Para el caso de los volúmenes y considerando la ecuación (3.6), la ecuación (3.5) cambia a la ecuación (3.7):

$$\frac{V_{\rm M}}{V_{\rm P}} = \frac{D_{\rm M}^3}{(k \cdot D_{\rm M})^3}$$
(3.7)

Resolviendo la ecuación anterior y despejando el volumen del prototipo se obtiene la ecuación (3.8) que representa los cambios en el volumen total de la base del RFDR<sub>P</sub>:

$$V_{\rm P} = k^3 \cdot V_{\rm M} \tag{3.8}$$

Como es de conocerse, no todo el volumen de la base del RFDR<sub>M</sub> se considera útil; por lo que la ecuación que representa a este volumen guardando la similitud geométrica entre el volumen útil (VuM) del RFDR modelo y del prototipo (VuP) queda expresada en la ec. 3.9:

$$V_{\rm UP} = k^3 \cdot V_{\rm UM} \tag{3.9}$$

## 3.1.2 Diseño de la base del RFDR prototipo

Las Tablas 3.1 y 3.2 resumen los cambios en el volumen y de las dimensiones de la base del RFDR<sub>M</sub> para su escalamiento del RFDR<sub>P</sub> es decir a su escala piloto, esto, en base a las ecuaciones (3.6), (3.8) y (3.9) obtenidas anteriormente tomando como base para la obtención del factor de escala la base, ya que es el componente "clave" al albergar el volumen que es tratado.

Tabla	3.1	Cambio	s en	los	volúmenes	s de	la	base	del	RFDR <sub>M</sub>	para	su	escalamien	to a	a nivel
planta	pilo	to													

Factor de	Volumen total de	la base [=] L	Volumen útil de operación [=] L		
escala, <i>k</i>	Modelo	Prototipo	Modelo	Prototipo	
2		54.464		53.92	
2.2		72.491		71.768	
2.3	6.808	82.833	6.740	82.005	
5		851		842.50	
10		6808		6740	

**Tabla 3.2** Cambios en las dimensiones de la base del RFDR<sub>M</sub> para su escalamiento a nivel planta piloto

Factor Diámet		tro [=] m	Altur	a* [=] m	Longitud* [=] m		
escala, <i>k</i>	Modelo	Prototipo	Modelo	Prototipo	Modelo	Prototipo	
2		0.52		0.32		0.80	
2.2		0.572		0.352		0.88	
2.3	0.260	0.598	0.16	0.368	0.40	0.92	
5		1.30		0.80		2.00	
10		2.60		1.60		4.00	
*Consideral posición de	ndo dichas di I RFDR mod	imensiones co elo.	ocado el se	emicilindro de r	nanera hori	zontal, actual	

De acuerdo a lo anterior, el factor de interés seleccionado para el escalamiento es de <u>2.3</u>, es decir, un prototipo 1:2.3. Este factor a escala representa no solo el cumplimiento para el tratamiento de al menos los 80 L (82.833 L para ser exactos) sino que también representa un aumento de 2.3 veces más grandes las dimensiones lineales del RFDR<sub>M</sub>, esto, para que sea posible el tratamiento de dicho volumen.

## 3.1.3 Diseño de la tapa del RFDR prototipo

Considerando el factor de escala de 2.3 y para cumplir con el criterio de similitud geométrica, este se aplicó de manera directa sobre las dimensiones del RFDR<sub>M</sub> de acuerdo a la ecuación (3.6). Así, la Tabla 3.3 resume las dimensiones de la tapa para el RFDR<sub>P</sub>. Respecto al su posicionamiento de las lámparas de luz UV dentro del RFDR<sub>P</sub> se considera de manera similar a la del RFDR<sub>M</sub>. Es importante mencionar que las medidas para la colocación de los zócalos (bases para sujetar la lámpara) no se varían en el escalamiento, debido a que tanto los casquillos como los pines de contacto de cada lámpara son de medida universal sea cual sea la longitud lineal de éstas mismas.

Factor	Diámet	ro [=] m	Altura	1* [=] m	Longitud [=] m				
escala, <i>k</i>	Modelo	Prototipo	Modelo	Prototipo	Modelo	Prototipo			
			0.17	0.391					
	0.075	0.6225	Altura	2** [=] m	0.415	0.0545			
2.3	0.275	0.0325	Modelo	Prototipo		0.9545			
			0.10	0.230					
*Altura referida a la altura total de la tapa, es decir, la altura que va desde el punto más alto de ésta misma hasta el límite con la base. **Altura "trunca" de la tapa, para mayor detalle ver figura en la Tabla 2.3.									

**Tabla 3.3** Cambios en las dimensiones de la tapa del  $RFDR_M$  para su escalamiento a nivel planta piloto

Las dimensiones del RFDR<sub>P</sub> son las adecuadas para la adaptación de las lámparas de luz ultravioleta, ya que actualmente existen dentro del mercado la venta de estas mismas disponibles en distintas longitudes, para este caso resulta de interés la de 1 m de longitud.

## 3.1.4 Diseño del sistema de agitación

Considerando igualmente el factor de escala de 2.3 y de acuerdo a la ecuación (3.6), la tabla 3.4 presenta los cambios en las dimensiones del sistema de agitación del RFDR<sub>M</sub> para su escalamiento al RFDR<sub>P</sub>.

Factor de escala, <i>k</i>	Diámetro exterior del disco [=] m		Diámetro interior del disco [=] m	
	Modelo	Prototipo	Modelo	Prototipo
2.3	0.24	0.552	0.019	0.0437
	Espesor del disco [=] m			
	Modelo		Prototipo	
	0.006		0.0138	
	Diámetro exterior del eje [=] m			
	Modelo		Prototipo	
	0.01905 (3/4 in)		0.0438 (recomendable 1 ¾ in por su disponibilidad en el mercado)	
	Longitud total del eje [=] m		Longitud útil del eje [=] m	
	Modelo	Prototipo	Modelo	Prototipo
	0.91	***	0.50	1.15
***No es de importancia considerarse debido a que no toda esta longitud es utilizable en el eje en el RFDR modelo, debido a las modificaciones que se han hecho en el reactor a través del tiempo, es por ello que solo se considera la longitud útil de este mismo.				

Tabla 3.4 Cambios en las dimensiones del sistema de agitación del RFDR\_{\rm M}

# 3.1.5 Dimensiones lineales del RFDR prototipo

Las Tablas 3.5, 3.6 y 3.7 muestran las dimensiones lineales del RFDR<sub>P</sub> que se obtuvieron a partir del factor de escala de 2.3.



Tabla 3.5 Dimensiones lineales de la base del RFDRP


Tabla 3.6 Dimensiones lineales de la tapa del RFDRP



Tabla 3.7 Dimensiones lineales del sistema de agitación del RFDRP

#### 3.2 Adaptaciones necesarias al RFDR<sub>M</sub> para las corridas experimentales

Primeramente, se verificó que las conexiones eléctricas estuvieran en buen estado, esto, tanto para la luz de las lámparas UV como para los demás componentes eléctricos del RFDR<sub>M</sub>.

Fue necesario adaptar y acoplar algunos otros componentes, llámesele "componentes auxiliares del RFDR" para la realización de las corridas experimentales efectuadas, esto con la finalidad de tener un correcto funcionamiento del fotorreactor y también, para la obtención de los parámetros dinámicos de interés para el desarrollo del *Scale up*. Estos se citan en la Tabla 3.8 y en la Figura 3.1 se presenta el esquema general del mismo equipo.

Componente	Utilidad / Características
Motorreductor	Trabajar a distintas velocidades de agitación. De tipo de ejes paralelos con flecha de salida de 3/4 pulgada, modelo GPP7453, 1/4 HP, 125 rpm, 100 in lb de torque y 90 VDC. Marca: Baldor.
Variador de velocidad	Controlar las velocidades del motorreductor. Control DC en presentación de gabinete con capacidad de 1/4 HP, 115 Volts, modelo KBWM-120. Marca: KB Electronics.
Dinamómetro con consola de lectura	Para la medición del par, es decir del torque, leído a través de la consola. Dinamómetro: Modelo TRS300, con capacidad de 10 Nm, Tipo Shaft to Shaft. Marca: Futek. Consola: Modelo IPM650, con adaptador a corriente eléctrica y al sensor. Marca: Futek.
Accesorios mínimos	Tornillos, rondanas y tuercas con el fin de asegurar la tapa móvil del RFDR modelo.

Tabla 3.8 Componentes auxiliares adaptados y acoplados al RFDR



Figura 3.1 Esquema general del equipo re-diseñado

1) Toma de corriente eléctrica, 2) Motor, 3) Gabinete de control de velocidad, 4) Cople tipo estrella, 5) Dinamómetro, 6) Cople flexible, 7) Display de lectura del torque, 8) RFDR conformado por 8a) la tapa con las lámparas UV, 8b) el sistema de agitación con los discos rotatorios y 8c) la base divida en tres etapas, 9) Switch eléctrico, 10) Bomba de aire,11) Bomba peristáltica y 12) Tubos de descarga. Con el desarrollo cuidadoso de este paso se aseguró el cumplimiento de los requerimientos para cada experimento, además de que el RFDR<sub>M</sub> quedará en sus mejores condiciones de trabajo, es decir, realizando los ajustes previos pertinentes. A continuación en la Figura 3.2 se muestra la fotografía del equipo correspondiente al esquema anterior presentado (Figura 3.1).



Figura 3.2 RFDR modelo re-diseñado

#### 3.3 Corridas de calibración del RFDR modelo

Para efectuar las corridas de calibración, primeramente, se hizo la impregnación del fotocatalizador de TiO<sub>2</sub> en cada uno de los seis discos mediante la técnica Sol-Gel para posteriormente ser montados de manera muy cuidadosa en el eje respectivo del RFDR<sub>M</sub> para así ensamblar completamente el sistema de agitación (Figura 3.4) y poder efectuar las corridas experimentales planteadas en la presente investigación.



Figura 3.3 a) Disco sin impregnar y b) disco impregnado con el fotocatalizador TiO<sub>2</sub>



Figura 3.4 Montaje del sistema de agitación del RFDR modelo

Las densidades y la caracterización reológica de los ocho fluidos de trabajo seleccionados para su aplicación en la calibración se presentan en las Tablas 3.9 y 3.10, todos ellos presentando un coeficiente de determinación R<sup>2</sup> mayor a 0.98 en su ajuste a modelos reológicos para su validación. Se encontró que de los fluidos tratados, dos fueron Newtonianos: jarabe de maíz y aceite vegetal de girasol; y cuatro no Newtonianos: CMC 1.5 %, carbopol 2%, solución de sacarosa 5%, almidón de maíz 5% y los fluidos combinados CPL/SS y CPL/AM.

Fluido	ρ [Kg/m <sup>3</sup> ]	μ [Pa s]	<b>n</b> [-]	Modelo experimental	R <sup>2</sup>
Jarabe de maíz	1341	1.14	0.9966	$\tau = 1.14  \dot{\gamma}$	0.99189
Aceite vegetal de girasol	890	0.0522	1.0102	$\tau = 0.0522  \dot{\gamma}$	0.99947

Tabla 3.9 Caracterización de los fluidos de calibración Newtonianos

 Tabla 3.10
 Caracterización de los fluidos de calibración no Newtonianos

Fluido	ρ [Kg/m <sup>3</sup> ]	η [Pa s]	K [Pa s <sup>n</sup> ]	<b>n</b> [-]	Modelo experimental	R²
Carbopol 2%	1003	0.25	15.348	0.34473	$\tau = 15.348  \dot{\gamma}^{0.34473}$	0.99397
CMC 1.5 %	975	0.138	5.525	0.41301	$\tau = 5.525  \dot{\gamma}^{0.41301}$	0.99957
CPL / SS*	1030	0.0139	0.19125	0.58244	$\tau = 0.19125  \dot{\gamma}^{0.58244}$	0.98889
CPL / AM*	1008	0.0107	0.062421	0.7164	$\tau = 0.062421  \dot{\gamma}^{0.7164}$	0.98358
Solución de sacarosa 5%	1018	0.00333	0.0003257	1.366	$\tau = 0.0003257  \dot{\gamma}^{1.366}$	0.9993
Almidón de maíz 5%	1001	0.00345	0.0001146	1.531	$\tau = 0.0001146  \dot{\gamma}^{1.531}$	0.99946

\*CPL=Carbopol 2%, SS=Solución de sacarosa 5%, AM=Almidón de maíz 5%, preparadas 20/80 en relación %v/v.

Como se puede observar, existe un amplio rango entre los índices de comportamiento de flujo entre los ocho fluidos, lo que conlleva a tener un amplio campo en el estudio de fluidos de diferente naturaleza y comportamiento, quedando entre este intervalo las vinazas mezcaleras, estudiadas por Oropeza (2013) y Gines (2015) en investigaciones que anteceden al presente proyecto y presentadas en la sección de la validación de los resultados dentro de esta investigación.

Los comportamientos correspondientes a los fluidos de trabajo para la calibración se aprecian en las Figuras 3.5, 3.6 y 3.7 con mayor detalle.



Figura 3.5 Reogramas de los fluidos Newtonianos



Figura 3.6 Reogramas de los fluidos no Newtonianos (pseudoplásticos)



Figura 3.7 Reogramas de los fluidos no Newtonianos (dilatantes)

De los fluidos Newtonianos puede observarse una linealidad a través del intervalo de la velocidad de corte, lo que es traducido como una viscosidad constante a través del tiempo y de la tensión de corte que se le es aplicada.

En tanto, para los fluidos no Newtonianos se observa que el CMC 1.5%, el carbopol 2%, CPL/SS y CPL/AM presentan específicamente un comportamiento pseudoplástico; para los dos primeros fluidos, este comportamiento se observa mayormente pronunciado, debido a que su índice de comportamiento de flujo está mucho más alejado del valor de 1.0 (valor designado para un fluido Newtoniano) esto, en comparación con los fluidos combinados de carbopol con sacarosa y almidón los cuales tienen un índice de flujo más cercano a 1.0 observándose menos pronunciado este comportamiento.

Por otro lado, para el almidón de maíz 5% y la solución de sacarosa 5% se observa claramente un comportamiento dilatante.

Ante lo expresado anteriormente, se comprueba que el índice de comportamiento n, es indicativo de la desviación respecto un comportamiento meramente Newtoniano. Para el caso de los fluidos no Newtonianos no se presenta un flujo ideal o una linealidad durante el intervalo de flujo como puede ser observado en las Figuras 3.6 y 3.7 debido a que el índice de consistencia K tiene dimensiones que dependen del índice de comportamiento de flujo n.

Una vez caracterizados reológicamente los fluidos y teniendo la cantidad suficiente de estos, se llevaron al RFDR<sub>M</sub> para efectuar las corridas experimentales para la obtención de los parámetros cinemáticos y dinámicos de los fluidos tratados en el fotorreactor.

#### 3.4 Obtención de parámetros cinemáticos y dinámicos

#### 3.4.1 Cálculo del adimensional Froude

Para el caso del adimensional Froude, se tiene que para los ocho fluidos para la calibración corresponden los mismos valores, debido a que este número solo se ve influenciado por la velocidad de rotación con que se trabajó, esto de 5 a 100 *rpm* con intervalos de 5 *rpm* utilizando el mismo sistema de agitación con un diámetro de los discos del sistema de agitación constante en cada corrida experimental. Cabe hacer mención de que para el caso de las vinazas la situación anterior es la misma, ya que estos fluidos se trabajaron en el mismo intervalo de las velocidades de rotación.

A continuación, la Figura 3.8 muestra que el número de Froude ( $N_{Fr}$ ) calculado con la ecuación (1.9) es directamente proporcional con la velocidad de rotación; sin embargo, se observa que el valor correspondiente al número de Froude no excede a la unidad si no que es mucho menor, por lo que puede decirse que el efecto de la gravedad describe un flujo subcrítico, dónde las fuerzas inerciales son mayores que las gravitacionales y cuyo efecto se comprueba por el hecho de emplear velocidades bajas para las corridas experimentales dentro del RFDR<sub>M</sub>.



Figura 3.8 Valores del adimensional Froude ( $N_{Fr}$ ) para las diferentes velocidades N[rpm] del sistema de agitación del RFDR<sub>M</sub>

#### 3.4.2 Cálculo de los adimensionales potencia y Reynolds

Para el caso del cálculo del par M[*Nm*], la Figura 3.9 presenta las gráfica torsionales de los fluidos utilizados para la calibración. Se observa que, tanto para los fluidos Newtonianos como no Newtonianos el torque va en aumento conforme la velocidad de rotación, es decir, son proporcionales lo que se traduce que a mayor velocidad de trabajo se necesita de una mayor fuerza para accionar el sistema de agitación. En tanto, las Figuras 3.10 y 3.11 muestran que la potencia desarrollada por el par es proporcional a la velocidad angular de dicho eje de trasmisión, esta potencia se calculó mediante la ecuación (2.3); quedando evidenciado que el momento de fuerza ejercido por el motorreductor sobre el eje de transmisión de la potencia es un factor importante a considerar para los requerimientos del consumo de potencia.



Figura 3.9 Curvas de par de los fluidos para la calibración en el RFDRM



Figura 3.9 Curvas de par de los fluidos para la calibración en el RFDR<sub>M</sub> (continuación)



Figura 3.10 Curvas de potencia de los fluidos Newtonianos para la calibración en el  $\mathsf{RFDR}_\mathsf{M}$ 



Figura 3.11 Curvas de potencia de los fluidos no Newtonianos para la calibración en el  $RFDR_M$ 

La relación entre los adimensionales Reynolds y potencia se muestra en la Figura 3.12, que consiste en una tipo log-log del número de Reynolds contra el número de potencia tanto para los fluidos Newtonianos como no Newtonianos respectivamente, siendo esta gráfica característica y propia del sistema de agitación del RFDR<sub>M</sub>.

El cálculo del número de potencia se hizo a partir de la ecuación (1.8), afirmándose que este adimensional tiene influencia en el cálculo de la potencia consumida por el sistema de agitación de discos del RFDR<sub>M</sub>, por lo cual es posible obtener la potencia que será requerida para el sistema de agitación en el RFDR<sub>P</sub>.

En tanto, el número de Reynolds se calculó a partir de las ecuaciones (1.10) y (1.11) según fuera el caso del tipo de fluido. Estas ecuaciones permitieron relacionar las caracterizaciones reológicas con las características propias del RFDR<sub>M</sub> y del sistema de agitación.



**Figura 3.12** Curvas linealizadas del número de potencia frente a número de Reynolds para el sistema de agitación de discos del RFDR<sub>M</sub> utilizando diferentes fluidos

De acuerdo a la Figura 3.12, se describe la existencia tanto para un régimen laminar (Re $\leq$ 2100) como turbulento (Re $\geq$ 4000) dentro del RFDR<sub>M</sub>; presentándose el flujo laminar o estacionario utilizando los fluidos: jarabe de maíz, carbopol 2% y CMC 1.5%; en tanto, el aceite vegetal de girasol, y las soluciones combinadas de carbopol y sacarosa también en flujo laminar pero con puntos que caen dentro del régimen de transición (2100 $\leq$ Re $\leq$ 4000) y por último, un turbulento o no estacionario, llámese desordenado utilizando los fluidos de solución de sacarosa 5% y almidón de maíz 5%.

Puede observarse también que las curvas resultantes graficadas y presentadas en la Figura 3.12 pese a ser propias para el RFDR<sub>M</sub> son semejantes a las ya reportadas para otros agitadores como los de tipo helicoidal (Cantú-Lozano, 2000) y de tipo turbina y otros (Heldman y Lund, 2006) por mencionar algunos.

#### 3.5 Corridas experimentales con vinazas

Se llevaron a cabo dos corridas experimentales con dos diferentes tipos de vinaza: mezcalera y alcoholera. La primera, proveniente de una mezcalería del municipio de San Pablo Villa de Mitla del Estado de Oaxaca y la segunda de una destilería del municipio de Orizaba del Estado de Veracruz. Ambas vinazas fueron previamente caracterizadas reológicamente para posteriormente ser tratadas en el RFDR<sub>M</sub>.

Durante las corridas experimentales se obtuvieron los parámetros cinemáticos y dinámicos correspondientes. Cabe hacer mención que como en trabajos previos a esta investigación se ha investigado de manera exhausta sobre la remoción de fenol, ya no se consideraron las mediciones de remoción, si no que se consideraron los datos de mayor interés obtenidos en estas para el desarrollo del *Scale up*.

#### 3.5.1 Caracterización reológica de las vinazas

Los resultados de la caracterización reológica de las vinazas analizadas se muestran en la Tabla 3.11, dónde se observa que el comportamiento reológico al que éstas se ajustaron perfectamente fue al modelo de Otswald de Waele, es decir, a un comportamiento no Newtoniano.

Vinaza	ρ [Kg/m <sup>3</sup> ]	η [Pa s]	K [Pa s <sup>n</sup> ]	<b>n</b> [-]	Modelo experimental	R²
Mezcalera	1028	0.00348	0.00016507	1.4855	$\tau = 0.00016507 \dot{\gamma}^{1.4855}$	0.99725
Alcoholera	1036	0.00367	0.00017374	1.4874	$\tau = 0.00017374 \dot{\gamma}^{1.4874}$	0.99941

Como puede observarse, ambas vinazas pese a ser de diferente procedencia, presentan características reológicas semejantes, ambas presentan un comportamiento además de no Newtoniano, un comportamiento dilatante al tener un índice de comportamiento mayor a la unidad. Gráficamente, ésto se representa a través de los reogramas correspondientes como lo muestra la Figura 3.13.

En cuanto a la densidad se observa que es mayor para la alcoholera, pero en el resto de las propiedades determinadas no se observan diferencias significativas, por lo cual puede considerarse que el *Scale up* no solo puede considerarse para el tratamiento de las vinazas mezcaleras, sino también para las vinazas alcoholeras.



Figura 3.13 Reogramas de las vinazas

#### 3.5.2 Obtención de parámetros cinemáticos y dinámicos con vinazas

Para el caso del cálculo del adimensional Froude en las corridas con vinazas aplica la Figura 3.8 que fue presentada con anterioridad, ya que al igual que con los fluidos de calibración, las vinazas se trabajaron a las mismas velocidades de rotación con un diámetro constante del agitador (0.25 cm, diámetro de los discos).

A continuación las Figura 3.14 muestra las curvas de par y de potencia generadas con los resultados de las corridas experimentales efectuadas con vinazas. Se

observa que no existen diferencias significativas entre ambas vinazas en estos dos parámetros considerados.



Figura 3.14 Curvas de par y de potencia de las vinazas

En cuanto al cálculo de los adimensionales de Reynolds y potencia para las vinazas, se muestran las curvas obtenidas en la Figura 3.15.



Figura 3.15 Curvas linealizadas del número de potencia frente a número de Reynolds para el sistema de agitación de discos del RFDR<sub>M</sub> con vinazas

#### 3.6 Obtención de modelos matemáticos

En esta sección se presentan los cálculos de los criterios de escalamiento considerando los antecedentes reportados en estudios previos a esta investigación sobre la remoción fenólica en las vinazas mezcaleras en el RFDR<sub>M</sub>.

También, de acuerdo a los datos de la caracterización y de las mediciones en las corridas experimentales se planteó el comienzo del cálculo de las constantes A y  $k_s$  del sistema de agitación del RFDR<sub>M</sub> en particular sobresaltando la importancia del agitador como el componente principal del equipo utilizado para la degradación de fenol por vía fotocatálitica y que está en función de la velocidad de rotación, para la óptima operación del sistema.

## 3.6.1 Selección de los criterios de escalamiento para el fotoproceso de remoción fenólica

En los sistemas fotocatalíticos de tratamiento aerobios es importante tener un seguimiento fenomenológico de la degradación de compuestos fenólicos. En un fotorreactor de discos rotatorios, es de vital importancia el monitoreo de la degradación de fenol en el seno de las camadas del semiconductor como una función de la velocidad de rotación, para la óptima operación del sistema.

Por lo anterior, la selección de los criterios para el *Scale up* dando cumplimiento a los tres criterios de similitud se hizo en base a la variable manipulable "*N*" es decir, de la variable de velocidad de agitación, ya que de esta dependen principalmente los rendimientos de la remoción de fenol.

Los criterios de escalamiento seleccionados fueron: a) Velocidad tangencial de agitación, b) Relación Potencia por unidad de Volumen constante (P/V) y c) Control a través de Reynolds. Siendo los dos primeros de mayor importancia para mantener un nivel de agitación adecuado durante el fotoproceso.

## 3.6.2 Estimación de la velocidad de rotación de trabajo idónea del RFDR<sub>P</sub> bajo ciertos criterios de escalamiento

Como estudios previos y de interés para la presente investigación, Gines (2015) llevó a cabo 9 corridas experimentales en el RFDR<sub>M</sub> para poder evaluar la remoción de fenol presente en las vinazas mezcaleras utilizando la técnica de Folin-Ciocalteu. Con este de este diseño de experimentos le fué posible determinar las condiciones óptimas de operación del RFDR<sub>M</sub> obteniendo un modelo matemático que reproducía los resultados experimentales y que sirvió como base para un posterior análisis canónico realizado con la finalidad de obtener estos puntos óptimos y considerarlos para las corridas de degradación.

Teniendo como factores del diseño experimental la velocidad de rotación (rpm) y el factor de dilución de la vinaza (%V/V) y como variable de respuesta la remoción de fenol (%) se obtuvieron los óptimos: 80 rpm, 52 %V/V y 92% respectivamente.

Por otro lado, Ginés (2015) de manera experimental reportó que el mayor porcentaje de remoción fenólica fue del 82.39% trabajando a 60 *rpm*.

De acuerdo a esto, se retomaron las condiciones de operación anteriormente citadas para hacer la selección de los criterios para e escalamiento, los cuáles son desarrollados a continuación.

#### a) Criterio de escalamiento: Velocidad tangencial de agitación

Considerando el valor óptimo de 80 *rpm* y seleccionando como criterio para el escalamiento la velocidad tangencial de agitación, se tiene que la ecuación (1.14) se convierte en:

$$[\pi ND]_M = [\pi ND]_P$$

Al desarrollar y resolver la ecuación anterior tomando como interés la variable de la velocidad para el RFDR<sub>P</sub> resulta la siguiente ecuación:

$$N_P = N_M \left(\frac{D_M}{D_P}\right) \tag{3.10}$$

Resolviendo con valores numéricos la ecuación (3.10) se tiene que:

$$N_P = 80 \ rpm\left(\frac{0.24 \ m}{0.552 \ m}\right) = 34.78 \ rpm \ \approx 35 \ rpm$$

El caso anterior aplica considerando los resultados de la optimización, pero, si se quisiera considerar los resultados experimentales, se tiene que por lo cual la ecuación 3.10 cambia a:

$$N_P = 60 \ rpm \left( \frac{0.24 \ m}{0.552 \ m} \right) = 26.09 \ rpm \ \approx 26 \ rpm$$

Se observa que existe una diferencia entre ambas velocidades de agitación calculadas, y esto puede ser justificado debido a que en el primer cálculo se hace la consideración de la predicción de un punto óptimo calculado teóricamente y el segundo corresponde a un valor obtenido en una experimentación ya hecha, sin embargo es posible hacer válida la consideración de que la región idónea para trabajar en el RFDR<sub>P</sub> para conseguir la mayor remoción del fenol presente en las vinazas de mezcal será entre los 26-35 *rpm* si se considera este criterio.

#### b) Criterio de escalamiento: Relación Potencia por unidad de Volumen (P/V)

Este criterio resulta de interés cuando el fluido que se es tratado se encuentra en régimen turbulento, tal es el caso para las vinazas y cuando se "guarda" el principio de similitud geométrica, la potencia está dada por (Rushton *et al.*, 1950):

$$P = N^3 D^5 (3.11)$$

Dado que el volumen es proporcional al diámetro del impulsor al cubo,  $D^3$  es posible generar el criterio del escalamiento manteniendo potencia por unidad de volumen constante:

$$\frac{P}{V} = \frac{N^3 D^5}{D^3} = N^3 D^2 \quad \therefore \quad \frac{P}{V} = N^3 D^2 \tag{3.12}$$

Al considerar el *Scale up* a partir de este criterio entre el RFDR<sub>M</sub> y el RFDR<sub>P</sub> la ecuación (1.14) puede expresarse de la siguiente manera:

$$[N^3 D^2]_M = [N^3 D^2]_P ag{3.13}$$

Al desarrollar y resolver la ecuación anterior tomando como interés la variable de la velocidad para el RFDR<sub>P</sub> resulta la siguiente ecuación:

$$N_P = N_M \left(\frac{D_M}{D_P}\right)^{2/3} \tag{3.14}$$

Resolviendo con valores numéricos la ecuación (3.14) y con el óptimo calculado de 80 rpm se tiene que:

$$N_P = 80 \ rpm \left(\frac{0.24}{0.552}\right)^{2/3} = 45.91 \ rpm \approx 46 \ rpm$$

Y, considerando el valor experimental reportado de 60 rpm se tiene:

$$N_P = 60 \ rpm \left(\frac{0.24}{0.552}\right)^{2/3} = 34.43 \ rpm \approx 34 \ rpm$$

Se puede observar que los dos valores anteriores calculados a partir de la ecuación (3.14) al igual que los valores calculados a partir de la ecuación (3.10) varían, y esto, igualmente se debe a la consideración de la predicción de un punto óptimo calculado teóricamente y un valor obtenido en una experimentación ya hecha.

Para el caso de este criterio de P/V la región idónea para trabajar en el RFDR<sub>P</sub> para conseguir la mayor remoción del fenol presente en las vinazas de mezcal será entre los 34-46 rpm si se considera este criterio.

#### c) Criterio de escalamiento: Control a través de Reynolds

Este criterio es considerado con la intención de procurar mantener un nivel de agitación adecuado del fluido al considerar las propiedades características de este. Para el caso de las vinazas, el régimen presentado es de tipo turbulento y puede deberse a su propia naturaleza química y reológica, esta última estudiada en el presente proyecto.

La ecuación de trabajo para el cambio de escala correspondiente para el control a través de Reynolds utilizada es la citada por Quintero (1981):

$$\frac{N_M}{N_P} = \left(\frac{D_P}{D_M}\right)^2 \tag{3.15}$$

Que al desarrollarla y resolverla de acuerdo con la variable de interés resulta:

$$N_P = N_M \left(\frac{D_P}{D_M}\right)^2 \tag{3.16}$$

Resolviendo con valores numéricos la ecuación (3.16) y con el óptimo calculado de 80 *rpm* se tiene que:

$$N_P = 80 \ rpm \left(\frac{0.552}{0.24}\right)^2 = 423.20 \ rpm$$

Y, considerando el valor experimental reportado de 60 *rpm* se tiene:

$$N_P = 60 \ rpm \left(\frac{0.552}{0.24}\right)^2 = 317.40 \ rpm$$

Al resolver numéricamente la ecuación 3.16 se observa que la velocidad de agitación resulta de un orden de más de 100 veces mayor de acuerdo a los criterios de velocidad de agitación del impulsor y de la relación P/V. Estos valores podrían justificarse debido a que el Reynolds presentado durante el foto-proceso de tratamiento de las vinazas caen en el tipo de régimen turbulento y que por consiguiente si se quisiera mantener un control a través de este adimensional, las velocidades empleadas deben de ser aún mayores lo que aseguraría también este tipo de régimen dentro del foto-proceso escalado, sin embargo, se tendría que considerar la selección correcta del motor.

#### 3.7 Análisis de los resultados

De acuerdo a los cálculos de la velocidad de agitación del impulsor considerando los criterios de escalamiento de la velocidad tangencial de agitación y la relación P/V se puede obtener la región óptima de trabajo considerando la velocidad de agitación como la variable fundamental para el escalado, y es que, la mayor parte del éxito de las corridas de remoción dependen ampliamente de esta variable.

A continuación, la Tabla 3.12 concentra los valores de la velocidad de agitación considerando los tres criterios de escalamiento seleccionados.

Criterio de escalamiento	Valor experimental		Valor optimizado		Observaciones	
	RFDR <sub>M</sub>	<b>RFDR</b> <sub>P</sub>	RFDR <sub>M</sub>	<b>RFDR</b> <sub>P</sub>		
Velocidad tangencial de agitación		26		35	Considerando constante la variable " <i>N</i> " para todo el proceso.	
Potencia por unidad de volumen	60	34	80	46	Considerando la importancia de tratar la cantidad de fluido correspondiente en el RFDR <sub>P</sub> que guarda la similitud geométrica.	
Control a través de Reynolds		423		317	Posible dificultad de trabajar en régimen turbulento considerando el valor de "N" calculado.	

Tabla 3 12	Velocidades c	łÞ	aditación	nara	ച	REDRAN	
1 ania 3.12	velociuaues c	JC.	agilacion	para	ΕI		

De la Tabla 3.12 pudiera considerarse la ampliación de la región óptima de trabajo considerando la velocidad de agitación, sin embargo, este no sería el caso, ya que el *Scale up* involucra la selección de un criterio para poder hacer el escalado.

Pese a esto, la Tabla anterior muestra información interesante acerca de esta variable, y que de manera certera puede ayudar en la selección de la velocidad de rotación idónea, así, pudiera considerarse la recomendación de trabajar en el RFDR<sub>P</sub> a 34 rpm, la ventaja, que se considera a partir de datos experimentales ya reportados en corridas experimentales llevadas a cabo durante 72 horas, pero que también resulta ser un valor coincidente entre la predicción a partir de un valor óptimo y, descartando por el momento el criterio del control a través de Reynolds.

En general, la importancia de la consideración de estos criterios radica también, en el poder hacer una selección adecuada del motor que accionará el sistema de agitación del RFDR<sub>P</sub> y en base a ello realizar un análisis de costos y llevar a cabo dicha selección.

#### 3.8 Consumo de potencia

Respecto a este tema, es importante mencionar que con la gráfica log Re - log Po generada con los datos obtenidos experimentalmente, es posible considerar el cálculo de dos importantes contantes: la constante A para el agitador del RFDR<sub>M</sub> involucrando los fluidos Newtonianos y la constante  $k_s$  involucrando a los fluidos no Newtonianos en lo que respecta al consumo de potencia y en específico del agitador del RFDR<sub>M</sub> en cuestión, sin embargo esta gráfica solo marca el inicio de una nueva investigación en la cual se sugiere el empleo de nuevos fluidos, todos de diferente naturaleza, con los cuales sea posible obtener más puntos útiles para el cálculo de estas constantes y dar un aporte científico en el campo de la mecánica de fluidos, específicamente en el de agitación.

### CONCLUSIONES

# Y RECOMENDACIONES

#### CONCLUSIONES

- La obtención de los parámetros geométricos para el escalamiento del fotoproceso utilizando como modelo el RFDR en su escala laboratorio permitió establecer el diseño de este mismo equipo para su escalamiento a planta piloto, además de que el hecho de "dividir" el RFDR<sub>M</sub> en sus tres partes básicas facilitó la obtención de dichos parámetros.
- El factor a escala hallado fue de 2.3, es decir, un prototipo 1.2.3, el cual representa un aumento de 2.3 veces más grandes las dimensiones lineales del RFDR modelo y el tratamiento de al menos los 80 L (82.833 L para ser exactos) para considerarse en escala de planta piloto.
- Para la obtención de los parámetros cinemáticos y dinámicos se consideró necesario hacer un re-diseño y un re-montaje del RFDR con la finalidad de obtener las variables correspondientes involucradas en ambos principios de similitud, dónde la adaptación de un motor de velocidad variable y un dinamómetro fueron pieza clave para el monitoreo de dichas variables.
- Se llevaron a cabo corridas de calibración con ocho fluidos que asemejaran el comportamiento de los tratados en el RFDR considerando y con un amplio rango entre los índices de comportamiento de éstos mismos para considerar el cálculo de las constantes A y k<sub>s</sub> propias del sistema de agitación.
- Las vinazas tratadas en RFDR<sub>M</sub> el presentaron un comportamiento no Newtoniano con características dilatantes (n >1) ajustándose al modelo de ley de potencias o de Otswald de Waele, lo que concuerda con lo citado por Oropeza De la Rosa *et al*, 2017.
- La caracterización reológica tanto de los fluidos de trabajo considerados para la calibración como de las vinazas permitió calcular los valores del número de Reynolds para la obtención de los parámetros cinemáticos, observándose

la existencia de flujos laminar y turbulento, este último en la mayoría de los casos.

- La existencia del flujo turbulento puede justificarse debido al movimiento rotatorio que ejercen los discos que conforman el sistema de agitación, además de que la separación entre éstos es pequeña, aunando a esto que la separación entre las tres etapas (a, b y c) del RFDR<sub>M</sub> y la presencia de tres discos en cada una de ellas no es tan espaciosa.
- El número de Froude, uno de los parámetros cinemáticos, se ve influenciado por la velocidad de agitación; a mayor velocidad el número de Froude toma un valor mayor que numéricamente indica un flujo subcrítico dentro del fotorreactor.
- En cuanto a los parámetros dinámicos de torque y potencia se observa que la velocidad de agitación tiene influencia también en éstos, a mayor velocidad de agitación el torque aumenta, es decir, es mayor la fuerza del motor que se necesita para mover el fluido que se es tratado en el fotorreactor, y para el caso de la potencia sucede los mismo al estar influida por el torque.
- Y, de acuerdo a los dos puntos anteriores la velocidad de agitación, traducida en la rotación de los discos del sistema de agitación del RFDR<sub>M</sub>, resulta ser la variable de interés en el desarrollo de los criterios de escalamiento y cuya selección se hizo en base a las variables que pudieran ser manipulables durante el proceso.
- Con el estudio de los diferentes criterios de escalamiento no solo es posible hacer la selección del criterio adecuado para el foto-proceso, sino también la consideración de acuerdo a financiamientos disponibles y herramientas necesarias para llevar a cabo el escalamiento, quedando evidenciado la multidisciplinariedad de este tema.

#### RECOMENDACIONES

- Se recomienda buscar la posibilidad de mejorar aún más el re-diseño del RFDR<sub>M</sub> considerando la adaptación de un aerómetro para monitorear la aireación que es suministrada al RFDR<sub>M</sub>, con el fin de evaluar la concentración del oxígeno presente, ya que este resulta ser el reactivo limitante para que se lleve a cabo la fotorreacción.
- En relación al punto anterior, se recomienda trabajar sobre un valor que corresponda al k<sub>L</sub>a, al definir este coeficiente será posible considerar el criterio de escalamiento que lo involucra así como también utilizar las ecuaciones correspondientes para sistemas gaseados que involucran las variables Q (gasto volumétrico de aire) y P<sub>g</sub> (Potencia gaseada).
- Se recomienda buscar más fluidos de trabajo que puedan ser utilizados para la calibración y llevar a cabo un análisis estadístico más robusto en el cálculo de las constantes A y k<sub>s</sub>. Por ejemplo, para el caso de la primera constante buscar fluidos Newtonianos con viscosidades más altas para obtener así más puntos y dar así mayor confiabilidad a la constante y en el caso de segunda, fluidos no Newtonianos reológicamente diferentes.
- Considerando el tamaño de los discos del sistema de agitación del RFDR<sub>P</sub>, se recomienda ver la posibilidad de cambiar el tipo de material ya que el vidrio Pírex resulta difícil y delicado al manejarlo, el material que se recomida es un polímero que tenga afinidad con el fotocatalizador TiO<sub>2</sub> empleado.
- En referencia al punto anterior se recomienda considerar la posibilidad de un re-diseño del agitador del fotorreactor en caso de que no exista la posibilidad de adquirir los equipos utilizados para la impregnación del catalizador, esto por el tamaño de los discos del prototipo; o en su caso, buscar y/o aplicar otra técnica de impregnación.

# REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

#### **REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

- Anaya-Durán A. y Pedroza-Flores H. 2008. Escalamiento, el arte de la Ingeniería Química: Plantas piloto, el paso entre el huevo y la gallina. Tecnología, Ciencia, Educación. 23(1):31-39.
- Andreozzi, R., Caprio, V., Insola, A., Marotta, R. 1999. Advanced oxidation processes (AOP) for water purification and recovery. Catal. Today. 53(1):51-59.
- Archard D.A., Marouche M., Boisson H.C. 2006. Hydrodynamics and Metzner-Otto correlation in stirred vessels for yield stress fluids. Chem. Eng. J. 125(1):15-24.
- Bird R.B., Stewart W.E., Lightfoot E.N. 2014. <u>Fenómenos de Transporte.</u> Limusa Wiley. México, D.F.
- COMERCAM. 2016. Informe de año 2016 del Consejo Mexicano Regulador de la Calidad del de Mezcal. <u>http://www.crm.org.mx/informes.html</u>. (Consultada septiembre, 2016).
- Cantú-Lozano, D. 1982. Estudo da Caracterização das Propriedades Reológicas em Caldos de Fermentação. Tese de Mestrado em Engenharia de Alimentos. UNICAMP. Brasil.
- Cantú-Lozano, D., Rao M.A., Gasparetto C.A. 2000. Rheological Properties of Non-cohesive Apple dispersión with helical and vane impellers: Effect of concentration and particle size. J. Food Process Eng. 23(1):373-385.
- Domenech X., Jardim W.F., Litter M.I. (2001). <u>Eliminación de contaminantes</u> por fotocatálisis heterogénea. Colecciones Red CYTED. La Plata, Argentina.

- Dondé Castro M. 2005. <u>Transporte de momentum y calor: Teoría y</u> <u>aplicaciones a la ingeniería de proceso.</u> Ediciones de la Universidad Autónoma de Yucatán. Mérida, Yucatán, México.
- Erazo E.R. y Cárdenas J.L. 2001. Determinación experimental del coeficiente de transferencia de oxígeno (k<sub>L</sub>·a) en un biorreactor batch. Rev. Per. Quim. Ing. Quim. 4(2):22-27.
- Fujishima A., Rao T.N., Tryk D.A. 2000. Titanium dioxide photocatalysis.
   J. Photochem. Photobiol. C: Photochem. Rev. 1(2000):1-21.
- Gabelle J.C., Morchain J., Anne A.D., Augier F., Liné A. 2013. Experimental determination of the shear rate in a stirred tank with a non-newtonian fluid: Carbopol. AIChE J. 59(6):2251-2266.
- Gill N.K., Appleton M., Baganz F. y Lye G.J. 2008. Quantification of power consumption and oxygen transfer characteristics of a stirred miniature bioreactor for predictive fermentation Scale-up. Biotechnol. Bioeng. 39:164-176.
- Gines P.R.S. 2015. Cálculo de la eficiencia de remoción de fenol en vinazas de mezcal en un reactor fotocatalítico de discos rotativos (RFDR). Tesis de Maestría. Instituto Tecnológico de Orizaba. México.
- Gómez-Arias E., Andaverde J., Santoyo E., Urquiza G. 2009. Determinación de la viscosidad y su incertidumbre en fluidos de perforación usados en la construcción de pozos geotérmicos: aplicación en el campo de Los Humeros, Puebla, México. Rev. Mex. Cienc. Geol. 26(2009):516-529.
- Heldman D.R. y Lund D.B. 2006. <u>Handbook of food engineering.</u> CRC Press.
   Boca Ratón, Florida, USA.

- Leal G.I., Chrinos E., Leal M., Morán H., Barrera W. 2003. Caracterización fisicoquímica de la vinaza de Agave cocui y su posible uso agroindustrial. Multiciencias. 3(2).
- López S. G. 2010. Degradación de fenol en un reactor fotocatalítico de discos rotatorios (RFDR). Tesis de Maestría. Instituto Tecnológico de Orizaba. México.
- Marín G. R. 2003. <u>Fisicoquímica y microbiología de los medios acuáticos:</u> <u>Tratamiento y control de agua.</u> Ediciones Díaz de los Santos. Madrid, España.
- Meléndez J., Castillo S., Peña Y., Yépez T. 2015. Degradación de compuestos fenólicos en efluentes simulados por acción de la enzima lacasa obtenida a partir del hongo *Pleurotus Ostreatus*. UCLA-Venezuela.
- Montalvo-Romero C., Aguilar-Ucán. C.A., Cantú-Lozano, D. 2015. <u>Catálisis y</u> medio ambiente. Ediciones de la Academia de Catálisis. México, D.F.
- Montalvo-Romero. C., Aguilar-Ucán. C.A., Cerón-Bretón. J.G., Cantú-Lozano
   D. 2012. <u>Tópicos selectos de Ingeniería Química.</u> Ediciones de la Universidad Autónoma del Carmen. Ciudad del Carmen, Campeche, México.
- NOM-070-SCFI-1994. <u>Bebidas alcohólicas-Mezcal-Especificaciones.</u> Diario Oficial de la Federación, México, D.F.
- Oropeza, R.E. 2013. Cálculo de la eficiencia de remoción fotocatalítica de fenol en residuo del proceso de bioetanol (vinazas). Tesis de Maestría. Instituto Tecnológico de Orizaba. México.
- Oropeza-De la Rosa, E., López-Ávila, L.G., Luna-Solano, G., Cantú-Lozano, D. 2017. Bioethanol production process rheology. Ind. Crops Prod. 106(2017):59-64.

- Perry, Robert H., Green, Don W. Maloney, James O. 2010. <u>Manual de</u> <u>Ingeniero Químico.</u> McGraw-Hill. Madrid, España.
- Platas-Barradas O. 2011. Criteria for bioreactor comparison and operation standardisation during process development for mammalian cell culture. BMC Proceedings, 5(8):47.
- ProMéxico. 2014. Mezcal, bebida orgullosamente mexicana. México, D.F. <u>https://www.gob.mx/promexico.</u> (Consultada septiembre, 2016).
- Quintero R. R. 1981. <u>Ingeniería Bioquímica: Teoría y aplicaciones.</u> Editorial Alhambra Mexicana S.A. de C.V. México, D.F.
- Ramales Osorio, M.C. y Ortiz Bravo E.G. 2010. El proceso de elaboración del mezcal y la importancia económica de la industria. Revista académica de economía.
- Ramírez Navas J.S. 2006. <u>Introducción a la reología de los alimentos.</u> Ediciones ReCiTelA de la Universidad del Valle. Colombia.
- Rushton, J.H., Costich, E.W., Everett, H.J. 1950. Power characteristics of mixing impellers. Chem. Eng. Prog. 46(8):395-404.
- Sarria V., Parra S., Rincón A., Pulgarín C., Torres R. 2005. Nuevos sistemas electroquímicos y fotoquímicos para el tratamiento de aguas residuales y de bebida. Rev.Colomb.Quim. 34(2):161-173.
- Shanbghazani M., Heidarpour V., Mirzaee I. 2009. Computer-Aided Analysis of Flow in a Rotating Single Disk. World Academy of Science, Engineering and Technology. 58(2009): 160-163.
- Sohrab S.H. 2002. A Modified Theory of Laminar Flow Near a Rotating Disk. Department of Mechanical Engineering. Northwestern University, Evanston, Illinois, USA.
- Steffe, J.F. 1996. <u>Rheological Methods in Food Process Engineering.</u> Freeman Press. USA.
- Villalobos-Castillejos F. 2009. Disminución de la materia orgánica biodegradable presente en vinazas mezcaleras mediante digestión anaerobia. Tesis de grado. Universidad Tecnológica de la Mixteca. México.
- Zlokarnik M. 2006. <u>Scale-up in Chemical Engineering</u>. Wiley-VCH Verlag GmbH &Co. KGaA. Alemania.