



# Centro Universitario de la Defensa en la Escuela Naval Militar

## TRABAJO FIN DE GRADO

*Construcción de un reactor tubular de oxidación fotoquímica a escala de laboratorio para depuración de aguas de buques con residuos MARPOL*

## Grado en Ingeniería Mecánica

**ALUMNO:** Manuel Cervera Sáenz de Santa María

**DIRECTORES:** Santiago Urréjola Madriñán

Claudio Cameselle Fernández

Susana Gouveia

**CURSO ACADÉMICO:** 2020-2021

Universida<sub>de</sub>Vigo





# Centro Universitario de la Defensa en la Escuela Naval Militar

## TRABAJO FIN DE GRADO

*Construcción de un reactor tubular de oxidación fotoquímica a escala de laboratorio para depuración de aguas de buques con residuos Marpol*

**Grado en Ingeniería Mecánica**  
Intensificación en Tecnología Naval  
Cuerpo General

Universida<sub>de</sub>Vigo



## **RESUMEN**

Los procesos convencionales de tratamiento de aguas, en muchas ocasiones, no garantizan la completa eliminación de los contaminantes presentes en éstas. Los métodos fotoquímicos, no siendo una de las opciones más populares, parecen presentar unas características potencialmente letales contra las sustancias más tóxicas y difíciles de eliminar. Continuando con la línea de investigación comenzada en nuestro centro en el curso 2018-2019, en este trabajo se propuso el diseño, construcción y pruebas de un reactor tubular de oxidación fotoquímica para su aplicación como planta piloto a escala de laboratorio para depuración de aguas de buques con residuos MARPOL.

Basado en los resultados de TFG previos, en los que se estudió la oxidación fotoquímica de manera estática a escala de laboratorio, a lo largo de este trabajo hemos desarrollado diseños, los cuales fueron optimizados y ajustados a nuestros requerimientos y circunstancias. Llevamos a ejecución varios prototipos, que fueron del mismo modo probados y perfeccionados hasta consumir en un dispositivo capaz de degradar contaminantes por medio de esta prometedora tecnología.

Gracias a nuestro esfuerzo, se dispone de una planta en la que poder realizar posteriores investigaciones en el ámbito de la oxidación fotoquímica. Futuras mejoras se deberán realizar sobre el reactor con el fin de dotarlo de una mayor versatilidad, precisión y monitorización de los procesos.

## **PALABRAS CLAVE**

Reactor, MARPOL, Luz Ultravioleta, Ozono, Oxidación Fotoquímica.

# AGRADECIMIENTOS

Quiero comenzar dándoles las gracias a todos aquellos que han colaborado conmigo específicamente en el desarrollo de este trabajo. A mis tutores, en especial al señor Urréjola, por haber sido apoyo incondicional y trabajado codo con codo conmigo, ayudándome con su saber y su experiencia. A mi amigo y compañero de proyecto Guillermo Maza Fernández, por acompañarme siempre y transformar incluso los momentos más duros y de incertidumbre en amenos y joviales. A mi padre, por todas las preguntas que me ha resuelto y todas las horas de conversación comentando mi proyecto al teléfono. A mi madre, por facilitarme documentación del ministerio de defensa y dejarme hacer uso de su experiencia, que tanta ayuda me ha brindado. Al Capitán de Corbeta Molina, Paco, por inspeccionar mis diseños y aconsejarme. A Montserrat Pérez, Montse, por atender mis peticiones y facilitarme el contacto del catedrático Manuel Manzano Quiñones. A Manuel, catedrático de la UCA, por su constante predisposición a ayudarme. Al señor Molares, profesor y compañero de laboratorio, por el interés y profesionalidad que siempre ha mostrado y por la ayuda que me ha proporcionado. A la señora Maceiras, por los consejos que me ha dado a lo largo de esta investigación. A la señora Devesa, por ayudarnos a configurar los instrumentos de medida. A mi amigo Quique, por dejarme hacer uso de su material. A mi amiga Ida, por resolver todas mis dudas en el ámbito del tratamiento de aguas.

Este trabajo representa un pico, tal vez el apogeo (aunque nunca se sabe) de mi desarrollo académico. Es por esta razón que quiero mencionar así mismo, aunque sea de forma general, a todos los que han aportado su granito de arena para que yo esté hoy donde estoy. A mis padres, que han sacrificado tanto su vida personal como profesional por mí. A mis abuelos y a mi familia en su cómputo global. A mis compañeros y amigos, especialmente Nacho, Álvaro, Cristina y Andrea. A todos mis profesores, especialmente aquellos dedicados de corazón a su labor. A mis tutores espirituales, que siempre han buscado que crezca para ser una mejor persona. En definitiva, a todos aquellos que hayan contribuido para acrecentar mi formación personal y profesional. A todos ellos, gracias.

## CONTENIDO

Contenido .....	1
Índice de Figuras .....	3
Índice de Tablas.....	7
1 Introducción y objetivos .....	8
1.1 Motivación del TFG.....	8
1.1.1 Introducción.....	8
1.1.2 ¿Por qué oxidación fotoquímica? .....	10
1.1.3 Interés para la humanidad .....	11
1.1.4 Interés para la Armada Española .....	12
1.1.5 Interés para la investigación y el desarrollo .....	12
1.2 Objetivos .....	13
2 Estado del arte .....	14
2.1 Experimentación a escala de laboratorio .....	14
2.1.1 ¿En qué consiste el método científico?.....	14
2.1.2 Diseño de experimentos.....	14
2.2 Tratamiento de aguas .....	16
2.2.1 Clasificación general de las masas de agua .....	16
2.2.2 Contaminación de las aguas.....	17
2.2.3 MARPOL.....	17
2.2.4 Procesos para tratamiento de las aguas.....	18
2.3 Proceso de oxidación fotoquímica .....	19
2.3.1 Tecnologías de Oxidación Avanzada .....	20
2.3.2 Procesos de degradación UV/O3 .....	21
2.3.3 Combinación UV/O3 [24] .....	23
2.4 Ejemplo de reactores de oxidación fotoquímica .....	24
3 Desarrollo del TFG.....	26
3.1 Diseño, construcción y prueba. ....	27
3.1.1 Metodología de la etapa de diseño, construcción y prueba. ....	28
3.1.2 Inicio .....	29
3.1.3 Primer establecimiento de requerimientos.....	37
3.1.4 Primer diseño .....	39
3.1.5 Segundo establecimiento de requisitos .....	43
3.1.6 Segundo diseño .....	46

3.1.7 Tercer diseño .....	51
3.1.8 Primer prototipo.....	58
3.1.9 Primera prueba.....	62
3.1.10 Tercer establecimiento de requerimientos .....	64
3.1.11 Cuarto diseño .....	66
3.1.12 Segundo prototipo.....	69
3.1.13 Segunda prueba.....	80
3.2 Validación experimental. ....	85
3.2.1 Material necesario.....	85
3.2.2 Elección de los experimentos .....	85
3.2.3 Disolución de sulfato de cobre. ....	86
3.2.4 Disolución de índigo carmín.....	90
4 Resultados .....	95
4.1 Reactor tubular de oxidación fotoquímica .....	95
4.1.1 Representaciones gráficas del reactor .....	95
4.1.2 Elementos del reactor .....	97
4.1.3 Posibilidades del reactor .....	98
4.1.4 Configuración y uso del reactor.....	98
4.2 Resultados de la validación experimental .....	99
4.2.1 Ensayo con sulfato de cobre .....	100
4.2.2 Ensayo con índigo carmín .....	100
5 Conclusiones y líneas futuras .....	102
5.1 Conclusiones .....	102
5.2 Líneas futuras .....	102
6 Bibliografía.....	103
Anexo I: Parámetros característicos del agua.....	107
Anexo II: muestras de la validación experimental .....	111

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1-1. Residencia para el baño en Mohenjo-Daro, Pakistán [3].	9
Figura 1-2. Infografías OMS.	10
Figura 1-3. Objetivos de desarrollo sostenible ONU [7].	11
Figura 2-1. Etapas del diseño de experimentos [9].	16
Figura 2-2. Esquema de la reacción de fotólisis.	21
Figura 2-3. Reacción entre el phenol y el ozono [2].	22
Figura 2-4. Reacción directa y por radicales en presencia de ozono [23].	22
Figura 2-5. Ejemplo de reactor de oxidación fotoquímica 1 [25].	24
Figura 2-6. Ejemplo de reactor de oxidación fotoquímica 2 [26].	25
Figura 2-7. Ejemplo de reactor de oxidación fotoquímica 3 [27].	25
Figura 3-1. Diagrama de flujo de la metodología de la etapa de diseño, construcción y prueba.	28
Figura 3-2. Apartado de la metodología de la etapa de diseño, construcción y prueba en el que nos encontramos.	29
Figura 3-3. Esterilizador UV.	31
Figura 3-4. Generador de ozono.	32
Figura 3-5. Apartado de la metodología de la etapa de diseño, construcción y prueba en el que nos encontramos.	37
Figura 3-6. Apartado de la metodología de la etapa de diseño, construcción y prueba en el que nos encontramos.	39
Figura 3-7. Esquema del primer diseño.	39
Figura 3-8. Representación válvula de tres vías.	40
Figura 3-9. Configuración número 8 simplificada.	41
Figura 3-10. Apartado de la metodología de la etapa de diseño, construcción y prueba en el que nos encontramos.	43
Figura 3-11. Apartado de la metodología de la etapa de diseño, construcción y prueba en el que nos encontramos.	46
Figura 3-12. Esquema diseño preliminar 2.	47
Figura 3-13. Válvula de tres vías.	48
Figura 3-14. Patrón de emisión de la lámpara de luz UV.	50
Figura 3-15. Apartado de la metodología de la etapa de diseño, construcción y prueba en el que nos encontramos.	50
Figura 3-16. Apartado de la metodología de la etapa de diseño, construcción y prueba en el que nos encontramos.	51
Figura 3-17. Esquema diseño preliminar 3.	51
Figura 3-18. Esquema en perspectiva diseño preliminar 3.	52

Figura 3-19. Esquema simplificado de los tanques con sus bombas.....	53
Figura 3-20. Intercambiador de ozono. ....	55
Figura 3-21. Diseño compacto. ....	56
Figura 3-22. Tercer diseño modificado. ....	57
Figura 3-23. Esquema en perspectiva diseño preliminar 3 modificado. ....	57
Figura 3-24. Apartado de la metodología de la etapa de diseño, construcción y prueba en el que nos encontramos. ....	58
Figura 3-25. Tanque de agua. ....	59
Figura 3-26. Bomba de agua. ....	59
Figura 3-27. Tubos. ....	60
Figura 3-28. Válvula de tres vías.....	60
Figura 3-29. Diseño esquemático prototipo número 1. ....	61
Figura 3-30. Circuito. ....	61
Figura 3-31. Montaje del primer prototipo.....	62
Figura 3-32. Apartado de la metodología de la etapa de diseño, construcción y prueba en el que nos encontramos. ....	62
Figura 3-33. Circuito dispuesto en la configuración número 8. ....	63
Figura 3-34. Resultados de la medición de caudal en el prototipo número 1. ....	63
Figura 3-35. Apartado de la metodología de la etapa de diseño, construcción y prueba en el que nos encontramos. ....	64
Figura 3-36. Apartado de la metodología de la etapa de diseño, construcción y prueba en el que nos encontramos. ....	66
Figura 3-37. Cuarto diseño. ....	67
Figura 3-38. Cuarto diseño en perspectiva. ....	68
Figura 3-39. Apartado de la metodología de la etapa de diseño, construcción y prueba en el que nos encontramos. ....	69
Figura 3-40. Generador de ozono.....	70
Figura 3-41. Caja del esterilizador UV. ....	71
Figura 3-42. Elementos del esterilizador UV.....	72
Figura 3-43. Carcasa de acero (2) inoxidable con los soportes colocados. ....	72
Figura 3-44. Tubo de cuarzo (1) siendo introducido en el interior de la carcasa de acero inoxidable (2). ....	73
Figura 3-45. Extremos del tubo de cuarzo (1). ....	73
Figura 3-46. Extremos del tubo de cuarzo (1) con las juntas de sellado (4) colocadas.....	73
Figura 3-47. A la derecha, extremo de la carcasa de acero inoxidable (2) donde se encuentra el extremo del tubo de cuarzo (1) que está abierto. A la izquierda, cubierta perforada (5). ....	74
Figura 3-48. A la izquierda, extremo de la carcasa de acero inoxidable (2) donde se encuentra el extremo del tubo de cuarzo (1) que está cerrado. A la izquierda, la cubierta no perforada (5). ....	74

Figura 3-49. Carcasa de acero inoxidable (2) con las cubiertas (5) colocadas.....	75
Figura 3-50. Fuente de potencia (7) y lámpara de luz ultravioleta (3).....	75
Figura 3-51. Lámpara de luz ultravioleta (3) siendo introducida dentro del tubo de cuarzo (1).....	75
Figura 3-52. Cubierta perforada (5) cerrada por el protector de goma negra de la fuente de potencia (7).....	76
Figura 3-53. Esterilizador UV completamente montado.....	76
Figura 3-54. Carcasa del circuito eléctrico de la fuente de potencia (7).....	77
Figura 3-55. Primer elemento a la derecha y segundo a la izquierda.....	78
Figura 3-56. Conjunto del esterilizador UV montado al completo.....	78
Figura 3-57. Reactor tubular de oxidación fotoquímica.....	79
Figura 3-58. Apartado de la metodología de la etapa de diseño, construcción y prueba en el que nos encontramos.....	80
Figura 3-59. Prueba de caudal.....	81
Figura 3-60. Medida del caudal sin válvula.....	82
Figura 3-61. Distribución de la posibilidad de caudales.....	82
Figura 3-62. Lámpara UV encendida.....	83
Figura 3-63. Apartado de la metodología de la etapa de diseño, construcción y prueba en el que nos encontramos.....	83
Figura 3-64. Sulfato de cobre pentahidratado [32].....	86
Figura 3-65. 50 gramos de sulfato de cobre.....	87
Figura 3-66. Tanque de agua contaminado con sulfato de cobre.....	87
Figura 3-67. Spekol 1500.....	88
Figura 3-68. Pico de absorbancia en los 600 nm.....	88
Figura 3-69. Disoluciones de sulfato de cobre de izquierda a derecha de más a menos concentración.....	89
Figura 3-70. Disoluciones de sulfato de cobre con amoniaco.....	89
Figura 3-71. Recta de calibrado para el sulfato de cobre.....	90
Figura 3-72. Molécula de índigo carmín [5].....	90
Figura 3-73. Índigo carmín en la balanza.....	91
Figura 3-74. Tanque de agua contaminado con índigo carmín.....	92
Figura 3-75. Disoluciones de índigo carmín de izquierda a derecha de más a menos concentración.....	92
Figura 3-76. Pico de absorbancia en los 611 nm.....	93
Figura 3-77. Recta de calibrado para el sulfato de cobre.....	93
Figura 4-1. Diseño esquemático.....	95
Figura 4-2. Diseño en perspectiva.....	96
Figura 4-3. Reactor tubular de oxidación fotoquímica.....	97

Figura 4-4. Distribución de la posibilidad de caudales. ....	99
Figura 4-5. Resultados prueba con sulfato de cobre. ....	100
Figura 4-6. Resultados prueba con índigo carmín. ....	100
Figura 4-7. Apreciación cualitativa, de izquierda a derecha, de la disminución de contaminante. ....	101
Figura A1-0-1. Anexo I Real Decreto 140/2003. ....	107
Figura A1-0-2. Anexo I Real Decreto 140/2003. ....	107
Figura A1-0-3. Anexo I Real Decreto 140/2003. ....	107
Figura A1-0-4. Anexo I Real Decreto 140/2003. ....	108
Figura A1-0-5. Anexo I Real Decreto 140/2003. ....	108
Figura A1-0-6. Anexo I Real Decreto 140/2003. ....	109
Figura A1-0-7. Anexo I Real Decreto 140/2003. ....	109
Figura A1-0-8. Anexo F Instrucción Técnica 05/2019. ....	109
Figura A1-0-9. Anexo F Instrucción Técnica 05/2019. ....	110
Figura A1-0-10. Anexo F Instrucción Técnica 05/2019. ....	110

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2-1. Tecnologías Avanzadas de Oxidación [20]. .....	20
Tabla A2-1. Resultados ensayo sulfato de cobre.....	111
Tabla A2-2. Resultados ensayo índigo carmín.....	113

# 1 INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS

El objetivo de este trabajo es el diseño, construcción y prueba de un reactor tubular de oxidación fotoquímica a escala de laboratorio como planta piloto, para la depuración de aguas de buques con residuos MARPOL. Este trabajo de investigación se dividirá en 7 puntos principales. Comenzaremos en el que nos encontramos en este instante, la introducción y objetivos, en el que, entre otras cuestiones, se contextualizará el trabajo y se presentarán los objetivos a perseguir. En el segundo punto, se hará una recopilación de la información más reseñable disponible en el ámbito de la investigación. En el tercer punto, corazón de este proyecto, se dará a conocer todo el trabajo realizado por nuestro equipo en el dominio del diseño, construcción y pruebas de nuestro reactor. En el cuarto punto, se expondrán los resultados obtenidos tras la finalización de este trabajo. En el quinto punto, se indicarán las conclusiones obtenidas y las líneas futuras que anhelamos sean seguidas para la continuación de esta línea de investigación. En el sexto punto, se informará de la bibliografía consultada a lo largo de todo el trabajo. Para terminar, el séptimo punto contará con anexos con información de utilidad para este y futuros trabajos.

## 1.1 Motivación del TFG

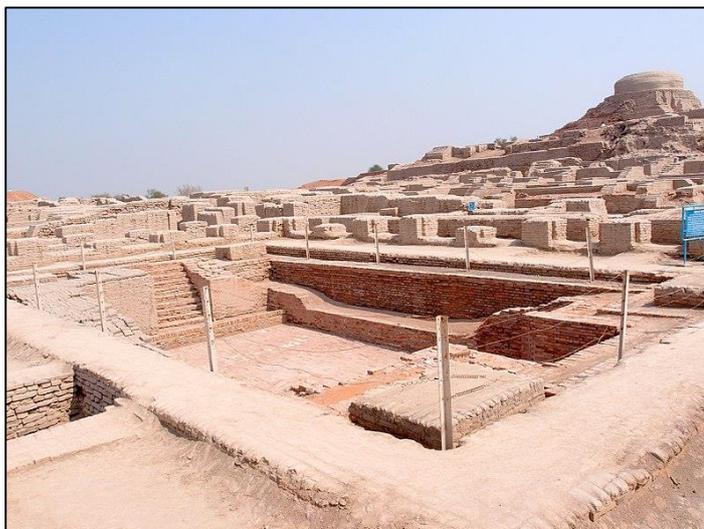
A lo largo de este primer punto, se contextualizará el trabajo. Se justificará la elección de la oxidación fotoquímica como tecnología a estudiar y a desarrollar. Se argumentarán los beneficios que nuestra investigación proporcionará a la humanidad, a la Armada española y al ámbito de la investigación y desarrollo. Por último, se darán a conocer los objetivos a perseguir durante el transcurso de este trabajo.

### 1.1.1 Introducción

El agua es una de las moléculas más importantes y peculiares que nos podemos encontrar. En palabras de Martin F. Chaplin, profesor en el Applied Sciences at London South Bank University, *“aunque normalmente la percibimos como algo bastante ordinario, el agua es la sustancia más singular”*.

La vida, tal y como la conocemos, sería imposible sin agua. Es el medio de sustento para todo tipo de proteínas y ácidos nucleótidos. Realiza funciones básicas en el metabolismo de los seres vivos. De hecho, cualquier tipo de organismo consiste principalmente de agua. En el caso particular del ser humano, el agua constituye aproximadamente dos tercios de la materia que nos conforma [1].

Desde los propios orígenes de la civilización humana, el tratamiento de agua ha jugado un rol de vital importancia en nuestras vidas. Hace ya 7000 años, en Jericó, la que se considera a día de hoy la primera ciudad de la humanidad, el agua era almacenada en pozos para su posterior distribución [2].



**Figura 1-1. Residencia para el baño en Mohenjo-Daro, Pakistán [3].**

Los indicios arqueológicos indican que la civilización griega, que nació hace 4900 años, fue la primera en preocuparse por los problemas derivados con respecto a la calidad del agua, construyendo depósitos aireados con el objetivo de purificarla. El agua contaminada tras su uso y el agua de lluvia también eran canalizadas para ser retiradas [2].

La concepción del método científico, hace aproximadamente 500 años, marcó un antes y un después en la historia del desarrollo humano, sembrando la semilla del progreso exponencial en el que vivimos aun a día de hoy. En el ámbito del tratamiento de aguas, este crecimiento se materializó en Paisley, Escocia, en 1804, convirtiéndose esta ciudad en la primera en contar con un sistema de suministro de agua potable [2].

Gracias a la investigación científica, que ha dado lugar a los mayores descubrimientos de la naturaleza del mundo que nos rodea, contamos a día de hoy con sistemas de depuración que nos permiten variar los distintos parámetros característicos del agua, modificándolos hasta los valores que anhelemos.

Como podemos comprobar, el interés en contar con agua de calidad ha estado presente desde el mismo nacimiento de las civilizaciones, y la razón es trivial: una buena gestión de las aguas es sinónimo de higiene y salud. Las aguas contaminadas son fuente de enfermedades, plagas, destrucción de la biodiversidad y escasez de agua potable, entre otros.

Estos son algunos de los datos y cifras que presenta la Organización Mundial de la Salud con respecto al agua [4]:

- En 2015, el 71% de la población mundial (5200 millones de personas) utilizaban un servicio de suministro de agua potable gestionado de forma segura, es decir, ubicado en el lugar de uso, disponible cuando se necesitaba y no contaminado.
- El 89% de la población mundial (6500 millones de personas) utilizaba al menos un servicio básico, es decir, una fuente mejorada de suministro de agua potable para acceder a la cual no era necesario un trayecto de ida y vuelta superior a 30 minutos.
- 844 millones de personas carecen incluso de un servicio básico de suministro de agua potable, cifra que incluye a 159 millones de personas que dependen de aguas superficiales.
- En todo el mundo, al menos 2000 millones de personas se abastecen de una fuente de agua potable que está contaminada por heces.

- El agua contaminada puede transmitir enfermedades como la diarrea, el cólera, la disentería, la fiebre tifoidea y la poliomielitis. Se calcula que la contaminación del agua potable provoca más de 502 000 muertes por diarrea al año.
- En los países menos adelantados, el 22% de los centros sanitarios carecen de fuentes de agua, el 21% de servicios de saneamiento, y el 22% de servicios de gestión de desechos.



Figura 1-2. Infografías OMS.

Por lo tanto, como se puede derivar de lo anterior, la preocupación por el acceso a agua de calidad y el posterior tratamiento de la residual sigue siendo un problema muy presente en la vida de muchas personas aún a día de hoy. Toda la investigación que se realice en este aspecto será, de una forma u otra, de gran ayuda para esta empresa, pues presentará soluciones variadas que se podrán ajustar a las circunstancias y necesidades de los afectados en cuestión y a cada uno de los escenarios posibles.

### 1.1.2 ¿Por qué oxidación fotoquímica?

Los procesos convencionales de tratamiento de aguas, en muchas ocasiones, no garantizan la completa eliminación de los contaminantes presentes en ésta. En las estaciones de purificación, los procedimientos más empleados son los físicos y los biológicos, debido a su sencillez y buena eficacia. Sin embargo, los métodos fotoquímicos no son tan populares, principalmente debido a su relativa complejidad. No obstante, estos últimos parecen presentar unas características potencialmente letales contra las sustancias más tóxicas y difíciles de eliminar [5].

En un esfuerzo por contrastar la aparente efectividad de la oxidación fotoquímica, el Centro Universitario de la Defensa ha desarrollado dos trabajos de investigación en la materia. El primero de ellos, elaborado por Lorenzo Rebollo Mateos durante el curso académico 2018-2019 [5], exploró la aplicación tecnológica de la oxidación fotoquímica para la descontaminación del agua de la dársena del puerto, con excelentes resultados. El segundo, desarrollado por Alejandro Mackinlay Hidalgo durante el curso 2019-2020 [6], trató sobre la eliminación de contaminantes en aguas sanitarias por medios fotoquímicos, mostrando, del mismo modo, sobresalientes resultados.

La ambición de contar con un reactor tubular de oxidación fotoquímica a escala de laboratorio nace fundamentalmente con el objetivo de facilitar y normalizar el proceso de experimentación en el ámbito de la descontaminación por dicho método, en vista de continuar la línea de investigación existente en la materia, dando pie a la posibilidad de realizar múltiples ensayos con distintas configuraciones, parámetros, contaminantes, etcétera.

### 1.1.3 Interés para la humanidad

Si existe una organización que tenga presente en mente los problemas más importantes a los que se enfrenta la raza humana, esa es la Organización de las Naciones Unidas. Uno de sus departamentos de más relevancia, el de Asuntos Económicos y Sociales, sintetiza sus inquietudes en los 17 objetivos de desarrollo sostenible.



Figura 1-3. Objetivos de desarrollo sostenible ONU [7].

De los 17 objetivos que persigue la organización, varios están estrechamente relacionados con la línea de investigación de este trabajo, entre ellos:

- Objetivo 3, salud y bienestar.
- Objetivo 6, agua limpia y saneamiento.
- Objetivo 9, industria, innovación e infraestructura.
- Objetivo 13, acción por el clima.
- Objetivo 14, vida submarina.
- Objetivo 15, vida de ecosistemas terrestres.

El tener acceso a una fuente de agua potable, segura y limpia es uno de los pilares fundamentales de cualquier comunidad para poder garantizar la salud y bienestar de sus miembros (objetivo 3 y objetivo 6). La investigación e innovación en este ámbito ofrecerá soluciones que se adapten a las necesidades del mundo contemporáneo (objetivo 9). La naturaleza del reactor lo convierte en un sistema perfectamente compatible con el desarrollo sostenible (objetivo 13). Una buena gestión del agua no influye solo al ser humano, también afecta directamente al progreso de la vida submarina y a la vida de los ecosistemas terrestres (objetivo 14 y objetivo 15).

### *1.1.4 Interés para la Armada Española*

La naturaleza de la Armada española la convierte en una organización estrechamente e inevitablemente ligada con el agua. Al contrario que la mayoría de instituciones, la Armada tiene que plantearse problemas tan básicos pero imprescindibles para el cumplimiento de su misión como lo puede ser la obtención de agua potable para sus dotaciones y el tratamiento de la ya usada.

Que la Armada cuente con documentación elaborada por sus propios miembros sobre tratamiento de aguas enfocado a sus necesidades específicas es la razón de ser principal de esta línea de investigación. Tal y como se especifica en el título de este trabajo, el objetivo es evaluar la efectividad de la oxidación fotoquímica como solución a implantar en los buques con residuos Marpol. Más adelante, se introducirá este convenio y su relación con este trabajo.

El abanico de escenarios para los que este sistema puede ser de ayuda en el ámbito de la Armada Española es amplísimo. Ya ha sido testada su validez a la hora de descontaminar el agua de la dársena del puerto y a la hora de eliminar contaminantes en aguas sanitarias. Otras aplicaciones a estudiar podrían ser:

- Sistema de descontaminación de agua fijo en los depósitos de los buques.
- Sistema de descontaminación de agua fijo en los depósitos en tierra.
- Sistema de descontaminación de agua móvil para despliegues de Infantería de Marina.
- Efectividad de la oxidación fotoquímica para erradicar compuestos específicos.
- Impacto de la oxidación fotoquímica en el medio ambiente.

Poder producir agua de calidad en la mar es una capacidad indispensable para que los buques puedan prolongar sus misiones en el tiempo. De otra manera, el desarrollo de la misión dependería del agua con la que éstos salieran a la mar. Si hay un sistema de producción de agua potable que predomine en los grandes buques de la Armada, ese son las plantas de osmosis inversa. La eficacia de éstas es tal que retienen del 91% al 99% de todos los elementos minerales disueltos, del 94% al 99% de la mayoría de elementos orgánicos y el 100% de las meterías coloidales más finas, como virus, bacterias o sílice coloidal. Sin embargo, la calidad del agua no está asegurada, pues no son las plantas de osmosis el único origen del agua que acaba en los tanques para consumo de la dotación. Muchas veces, esta es embarcada desde el puerto en el que se encuentre el buque, y si está contaminada a la hora de introducirla, poco se puede hacer en la mar. Una opción completamente viable para poder asegurar la potabilidad del agua sería la incorporación de una planta de oxidación fotoquímica [6].

### *1.1.5 Interés para la investigación y el desarrollo*

Las universidades son una de las grandes y más importantes instituciones de nuestra época. Desde su nacimiento, han crecido, propagado y especializado, dando lugar a una amplia variedad de centros expertos en todo tipo de materias, tales como arte, ingeniería, humanidades, etcétera. A pesar de la gran diversidad de escuelas, todas ellas comparten un propósito común, que es el mantener, transmitir y enriquecer el conocimiento. El Centro Universitario de la Defensa no es excepción en esta empresa, y un reactor tubular de oxidación fotoquímica a escala de laboratorio favorecería a fortalecer este objetivo.

Para la construcción del reactor, ha sido fundamental recabar información sobre el estado del arte de la materia. La consecuencia inevitable es que todo ese conocimiento ha sido condensado en los dos trabajos anteriores, y forma ya parte del archivo de TFG realizados en el CUD. Este trabajo, del mismo modo, contribuirá a acrecentar el saber.

Así mismo, la construcción del reactor constituirá una herramienta de enorme valor para poder mostrar a los alumnos alguno de los muchos procesos a los que es sometida el agua en su ciclo de tratamiento, sirviéndoles como introducción en este ámbito. Podría formar parte de la enseñanza impartida en asignaturas como física, química, tecnología medioambiental y máquinas de fluidos, entre otras.

Por último, se debe de considerar que el objetivo último del reactor es que el CUD cuente con un modelo a escala de laboratorio en él, y que tanto alumnos como profesores puedan realizar distintos ensayos con distintas configuraciones midiendo distintos parámetros, con la finalidad de aumentar los conocimientos sobre la efectividad de la oxidación fotoquímica como proceso de purificación del agua.

Es por todos los motivos expuestos anteriormente que el diseño y construcción de un reactor tubular de oxidación fotoquímica a escala de laboratorio será una adquisición de gran transcendencia para el CUD, favoreciendo el mantenimiento, transmisión y enriquecimiento del conocimiento.

## 1.2 Objetivos

El objeto principal que persigue este trabajo de fin de grado es el diseño, construcción y prueba de un reactor tubular de oxidación fotoquímica a escala de laboratorio sobre el que se puedan realizar ensayos. Los objetivos específicos son:

1. Justificar la disposición de los elementos del reactor.
2. Preparar dos disoluciones para realizar ensayos.
  - Agua contaminada con metales.
  - Agua contaminada con materia orgánica.
3. Comprobar el correcto funcionamiento del sistema.
  - Tomar medidas de los parámetros característicos de las disoluciones.
  - Obtener las conclusiones pertinentes en base a los resultados obtenidos.
4. Plantear distintas configuraciones/experimentos para realizar futuros ensayos con el reactor.

## 2 ESTADO DEL ARTE

En este punto, se presentará la información que hemos considerado más reseñable en el ámbito de nuestro trabajo. Comenzaremos introduciendo el concepto de experimentación a escala de laboratorio. Continuaremos analizando distintos procesos de tratamientos de aguas y alguna de las clasificaciones en las que ésta puede incluirse. Seguidamente, profundizaremos en las tecnologías de oxidación fotoquímica y en su naturaleza de acción y, por último, mostraremos algunos ejemplos de reactores de oxidación empleados en investigaciones ajenas.

### 2.1 Experimentación a escala de laboratorio

En este punto, se hará una breve introducción al método científico, modelo de referencia a lo largo de nuestro trabajo y, a continuación, se introducirá una metodología para el diseño de experimentos, en la que hemos basado el procedimiento de diseño de nuestra planta piloto.

#### 2.1.1 *¿En qué consiste el método científico?*

El método científico es un método de investigación usado principalmente en la producción de conocimiento en las ciencias. [8]. Se caracteriza por seguir unas etapas específicas, que son:

1. Planteamiento del problema.
2. Formulación de la hipótesis.
3. Recogida y análisis de datos.
4. Contrastar la hipótesis.
5. Conclusiones.
6. Nuevas predicciones.

El punto de mayor interés a la hora de diseñar el reactor tubular de oxidación fotoquímica es el de recogida y análisis de datos. Muchas disciplinas científicas, entre ellas la química, se basan en la experimentación para poder llevar a cabo de manera fructífera este paso del método. El diseñar el experimento correctamente es fundamental para el buen funcionamiento del método. Un experimento diseñado inadecuadamente puede llegar a llevarnos a conclusiones erróneas.

#### 2.1.2 *Diseño de experimentos*

Como se ha mencionado anteriormente, el objetivo de este trabajo es el diseño, construcción y prueba de un reactor tubular de oxidación fotoquímica a escala de laboratorio. Aproximaremos la solución de este problema a través de una planta piloto, es decir, un dispositivo que realiza un proceso determinado a escala reducida. El fin que se persigue al diseñar y construir una planta piloto es obtener información sobre un determinado proceso físico o químico, que permita determinar si éste es técnicamente viable, así como establecer los parámetros de operación óptimos de dicho proceso para el posterior diseño y construcción de la planta a escala industrial.

En su libro *Design and Analysis of Experiments* [9], Montgomery presenta una metodología específica para el diseño de experimentos. Esta consta de 7 etapas [10]:

1. Reconocimiento del problema: El primer paso para realizar el diseño de un experimento es reconocer el problema.
2. Elección de los factores y niveles: Consiste en investigar y proponer cuales son los factores que puede que estén influyendo al problema. Una vez identificados estos factores, deben de clasificarse en primarios, mantenidos constantes y molestos.

Los factores primarios son los que son de interés para la experimentación, y sobre los que se realizarán modificaciones. Los factores mantenidos constantes son aquellos que podrían tener alguna influencia en el problema, pero que no son de interés en el experimento. El tercer tipo de factor son aquellos que por lo general son difíciles de mantener constantes y pueden tener efectos en el problema.

3. Selección de la variable respuesta. Esta es la variable que más nos interesa y sobre la cual evaluamos el experimento. En la práctica, es usual no poder establecer una única respuesta al problema, ya que, por ejemplo, puede que se necesiten optimizar dos variables.
4. Elección del diseño experimental: Establecidos los factores y niveles con los que se quiere experimentar, es necesario seleccionar las condiciones en las que se deben realizar, condiciones experimentales para cada experimento y orden en que estos deben ser realizados. La experiencia y conocimientos teóricos sobre distintos diseños son de gran ayuda en esta etapa; en gran medida, ellos determinan el número de experimentos que se van a realizar [10].
5. Realización de los experimentos: Antes de comenzar a realizar el trabajo de campo, es necesario verificar el buen comportamiento del sistema diseñado. Solo una vez que se verifique, se podrá comenzar con la etapa experimental.
6. Análisis de datos: El análisis de datos es la etapa que requiere mayor conocimiento. Hacer suposiciones erróneas a partir de los datos obtenidos nos llevará a conclusiones erróneas.
7. Conclusiones y recomendaciones: Una vez se hayan concluido los experimentos, son los experimentadores los que tiene que decidir en base a los resultados obtenidos si el diseño del sistema ha cumplido con lo que se exigía de él y, en caso contrario, presentar posibles modificaciones.

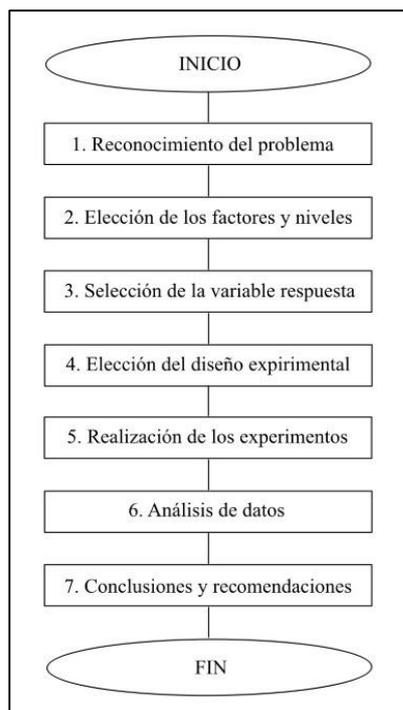


Figura 2-1. Etapas del diseño de experimentos [9].

## 2.2 Tratamiento de aguas

En este punto, se plasman de forma muy superficial las características más relevantes sobre la clasificación de los tipos de cuerpos de agua, las distintas fuentes de contaminación y los distintos procesos para tratarlas. Dichas cuestiones se encuentran desarrolladas de forma más extensa en los TFG's de Lorenzo Mateo Rebollo [5] y Alejandro Mackinlay Hidalgo [6]. La mayor parte de la información presentada a continuación se ha consultado directamente en mencionados trabajos.

### 2.2.1 Clasificación general de las masas de agua

El ministerio para la transición ecológica y el reto demográfico indica que la Directiva Marco del Agua (DMA) de la Unión Europea [11] ha previsto la definición de varias categorías de masas de agua de cara a facilitar la gestión de cada una de ellas.

**Aguas superficiales:** las aguas continentales, excepto las aguas subterráneas; las aguas de transición y las aguas costeras, y, en lo que se refiere al estado químico, también las aguas territoriales.

**Aguas subterráneas:** Todas las aguas que se encuentran bajo la superficie del suelo en la zona de saturación y en contacto directo con el suelo o subsuelo.

**Aguas continentales:** Todas las aguas quietas o corrientes en la superficie del suelo y todas las aguas subterráneas situadas hacia tierra desde la línea que sirve para medir la anchura de las aguas territoriales.

### 2.2.2 Contaminación de las aguas

La contaminación es la introducción de sustancias u otros elementos físicos en un medio, que provocan que este sea inseguro o no apto para su uso [12]. En el caso concreto del medio acuático, es la cesión y expansión de sustancias tóxicas, haciéndola impropia para el consumo humano y peligrosa para actividades recreativas o de agricultura [13]. Puede ser tanto natural como artificial.

Los contaminantes del agua más comunes son [5]:

- Lluvia ácida.
- Gases en el ambiente.
- Pesticidas.
- Fertilizantes.
- Petróleo.
- Subproductos de la explotación minera.
- Productos químicos.
- Residuos.

### 2.2.3 MARPOL

Tal y como se especifica en el título de este trabajo, el objetivo del reactor que desarrollemos será el de tratar con aguas de buques con residuos MARPOL. Antes de profundizar en estos contaminantes, comencemos introduciendo dicho convenio.

Convenio MARPOL [14]:

El Convenio internacional para prevenir la contaminación por los buques, (MARPOL) es el principal convenio internacional que versa sobre la prevención de la contaminación del medio marino por los buques a causa de factores de funcionamiento o accidentales.

El Convenio MARPOL fue adoptado el 2 de noviembre de 1973 en la sede de la OMI. El Protocolo de 1978 se adoptó en respuesta al gran número de accidentes de buques tanque ocurridos entre 1976 y 1977. Habida cuenta de que el Convenio MARPOL 1973 aún no había entrado en vigor, el Protocolo de 1978 relativo al Convenio MARPOL absorbió el Convenio original. El nuevo instrumento entró en vigor el 2 de octubre de 1983. En 1997, se adoptó un Protocolo para introducir enmiendas en el Convenio y se añadió un nuevo Anexo VI, que entró en vigor el 19 de mayo de 2005. A lo largo de los años, el Convenio MARPOL ha sido objeto de diversas actualizaciones mediante la incorporación de enmiendas.

En el Convenio figuran reglas encaminadas a prevenir y reducir al mínimo la contaminación ocasionada por los buques, tanto accidental como procedente de las operaciones normales, y actualmente incluye seis anexos técnicos. En la mayoría de tales anexos figuran zonas especiales en las que se realizan controles estrictos respecto de las descargas operacionales.

### Residuos MARPOL:

La normativa vigente en el ámbito de la prevención de la contaminación por las aguas sucias de buques [15] concreta en su primer capítulo las aguas que se engloban dentro de la categoría conocida como “aguas sucias”. Estos son:

- Desagües y otros residuos procedentes de cualquier tipo de inodoros y urinarios.
- Desagües procedentes de lavabos, lavaderos y conductos de salida situados en cámaras de servicios médicos (dispensario, hospital, etc.).
- Desagües procedentes de espacios en que se transporten animales vivos.
- Otras aguas residuales cuando estén mezcladas con las de desagüe arriba definidas.

### Tratamiento de residuos MARPOL:

La regla 9 del capítulo 3 señala que todo buque que daba cumplir el convenio deberá ser poseedor de instalaciones acondicionadas para el tratamiento de aguas sucias, entre las cuales la norma destaca:

- Una instalación de tratamiento.
- Un sistema para desmenuzados y desinfección de aguas contaminadas.
- Un tanque de retención.

Por último, la regla número 11 de la normativa anteriormente mencionada especifica las condiciones en las se deben de encontrar estas aguas antes de poder ser descargadas a la mar. El primer requisito que deben cumplir es el de hallarse a una distancia de tres millas si las aguas están desmenuzadas y desinfectadas y a más de doce millas si no se han realizado dichos procesos. El efluente de descarga no contendrá sólidos flotantes visibles, ni colorará las aguas que se encuentren en las zonas circundantes.

### *2.2.4 Procesos para tratamiento de las aguas*

Ya sea con el objetivo futuro de usar el agua o con el de devolverla al medio ambiente tras haber obtenido provecho de ella, ésta necesita pasar por una serie de procesos para ser descontaminada, es decir, remover físicamente los contaminantes o transformarlos en sustancias inocuas. Los tratamientos pueden ser físicos, químicos o biológicos. Los más importantes son:

**Cloración:** es el método de desinfección más popular y económico. Consiste en diluir cloro o alguno de sus derivados en el agua con el objetivo de exterminar a los microorganismos presentes en ésta. Así mismo, reacciona sobre los iones ferrosos, manganosos, el amoníaco, los nitritos y las materias orgánicas oxidables. Si se efectúa antes de la decantación, recibe el nombre de precloración, aportando mejores cualidades en el agua, como color cristalino.

**Ozonización:** es uno de los métodos de desinfección más efectivos. Consiste en incorporar ozono en fase gaseosa al agua contaminada. Éste, al ser un oxidante protoplasmático, destruye las bacterias, virus, sabores y el color del agua. Uno de sus convenientes es que al ser el ozono un excelente oxidante, puede producir problemas de corrosión.

**Intercambio iónico:** es un proceso cuyo objetivo es la desmineralización el agua. Consiste en depositar ésta en un tanque dotado con una resina cargada negativamente, mediante el uso de perlas sintéticas como base. Esto provoca que los iones disueltos de los minerales presentes en el agua sean atraídos hacia la resina.

**Ósmosis inversa:** es un proceso que consiste en trasladar el solvente menos concentrado hacia el más concentrado a través una membrana semipermeable. Para ello, se necesita un trabajo externo, normalmente una presión. El resultado final es un líquido muy diluido y otro muy concentrado a gran presión. Este método impide el paso de prácticamente la totalidad de los microorganismos y de las sales minerales. Estas características lo hacen idóneo para la desalinización de aguas marinas.

**Electrodialísis:** es una técnica muy parecida a la ósmosis inversa. Consiste en hacer pasar el agua contaminada a través de una serie de membranas semipermeables que cuentan con electrodos. Por medio de una corriente eléctrica, se genera una diferencia de potencial que hace que los iones con carga negativa se desplacen hacia el cátodo y los iones de carga positiva se desplacen hacia el ánodo.

**Sedimentación:** este método, también conocido por el nombre de decantación, es un proceso totalmente físico. Consigue que, aproximadamente, el 70% de los sólidos en suspensión precipiten por gravedad. Antes de la sedimentación, se añaden al tanque coagulantes y floculantes, para mejorar el rendimiento del proceso.

**Coagulación – floculación:** son procesos intermedios que tienen como objetivo la agrupación de partículas para su posterior precipitación. Mediante este tratamiento, se controla la turbidez y el color que generan las partículas en suspensión en el agua. La operación consta de dos fases:

- **Coagulación:** se logra la ruptura del coloide gracias a la adición de sustancias tales como Sales de Aluminio, Carbón Activo en polvo o Hidróxido Cálcico.
- **Floculación:** consiste en la atracción de partículas pequeñas para formar el floculo a través de coadyuvantes de floculación. Se realiza a través de una mezcla lenta, para que se forme y precipite al fondo.

**Aeración:** es un proceso necesario cuando el agua presenta exceso de gases disueltos, o cuando posee un defecto de oxígeno. Con la aeración, se consigue oxidar a los iones de hierro y de manganeso, vitrificar el amoníaco, aumentar el contenido de oxígeno en el agua y que el sabor del agua sea más agradable.

**Luz UV:** consiste en exponer el agua a radiación electromagnética. Es uno de los métodos más complejos que se utilizan a la hora de la descontaminación de agua. Por ser el método utilizado experimentalmente en el trabajo, será desarrollado en mayor detalle más adelante.

## **2.3 Proceso de oxidación fotoquímica**

La fotoquímica estudia las reacciones químicas inducidas por la radiación electromagnética. Numerosos procesos químicos naturales ocurren como consecuencia de la absorción de radiación electromagnética; es el caso de la fotosíntesis o la fotoquímica de la visión [16].

El objetivo que persigue el proceso de descontaminación por medio de oxidación fotoquímica es que, tras la reacción, los productos resultantes estén constituidos por moléculas inocuas para las personas y para el medio. Los sistemas en los que la radiación ultravioleta actúa como catalizador en las reacciones de oxidación para reducir los contaminantes orgánicos son muy prometedores [17]. En el tratamiento de agua natural, el uso simultáneo de ozono y radiación UV incrementa el nivel de oxidación [18], lo que se traduce en una mayor eficiencia purificadora.

Es un proceso que ofrece excelentes resultados, tanto en la eliminación de contaminantes biológicos [6] como en la eliminación de contaminantes orgánicos [5].

### 2.3.1 Tecnologías de Oxidación Avanzada

El conjunto de reacciones físico-químicas que tienen lugar en un reactor tubular de oxidación fotoquímica forman parte de los denominados Procesos de Oxidación Avanzada (POA). El dispositivo físico en sí pertenece a las llamadas Tecnologías de Oxidación Avanzadas (TOA). El concepto fue inicialmente acuñado por Glaze y colaboradores [19].

Las TAO's se basan en procesos fisicoquímicos capaces de producir cambios profundos en la estructura química de los contaminantes. Estos procesos involucran la generación y uso de especies transitorias poderosas, principalmente el radical hidroxilo ( $HO\bullet$ ). Este radical puede ser generado por medios fotoquímicos o por otras formas de energía, y posee alta efectividad para la oxidación de materia orgánica [20].

#### Tecnologías Avanzadas de Oxidación

Procesos no fotoquímicos	Procesos fotoquímicos
Ozonización en medio alcalino ( $O_3/OH^-$ )	Oxidación en agua sub/y supercrítica
Ozonización con peróxido de hidrógeno ( $O_3/H_2O_2$ )	Procesos fotoquímicos
Procesos Fenton ( $Fe^{2+}/H_2O_2$ ) y relacionados	Fotólisis del agua en el ultravioleta de vacío (UVV)
Oxidación electroquímica	UV/peróxido de hidrógeno
Radiolisis $\gamma$ y tratamiento con haces de electrones	UV/ $O_3$
Plasma no térmico	Foto-Fenton y relacionados
Descarga electrohidráulica - ultrasonido	Fotocatálisis heterogénea

Tabla 2-1. Tecnologías Avanzadas de Oxidación [20].

### 2.3.2 Procesos de degradación UV/O<sub>3</sub>

La gran ventaja del reactor tubular de oxidación fotoquímica frente a otro tipo de TOA's es que saca partido a las ventajas de dos POA's. Por un lado, la ozonización y, por otro lado, la radiación de luz del espectro del ultravioleta. La combinación UV/O<sub>3</sub> es de especial interés por los diferentes procesos de degradación que coexisten: fotólisis directa, ozonización directa y oxidación por radicales HO•, que generan reacciones rápidas y no selectivas [21]. A continuación, se describen brevemente los tres procesos mencionados:

- Fotólisis directa [21].

La fotólisis directa involucra la transformación de un compuesto químico como resultado de la absorción de un fotón. Así, la fotólisis directa puede ser una importante vía de disipación para aquellos contaminantes químicos que presenten absorción Uv-Vis por encima de longitudes de onda de 290 nm.

La transformación directa de químicos en agua es un proceso complejo que depende de un gran número de factores como:

- a. La estructura química y espectro de absorción del químico.
- b. El rendimiento cuántico de la reacción fotoquímica en cuestión.
- c. La radiación fotónica a la cual se expone el producto químico.

Para que una transformación tenga lugar por fotólisis directa, la molécula debe absorber fotones. Las moléculas orgánicas absorben distintas longitudes de onda dependiendo de sus características de absorción, características que pueden cambiar con el pH si se encuentran en disolución acuosa. La energía absorbida debe ser suficiente para causar la transformación a través roturas de enlaces, reordenamiento, reducción u oxidación. Para tener lugar, estos procesos deben ser competitivos respecto a otros procesos de desactivación, como procesos radiativos como la fluorescencia o la fosforescencia, desactivación bimolecular, u otros procesos no radiativos.

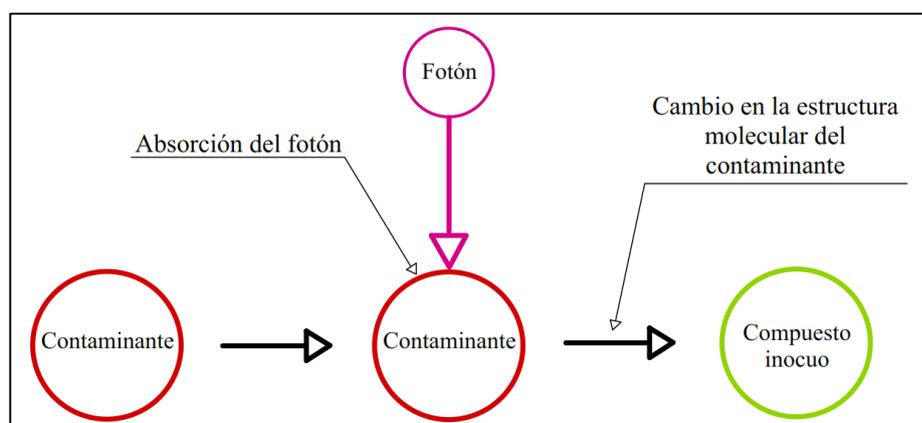


Figura 2-2. Esquema de la reacción de fotólisis.

- Ozonización directa:

En disolución acuosa, el ozono puede que actué sobre ciertos compuestos [22]. A través de este mecanismo, la molécula de ozono reacciona en su totalidad, sin descomponerse en el proceso, fijándose sobre los dobles y triples enlaces de los compuestos. Esto produce un efecto de “cracking” sobre los contaminantes, que provoca que las moléculas se descompongan rápidamente [23].

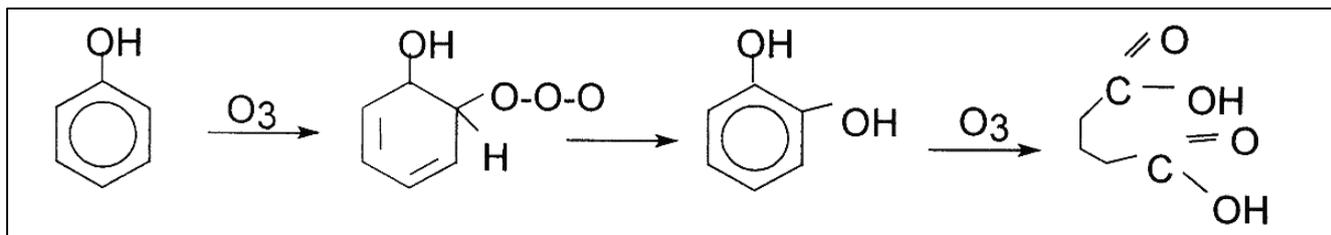
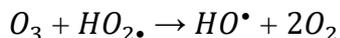
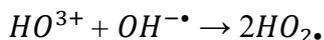
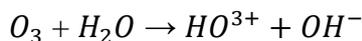


Figura 2-3. Reacción entre el phenol y el ozono [2].

- Oxidación por radicales HO• [23]:

Según las condiciones del pH del agua, el ozono se descompone mediante el siguiente mecanismo:



Los radicales libres que se generan, el HO<sub>2</sub>• y el OH•, son los responsables del gran poder oxidante del ozono, siendo su acción oxidante mucho mayor a la del ozono molecular. Estos radicales libres no son selectivos y tienen suficiente capacidad oxidante como para hacer reacción con otras impurezas presentes en las soluciones acuosas.

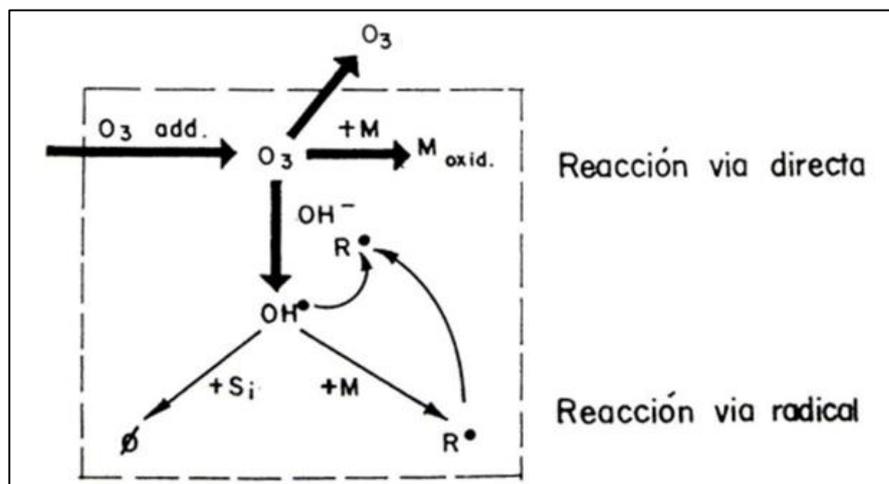
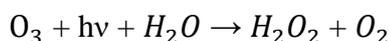


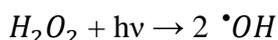
Figura 2-4. Reacción directa y por radicales en presencia de ozono [23].

### 2.3.3 Combinación UV/O<sub>3</sub> [24]

La irradiación del ozono en agua produce H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> en forma cuantitativa:



El peróxido de hidrógeno así generado, por un lado, se fotoliza de la siguiente forma:



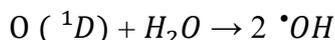
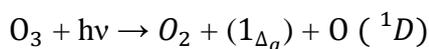
A su vez, reacciona con el exceso de ozono, de acuerdo con la siguiente ecuación:



Por lo tanto, este método podría considerarse una forma de generar H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> y luego  $\cdot OH$ . En realidad, se trata de una combinación de UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> y O<sub>3</sub>/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, pero la ventaja es que el ozono posee un coeficiente de absorción molar mayor que el del peróxido de hidrógeno, y puede usarse, por consiguiente, para tratar aguas con alto fondo de absorción UV. La eficiencia es superior a la de O<sub>3</sub> o UV directa.

El método se ha aplicado a la potabilización de aguas, en el tratamiento de aguas residuales altamente contaminadas, en desinfección, en decoloración de aguas de la industria del papel y en la degradación de hidrocarburos alifáticos clorados (saturados e insaturados).

Si la radiación se produce a longitudes de onda menores que 310 nm (nuestra lámpara es de 254 nm), él método puede aprovechar la fotólisis de O<sub>3</sub>, que produce una cantidad adicional de  $\cdot OH$  y otros oxidantes, con el consiguiente aumento de la eficiencia:



El uso de ozono implica siempre altos costos de capital y equipamiento adicional para la destrucción del ozono remanente, problemas de seguridad y salud, y limitaciones de transferencia de masa por la baja solubilidad del O<sub>3</sub> en el agua, así como el peligro del escape a la atmósfera de VOCs causado por el burbujeo del reactivo.

Los tres procesos UV/O<sub>3</sub>, UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> y O<sub>3</sub>/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/UV, han mostrado ser muy efectivos para la descontaminación de aguas subterráneas y remediación de suelos. En contraste con las tecnologías UV/O<sub>3</sub>, UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, comercialmente disponibles, los estudios de aplicación de O<sub>3</sub>/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/UV sólo están en escala de planta piloto.

## 2.4 Ejemplo de reactores de oxidación fotoquímica

Existen varias configuraciones de reactor de oxidación fotoquímica, pero todos comparten una serie de elementos básicos en común:

- Lámpara de luz UV.
- Generador de ozono.
- Fuente de alimentación.
- Sistema para bombeo de fluido.
- Depósitos.

A medida que los reactores aumentan en complejidad y sofisticación, comienzan a incorporar distintos elementos como sensores, para monitorizar el flujo, pH, concentraciones..., actuadores para controlar los niveles de componentes en el reactor y, en definitiva, distintos mecanismos de observación analítica.

El ejemplo que se presenta a continuación (Figura 2-5) sería una de las configuraciones más sencillas. Se bombea agua que ha sido ya pretratada desde un tanque, se le hace pasar por un difusor de gas ozono, se conduce por una lámpara de luz UV y, por último, termina en un tanque con agua que se puede categorizar de “ya desinfectada” (en este caso).

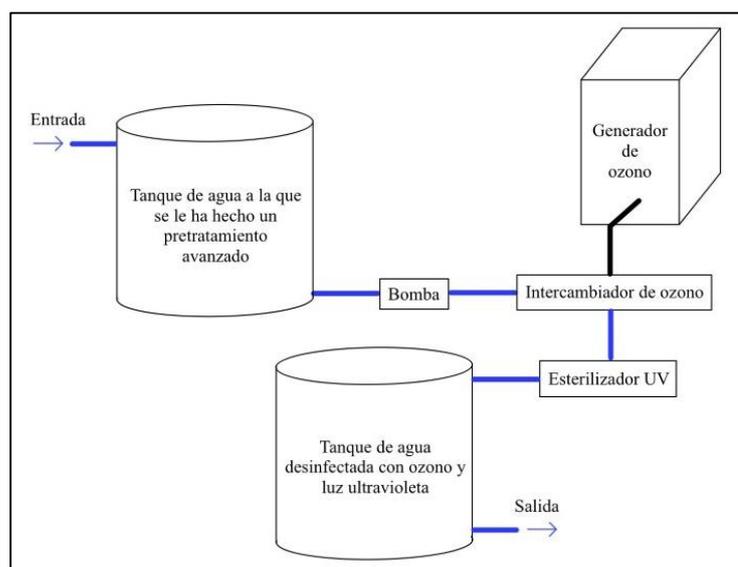


Figura 2-5. Ejemplo de reactor de oxidación fotoquímica 1 [25].

Desde el punto de vista mecánico, los sistemas UV/O<sub>3</sub> son muy similares entre ellos. Para hacer constancia de ello, mostraremos dos reactores más, distintos en algunas de sus partes, pero muy similares en la secuencialización de procesos.

En el segundo (Figura 2-6) el agua contaminada entra en un tanque. En este tanque, se inyecta ozono obtenido a partir de un generador de descarga de corona, y el gas pasa a diluirse, en parte, en el agua contaminada. El exceso de gas se recoge y se vuelve a inyectar en el tanque, con el objetivo de reciclarlo.

Una vez que el agua ha sido ozonizada, esta se conduce hasta otra cámara, con la característica de que ésta cuenta con un emisor de luz ultravioleta. El agua contaminada se expone a la radiación, y es en esta cámara donde ocurre el mayor número de transformaciones químicas, por fotólisis directa, ozonización directa y oxidación por radicales HO•. A la salida, ha finalizado el proceso.

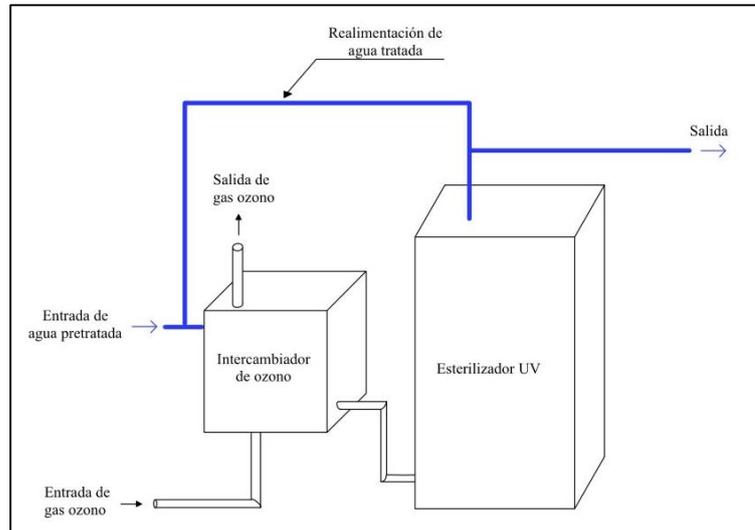


Figura 2-6. Ejemplo de reactor de oxidación fotoquímica 2 [26].

El último ejemplo (Figura 2-7) es el caso más complejo. Se trata de un circuito cerrado. El ozono es producido en un generador, e inmediatamente se le hace pasar por un caudalímetro para conocer el flujo de gas. La mezcla del ozono con el agua se realiza en la misma cámara en la que se irradia con UV. La cantidad de ozono que entra en la cámara es controlada por un monitor de ozono. De igual forma, a la salida, el gas escapa de la cámara a través de un circuito que cuenta con otro monitor de ozono, lo que permite calcular el rendimiento de absorción de este gas en el agua. Antes de liberarlo al medio, pasa por un absorbedor de carbón activo, para que la cantidad de ozono que termine en el aire cumpla con la normativa establecida. La cámara cuenta con varios puntos de toma de datos. Otra peculiaridad de este reactor es que cuenta con una entrada extra, por la que se podrían añadir catalizadores, agua o  $H_2O_2$ .

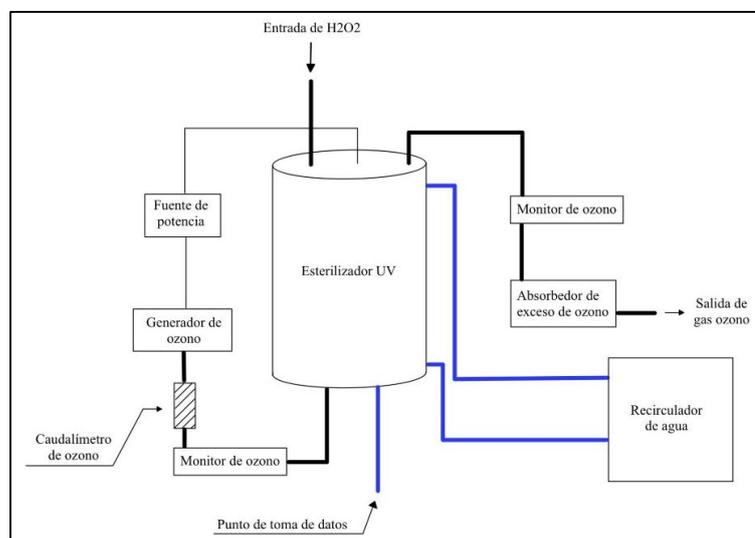


Figura 2-7. Ejemplo de reactor de oxidación fotoquímica 3 [27].

## **3 DESARROLLO DEL TFG**

Este punto constituye el corazón de este trabajo. Se divide en dos puntos principales. En el 3.1, se trata todo lo relacionado al diseño, construcción y pruebas de nuestro reactor tubular de oxidación fotoquímica. A lo largo de este primer punto, se mostrará la metodología a seguir en esta etapa, los distintos diseños que desarrollamos y las distintas pruebas que realizamos hasta llegar al reactor final. En el punto 3.2, realizamos dos experiencias reales para validar el óptimo funcionamiento de la planta piloto. Se detallará lo concerniente a la elaboración de las disoluciones escogidas, rectas de calibrado y toma de muestras.

### **3.1 Diseño, construcción y prueba.**

A lo largo de este apartado, se describirá el trabajo realizado en el ámbito del diseño, construcción y prueba del reactor. Se expondrán los problemas a los que nos tuvimos que enfrentar, así como las distintas soluciones propuestas y el porqué de la elección final.

Comenzaremos mostrando la metodología que seguiremos en esta etapa y la explicaremos en detalle. A continuación, se aclarará el contexto en el que se desarrolló el trabajo, dando a conocer todas nuestras ambiciones, restricciones y posibilidades. Por último, dará comienzo el proceso de diseño construcción y prueba, que representa la máxima extensión de este apartado.

Durante la explicación, se mostrarán hasta cuatro diseños distintos. El primero de ellos constituye el modelo en base al cual se han desarrollado todos los sucesores. Para facilitar el seguimiento del trabajo, se presenta a continuación la distribución por temática de los distintos subapartados de este punto:

#### Metodología

##### *3.1.1 Metodología de la etapa de diseño, construcción y prueba.*

#### Contextualización

##### *3.1.2 Inicio.*

#### Diseño modelo

##### *3.1.3 Primer establecimiento de requerimientos.*

##### *3.1.4 Primer diseño.*

#### Segundo diseño

##### *3.1.5 Segundo establecimiento de requisitos.*

##### *3.1.6 Segundo diseño.*

#### Tercer diseño

##### *3.1.7 Tercer diseño.*

##### *3.1.8 Primer prototipo.*

##### *3.1.9 Primera prueba.*

#### Cuarto diseño

##### *3.1.10 Tercer establecimiento de requerimientos.*

##### *3.1.11 Cuarto diseño.*

##### *3.1.12 Segundo prototipo.*

##### *3.1.13 Segunda prueba.*

### 3.1.1 Metodología de la etapa de diseño, construcción y prueba.

El propósito de este punto es exponer el conjunto de métodos y procedimientos que se siguieron durante la investigación científica para cumplir con los objetivos que se perseguían en el trabajo. En la Figura 3-1, presentada a continuación, se muestra un diagrama de flujo que simboliza la metodología de la etapa de diseño, construcción y prueba:

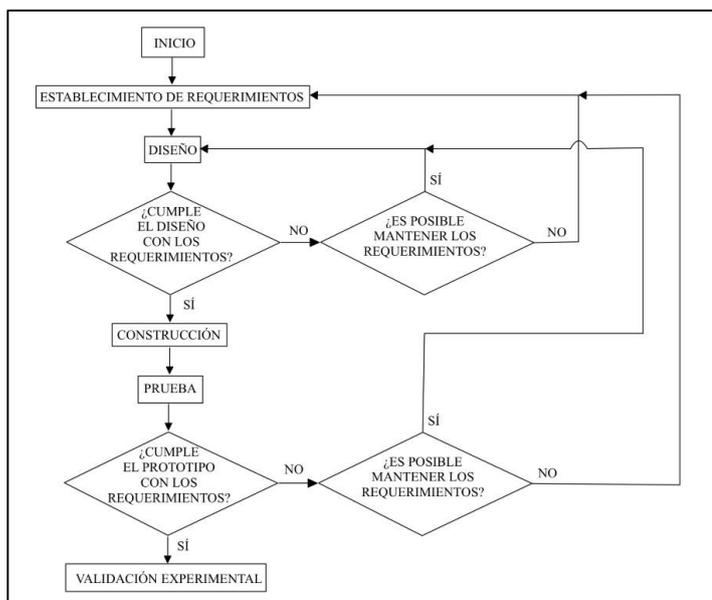


Figura 3-1. Diagrama de flujo de la metodología de la etapa de diseño, construcción y prueba.

Explicación de la metodología:

El desarrollo del trabajo comienza en la división denominada “Inicio”. Ésta constituye la cimentación de las etapas que la suceden. En este apartado, se tendrán en cuenta aspectos de vital importancia para el óptimo desarrollo del estudio; aspectos tales como el material disponible, el reconocimiento del problema, el estudio de las variables y la selección de la variable respuesta. Aunque la totalidad del proceso de diseño, construcción y prueba esté fuertemente influenciado por la metodología para el diseño y análisis de experimentos de Montgomery, es en esta sección en la que su repercusión se muestra más nítidamente.

A continuación, comienza el establecimiento de los requerimientos que nos demandaremos a nosotros mismos para el reactor. Estos dependerán de varios factores, entre ellos, de nuestras exigencias para el dispositivo, del material disponible, de las variables del problema y de la versatilidad que deseemos en el sistema. Teniendo en cuenta este compendio de factores, sentaremos una serie de exigencias determinadas, que serán relacionadas a lo largo del documento un conjunto serie de apartados denominados “requerimientos de diseño”.

Pasamos al siguiente paso, “*Diseño*”. Una vez se hayan establecido los requerimientos iniciales, se realizará el boceto de un diseño. Éste intentará recoger la totalidad las exigencias identificadas en la etapa anterior. Inmediatamente a continuación de la finalización del boceto, éste se recorrerá detenidamente, estudiando los distintos elementos presentes en él uno a uno. Esto permitirá verificar el cumplimiento o incumplimiento de las especificaciones. En caso de incumplimiento de las especificaciones iniciales a lo largo de este proceso, se valorará la posibilidad de mantenerlas. En caso afirmativo, el diseño será corregido, y se volverá a recorrer éste en busca de más deficiencias. Si, por el contrario, en este momento se identifica la imposibilidad de mantener algún requerimiento, estos se re-evaluarán y se actualizarán en un nuevo apartado de “*requerimientos de diseño*”, dando lugar a una nueva etapa de diseño. Como se puede observar, este proceso constituye un bucle, que finaliza cuando el diseño cumpla con los requerimientos establecidos. Solo en el momento en el que se verifique esta condición, se podrá pasar a la etapa de construcción.

Una vez aprobado el diseño, comenzará la etapa de “construcción”. Esta consistirá en el ensamble de los distintos elementos del reactor, tal y como se hayan dispuesto en el diseño final. Una vez construido, se pasará a la etapa de pruebas sobre el prototipo.

En la etapa de prueba, se realizarán ensayos sobre el circuito para comprobar que cumple con los requerimientos establecidos. En caso negativo, se identificará que elemento o elementos del montaje son los que no permiten que se cumpla con las exigencias del sistema. Llegados a este punto, se valorará la posibilidad de poder mantener los requerimientos iniciales, o, en caso contrario, la necesidad de renunciar a uno o varios de ellos. Independientemente de que nos veamos obligados a renunciar a alguna de las exigencias del sistema, si en la etapa de prueba no se obtienen los resultados deseados, se tendrá que regresar a la etapa de diseño y seguir el mismo procedimiento descrito en el párrafo anterior, o regresar a la etapa de establecimiento de requerimientos, y actualizarlos en un nuevo apartado de “*requerimientos de diseño*”. Al igual que en la etapa de diseño, este proceso constituye un bucle, que finaliza cuando el prototipo cumpla con los requerimientos establecidos. Solo en el momento en el que se cumpla esta condición, se podrá pasar a la etapa de experimentación.

En la etapa de validación experimental, podremos verificar las hipótesis formuladas, realizando ensayos reales sobre el reactor tubular de oxidación fotoquímica. La metodología de la etapa de validación experimental se expondrá en un punto aparte a lo largo de este apartado.

Dada la relativa complejidad de la etapa de diseño, construcción y prueba, y con el objetivo de poder hacer un seguimiento activo del desarrollo del proceso, a lo largo del trabajo se mostrará el diagrama de flujo de dicha metodología señalizando la etapa del proceso en la que nos encontramos en cada momento, permitiendo así un sencillo seguimiento del procedimiento.

### 3.1.2 Inicio



**Figura 3-2. Apartado de la metodología de la etapa de diseño, construcción y prueba en el que nos encontramos.**

En este punto, y siguiendo las recomendaciones para el diseño y análisis de experimentos elaboradas por Montgomery, fue donde sentamos las bases de nuestro diseño. Realizamos un estudio de las condiciones iniciales en el primer aparatado (3.1.2.1 Punto de partida), identificamos cual era nuestro problema (3.1.2.2 Reconocimiento del problema), realizamos un estudio con el objetivo de determinar cuáles eran las variables presentes en éste y su influencia (3.1.2.3 Elección de los factores y niveles) y, por último, seleccionamos cual sería la variable de interés en este trabajo (3.1.2.4 Selección de la variable respuesta).

### *3.1.2.1 Punto de partida*

En un proceso de diseño de experimentos convencional, las etapas de mayor importancia son las que se exponen a continuación: reconocimiento del problema, selección de los factores y niveles, selección de la variable respuesta y, por último, elección del diseño experimental. La peculiaridad de nuestro diseño, no obstante, fue que no partíamos desde cero, por una serie de razones expuestas a continuación.

Para comenzar, la efectividad de la oxidación fotoquímica, a grandes rasgos, no era una incógnita para nosotros. Ya se habían realizado experimentos a escala de laboratorio y existían en el mercado productos de purificación de agua, tanto a nivel hogar como a nivel industrial, que utilizaban esta tecnología. En la mayoría de los casos, es cierto que la tecnología de oxidación fotoquímica era exclusivamente utilizada como proceso de desinfección, cuando en realidad, como se especificó anteriormente, es de igual modo eficaz para la eliminación de otros tipos de contaminantes.

Por otro lado, aunque este sea un aspecto que influye en el proceso de desarrollo de la mayoría de diseños, lo óptimo hubiera sido fabricar todos los componentes del sistema experimental de forma que estuvieran orientados específicamente a la tarea que se deseaba que realizasen en la etapa de experimentación, y estuviesen perfectamente dimensionados a la escala del experimento. Sin embargo, diseñar todos los componentes del sistema desde boceto resultaría en un aumento más que significativo tanto del presupuesto del proyecto como del tiempo de ejecución de éste, lo que hubiera derivado en el no cumplimiento de los objetivos establecidos para este trabajo. En definitiva, dentro del ámbito de nuestra investigación, cuya máxima exigencia era la de contar con una planta piloto a escala de laboratorio para la realización de experiencias orientadas a la verificación de la efectividad de la oxidación fotoquímica como proceso potencialmente adecuado para la eliminación de contaminantes determinados, no requeríamos de tal precisión y sofisticación, y de esta forma, quedaba así justificada la necesidad de adaptarnos a los productos que nos ofreciera el mercado.

Para finalizar, y continuando en la línea que acota la complejidad del diseño en función de las restricciones de mercado, se ha de conocer que parte de los componentes presentes en nuestro reactor tubular de oxidación fotoquímica, de hecho, los más importantes del sistema, eran los que ya se encontraban disponibles en el laboratorio de investigación del Centro Universitario de la Defensa. Estos eran el generador de gas ozono y la lámpara de luz ultravioleta. A continuación, se presenta la ficha técnica, acompañada de una imagen, de ambos productos:

- Ficha técnica del esterilizador UV:

Producto: filtro esterilizador UV de acero inoxidable para tratamiento de agua.

Casa: Nordic Tec & Philips.

Dimensiones: 365 mm x 64 mm.

Potencia: 16W.

Voltaje de entrada: CA 220 v.

Frecuencia de entrada: 50 Hz.

Frecuencia de trabajo: 50 Hz.

Diámetro de entrada y salida: 1/2 pulgadas.

Presión de elevación: 10 bar.

Lámpara de cuarzo: TUV 16 W G16 T5.

Caudal: 400 J/m<sup>2</sup> para 0,65 m<sup>3</sup>/h - 300 J/m<sup>2</sup> para 0,85 m<sup>3</sup>/h.



**Figura 3-3. Esterilizador UV.**

- Ficha técnica del generador de ozono:

Producto: generador de ozono para purificación de agua.

Casa: Masunn.

Potencia: 10 W.

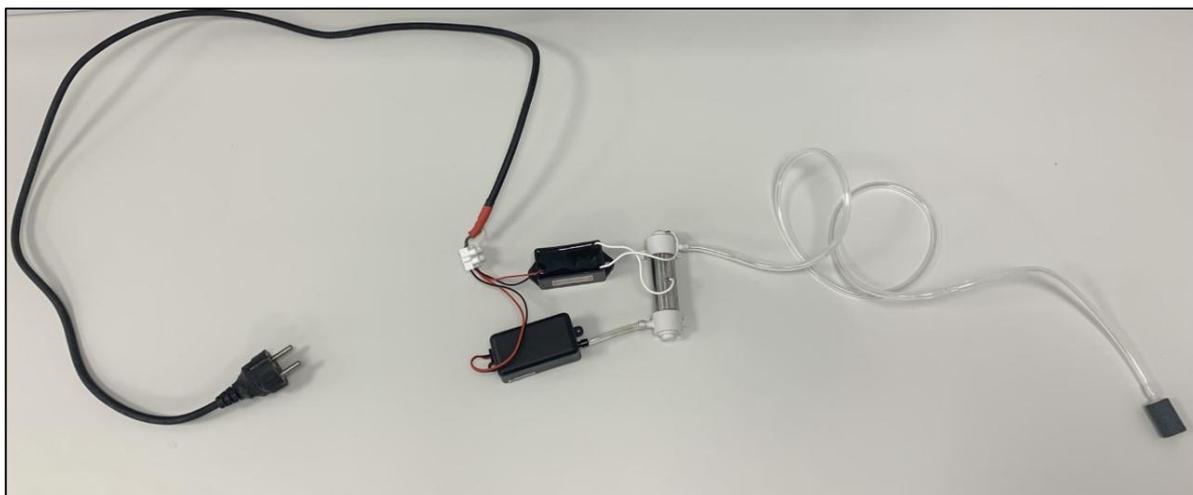
Voltaje de entrada: CA 220 v.

Frecuencia de entrada: 50 Hz.

Frecuencia de trabajo: 3 kHz

Consumo de corriente: < 0.3 Amp.

Capacidad de salida del ozono: 500 mg/h.



**Figura 3-4. Generador de ozono.**

Lo que se pretende en este primer apartado es dar a conocer al lector cuales eran las condiciones iniciales que influyeron en el hecho de que el diseño no empezara desde cero. La planta piloto que se diseñó, construyó y probó durante la ejecución de este trabajo, se realizó bajo unas circunstancias determinadas que implicaban unas restricciones determinadas. Fueron las razones que derivaban en este contexto lo que definió el punto de partida desde el que comenzó el diseño del reactor.

### *3.1.2.2 Reconocimiento del problema*

Los buques de la Armada emplean varios procesos para producir agua potable a partir de aguas de mar. Sin embargo, estos procesos no siempre aseguran una buena calidad de agua, debido a que diversos contaminantes orgánicos y microbiológicos pueden no verse afectados durante el proceso de potabilización, con el consiguiente riesgo para la salud humana. Basado en un trabajo del curso 2019-2020, en el que se comprobaron los buenos resultados de la oxidación fotoquímica como método de depuración de aguas [6], se plantea en este trabajo el diseño, construcción y prueba de un reactor tubular, a modo de planta modelo, que permita experimentar en condiciones más reales esta técnica.

Por lo tanto, el problema principal de este trabajo es el de verificar la aparente efectividad de la oxidación fotoquímica como proceso de depuración de aguas con distintos contaminantes, proceso potencialmente indicado para su instalación en buques de la Armada.

El problema, tal y como se indica en el título del trabajo, y siguiendo con las recomendaciones del método científico, se aproximó por medio del diseño y construcción de un reactor tubular de oxidación fotoquímica a escala de laboratorio, que sirvió de planta piloto de experimentación para la comprobación de las hipótesis formuladas. El contexto de las circunstancias que rodean el diseño y construcción del reactor presenta otra serie de desafíos derivados, entre los cuales los más reseñables son:

- Como se exponía en el punto 3.1.2.1 (punto de partida), el diseño del mencionado reactor tubular de oxidación fotoquímica no comienza de cero, sino que es en base al material disponible en laboratorio de investigación del Centro Universitario de la Defensa, y a los productos presentes en el mercado. Por lo tanto, teniendo esta premisa en cuenta, el verdadero problema es el de buscar una configuración que resulte óptima para la disposición de los elementos del reactor.

- Una vez estudiada y seleccionada la disposición final del circuito, se deberán de valorar y adquirir los distintos elementos complementarios del reactor, tales como tuberías, válvulas, reductoras, bombas, etcétera.
- Solo cuando estemos en posesión del material necesario, podremos proceder a ensamblar los elementos del reactor.
- Por último, se realizarán las pruebas que se estimen pertinentes para asegurar el correcto funcionamiento del reactor. Solo entonces será cuando pueda comenzar con la etapa de experimentación.

### *3.1.2.3 Elección de los factores y niveles*

El objetivo de esta etapa consistió en investigar y proponer cuales podrían ser los factores que estuvieran influyendo en el problema. Para ello, fue esencial el trabajo en equipo. En un proceso de brainstorming, el alférez de fragata Maza Fernández, los tutores del trabajo y yo, propusimos las siguientes variables como factores que podrían ejercer su influencia en el experimento:

- El contaminante en cuestión (1).
- La estructura química del contaminante (2).
- El espectro de absorción del contaminante (3).
- El rendimiento cuántico de la reacción fotoquímica (4).
- La potencia de la lámpara de radiación ultravioleta (5).
- La frecuencia de la radiación fotónica a la cual se expone el producto químico (6).
- El rozamiento del agua con los elementos del circuito (7).
- La altura de los depósitos (8).
- La potencia de las bombas (9).
- La potencia del generador de ozono (10).
- La cantidad de ozono producida por el generador (11).
- La posibilidad de aislar, combinar y conmutar variables (12).
- El tiempo que esté expuesta el agua a la luz ultravioleta (13).
- El caudal (14).
- La concentración de contaminante en el agua (15).
- La concentración de ozono en el agua (16).
- La temperatura (17).
- Las propiedades del agua (18).
- La longitud del circuito (19).

Una vez identificadas las que, dentro de nuestras limitaciones, consideramos que eran todas las variables que influían en el problema, se valoró si había conexiones de interdependencia entre ellas, con el objetivo de clasificar estas variables en dependientes e independientes. Las conclusiones obtenidas fueron las siguientes:

VARIABLES INDEPENDIENTES: aquellas cuyo valor no depende de otra variable.

- El contaminante en cuestión (1).
- La potencia de la lámpara de radiación ultravioleta (5).
- La frecuencia de la radiación fotónica a la cual se expone el producto químico (6).
- La altura de los depósitos (8).
- La potencia de las bombas (9).
- La potencia del generador de ozono (10).
- La cantidad de ozono producida por el generador (11).
- La posibilidad de aislar, combinar y conmutar variables (12).
- La longitud del circuito (19).

VARIABLES DEPENDIENTES: aquellas cuyo valor depende de otra variable.

- La estructura química del contaminante (2).
- El espectro de absorción del químico (3).
- El rendimiento cuántico de la reacción fotoquímica en cuestión (4).
- El rozamiento del agua con los elementos del circuito (7).
- El tiempo que esté expuesta el agua a la luz ultravioleta (13).
- El caudal (14).
- La concentración de contaminante en el agua (15).
- La concentración de ozono en el agua (16).
- La temperatura (17).
- Las propiedades del agua (18).

Una vez clasificadas las variables en dependientes e independientes, hubo que encuadrar éstas en tres categorías, denominadas “factores primarios”, “factores mantenidos constantes” y, por último, “factores molestos”. Es de vital importancia conocer que la mayoría de los requerimientos del reactor emanan directamente de esta clasificación, es decir, que de la organización de las variables en estas tres categorías derivan los requerimientos para el reactor y estos, a su vez, resultan en el diseño del sistema completo. Por ello, esta etapa fue de las más importantes a lo largo del desarrollo del trabajo, y a medida que se fueron ajustando los requerimientos del diseño a nuestras capacidades y necesidades, fueron reclasificándose las variables en estas tres categorías mencionadas. Estas tres categorías quedan definidas de la siguiente forma:

- Factores primarios: aquellos de interés para la investigación y sobre los que realizaremos cambios.
- Factores mantenidos constantes: aquellos que no son de interés para la investigación pero que podrían influir en los resultados y por ello se mantienen constantes.
- Factores molestos: aquellos que no son de interés para la investigación pero que podrían influir en el resultado; no obstante, no pueden ser mantenidos constantes durante el proceso.

Antes de continuar, haremos una aclaración, para evitar futuras confusiones. Una cosa es que podamos realizar cambios sobre una variable, pero otra muy distinta es que esa variable a la que nos referimos, una vez haya sido establecido su valor, éste permanezca constante durante toda la experiencia. Los factores primarios son aquellos que podemos configurar y monitorizar completamente a nuestro antojo. Los factores mantenidos constantes son aquellos que no se pueden configurar pero que, a lo largo de la experiencia, su valor permanece constante. Por último, los factores molestos son aquellos que no se pueden configurar y, adicionalmente, su valor es propenso a sufrir variaciones a lo largo del proceso de experimentación, pudiendo influir en los resultados finales.

A la hora de realizar esta primera clasificación, nos guiamos por el criterio de máxima exigencia, es decir, no tuvimos en cuenta las condiciones iniciales en las que nos encontrábamos. De esta forma, el objetivo que perseguíamos era el de ser conocedores de las capacidades a las que renunciábamos a medida que progresábamos en el desarrollo del diseño. A lo largo del trabajo, comprobará que cada vez que una de las variables sufrió un cambio en la clasificación, se justificó debidamente su razón de ser. El resultado de haber construido un reactor con dichas características hubiera implicado la posibilidad de disponer de control activo sobre absolutamente todas las variables que ejercieran su influencia en el sistema, permitiéndonos monitorizarlas y modificarlas a nuestro antojo. Teniendo todo lo anterior en cuenta, se realizó la primera clasificación de las variables. Tras el listado de variables, encontrará la explicación del por qué se encuentran dentro de dicha clasificación.

Factores primarios:

- El contaminante en cuestión (1).
- La estructura química del contaminante (2).
- El espectro de absorción del contaminante (3).
- El rendimiento cuántico de la reacción fotoquímica (4).
- La potencia de la lámpara de radiación ultravioleta (5).
- La frecuencia de la radiación fotónica a la cual se expone el producto químico (6).
- La potencia de las bombas (9).
- La potencia del generador de ozono (10).
- La cantidad de ozono producida por el generador (11).
- La posibilidad de aislar, combinar y conmutar variables (12).
- El tiempo que esté expuesta el agua a la luz ultravioleta (13).
- El caudal (14).
- La concentración de ozono en el agua (16).
- La temperatura (17).
- Las propiedades del agua (18).

El contaminante en cuestión (1) fue una de las variables más importantes del sistema. Tener un reactor que estuviera preparado para trabajar con varios tipos de contaminantes nos permitiría estudiar el efecto de la oxidación fotoquímica en cada uno de ellos. La estructura química del contaminante (2), el espectro de absorción de éste (3) y el rendimiento cuántico de la reacción fotoquímica (4) eran variables que dependían exclusivamente del contaminante en cuestión (1), por lo decidimos que su influencia quedaría directamente relacionarla con el tipo de contaminante que estuviésemos estudiando en ese momento determinado.

Es reseñable mencionar que el contaminante en cuestión y las propiedades que lo caracterizan son unas variables un tanto especiales en el problema, por no adaptarse perfectamente a ninguna de las tres clasificaciones disponibles. Aun así, decidimos relacionarlas en compañía de las demás variables categorizadas como factores primarios porque, aunque es cierto que su valor variará a lo largo de la experimentación (que es de hecho nuestro objetivo) en el momento inicial de la experiencia, somos nosotros los que decidimos el contaminante con el que queremos trabajar. Es un factor que podemos modificar a nuestro antojo, pero que variará a lo largo del proceso de purificación.

Hecha esta aclaración, continuemos con las demás variables. Pudiendo variar la potencia de la lámpara de radiación ultravioleta (5), el caudal (14) o la potencia de las bombas (9), nos posibilitaría modificar el tiempo que estuviera expuesta el agua a la luz ultravioleta (13). La capacidad de ajustar la frecuencia de la radiación fotónica a la cual se expone el producto químico (6) a su espectro de absorbancia específico propiciaría el poder de transferir la máxima cantidad de energía al contaminante. Alterando la potencia del generador de ozono (10) podríamos modificar la cantidad de ozono producido por éste (11) y, por ende, la concentración de ozono en el agua (16). Consideramos, del mismo modo, que para que la temperatura (17) no fuera un factor molesto en el problema y pudiésemos modificarla para estudiar su influencia, esta debería de ser monitorizarle y modificable. Así mismo, quisimos tener la posibilidad de aislar, combinar y conmutar las variables (12) principales del sistema, pues de esta forma podríamos estudiar si el orden en el que estas entraran en acción en el reactor influiría en el resultado final. Por último, quisimos tener control sobre las propiedades del agua (18), como el pH o la conductividad.

Factores mantenidos constantes:

- El rozamiento del agua con los elementos del circuito (7).
- La altura de los depósitos (8).
- La longitud del circuito (19).

En esta clasificación, relacionamos las variables que, aun pudiendo tener influencia en el resultado final, no consideramos de importancia en el problema. Tanto el rozamiento del agua con los elementos del circuito (7) como la altura a la que se encontraran los depósitos (8) y la longitud del circuito (19) eran factores que, aunque definitivamente pudieran tener alguna influencia en el problema, ésta en ningún caso sería reseñable desde el punto de vista de demostrar la eficacia de la oxidación fotoquímica como método de descontaminación de aguas.

Cabe reseñar que en esta primera clasificación no contamos con ningún factor molesto. Como se indicó al inicio de este punto, esta relación de variables se realizó según el criterio de máxima exigencia para el sistema, lo que implica que no existan factores molestos, a menos que estos sean debido a restricciones relacionadas con la naturaleza física de la variable en cuestión, situación que, en nuestro caso, no se dio.

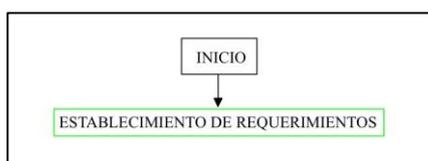
Una vez quedaron establecidos los factores con los que íbamos a experimentar, fue necesario seleccionamos las condiciones en las que se debían de realizar dichos experimentos: cantidad de experimentos a realizar, condiciones experimentales para cada experimento y orden en que estos debían de ser realizados. La experiencia y conocimientos teóricos sobre distintos diseños fueron de gran ayuda en esta etapa; en gran medida, ellos fueron los que determinaron el número de experimentos que se iban a realizar [10].

### 3.1.2.4 Selección de la variable respuesta

La variable respuesta es con la que se evalúa el problema. Lo ideal sería que la respuesta de la variable fuese continua, fácil y precisa de medir, aunque resulta muy habitual no obtener todas las características simultáneamente. En la práctica, es usual no poder establecer una única respuesta para un problema, ya que, por ejemplo, se puede necesitar optimizar dos variables al mismo tiempo. Esto conduce a la realización de experimentos con múltiple respuesta [10]. Nosotros pretendimos que nuestro reactor permitiese estudiar variables de forma individual, estudiar varias variables al mismo tiempo y, por último, conmutar el orden en el que las variables ejercieran su influencia en el experimento, lo que nos permitiría formular hipótesis distintas que podrían ser verificadas en distintos experimentos.

Como nuestro objetivo era evaluar la efectividad de la oxidación fotoquímica como proceso de depuración de agua, lo que nos interesaba estudiar era la concentración de contaminante en el agua (15). Esta será la variable sobre la que evaluemos los resultados. Esta sería nuestra variable respuesta.

### 3.1.3 Primer establecimiento de requerimientos.



**Figura 3-5. Apartado de la metodología de la etapa de diseño, construcción y prueba en el que nos encontramos.**

Como se especificó anteriormente, los requisitos de diseño del reactor tubular de oxidación fotoquímica se realizaron en base a la clasificación de las variables en factores primarios, factores mantenidos constantes y factores molestos. Sin tener en cuenta las condiciones iniciales del diseño, y siguiendo el criterio de máxima exigencia, desarrollamos la siguiente clasificación:

Factores primarios:

- El contaminante en cuestión (1).
- La estructura química del contaminante (2).
- El espectro de absorción del contaminante (3).
- El rendimiento cuántico de la reacción fotoquímica (4).
- La potencia de la lámpara de radiación ultravioleta (5).
- La frecuencia de la radiación fotónica a la cual se expone el producto químico (6).
- La potencia de las bombas (9).
- La potencia del generador de ozono (10).
- La cantidad de ozono producida por el generador (11).
- La posibilidad de aislar, combinar y conmutar variables (12).
- El tiempo que esté expuesta el agua a la luz ultravioleta (13).
- El caudal (14).
- La concentración de ozono en el agua (16).
- La temperatura (17).
- Las propiedades del agua (18).

Factores mantenidos constantes:

- El rozamiento del agua con los elementos del circuito (7).
- La altura de los depósitos (8).
- La longitud del circuito (19).

En base a esta clasificación de las variables, se establecieron los siguientes requerimientos de diseño:

Requerimientos de diseño:

- El sistema debía de estar preparado para trabajar con distintos tipos de contaminantes.
- El sistema debía de permitir modificar y monitorizar la potencia entregada y consumida por la lámpara de luz ultravioleta.
- El sistema debía de permitir modificar y monitorizar la frecuencia emitida por la lámpara de luz ultravioleta.
- El sistema debía de permitir modificar y monitorizar la potencia entregada y consumida por las bombas presentes en el circuito.
- El sistema debía de permitir modificar y monitorizar la potencia entregada y consumida por el generador de ozono.
- El sistema debía de permitir modificar y monitorizar la cantidad de ozono producida por el generador de ozono.
- El sistema debía de permitir la posibilidad de aislar, combinar y conmutar las distintas variables presentes en este.
- El sistema debía de permitir modificar y monitorizar la cantidad de tiempo que esté expuesta el agua a la luz ultravioleta.
- El sistema debía de permitir modificar y monitorizar el caudal.
- El sistema debía de permitir modificar y monitorizar la concentración de ozono disuelta en el agua.
- El sistema debía de permitir modificar y monitorizar la temperatura del agua presente en el circuito.
- El sistema debía de permitir modificar y monitorizar las propiedades del agua con la que se esté trabajando; propiedades como el pH y la conductividad.
- Una vez configurado el sistema, la altura de los depósitos y la longitud del circuito debían de ser invariables, lo que implicaría que el rozamiento del agua con los elementos del circuito también lo sería.
- El sistema debía de contar con puntos de toma de datos estratégicamente situados que permitieran la toma de muestras para su posterior análisis.

Además de estos requisitos expuestos, tuvimos que incorporar otros dos más que no emanaban directamente de las variables del problema:

- El sistema debía de contar con un equipo de eliminación de exceso de gas ozono antes de liberarlo a la atmósfera.
- Preferiblemente se debía de hacer uso de bombas peristálticas con el objetivo de que los elementos mecánicos de estas no contaminasen el agua.

### 3.1.4 Primer diseño

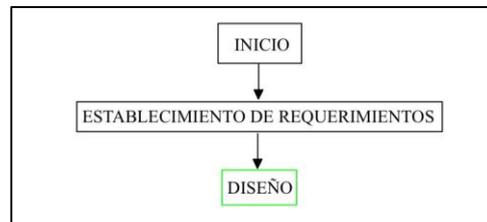


Figura 3-6. Apartado de la metodología de la etapa de diseño, construcción y prueba en el que nos encontramos.

Una vez establecidos los primeros requerimientos, comenzó la etapa de diseño. Esta consistió básicamente en conseguir materializar dichas exigencias haciendo un estudio sobre los distintos elementos físicos que nos brindarían la posibilidad de ajustarnos a las especificaciones que nos habíamos impuesto. Tras un análisis en profundidad, realizamos un primer esquema para el diseño de nuestro reactor tubular de oxidación fotoquímica. Este se encuentra representado en la Figura 3-7, mostrada a continuación:

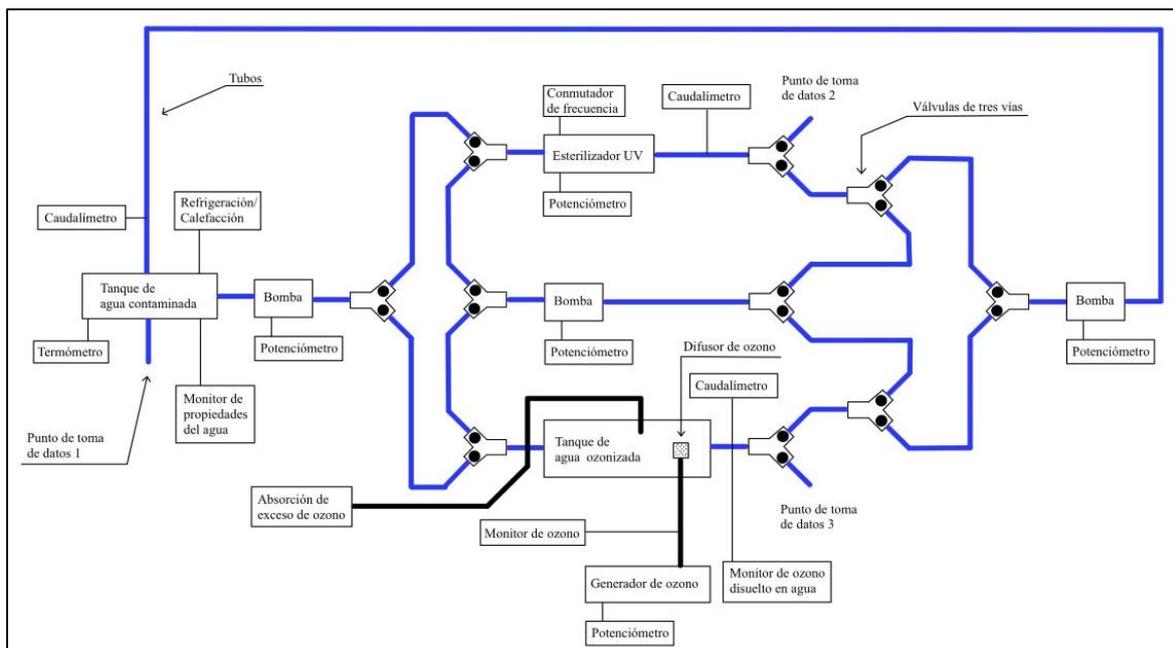


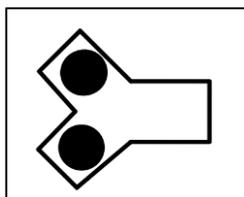
Figura 3-7. Esquema del primer diseño.

A lo largo de este apartado, recorreremos el sistema completo, explicando cada una de sus partes y como estas son la solución a los requerimientos establecidos para el reactor. Comencemos por su estructura general:

La forma que se le dio al diseño, la que se aprecia en un primer golpe de vista, responde al requerimiento de que el sistema debía de permitir la posibilidad de aislar, combinar y conmutar las distintas variables presentes en este. Como variables, en este contexto, nos referimos específicamente a los dos elementos cuya acción era propensa a producir cambios en la estructura molecular de los compuestos que se estuviesen estudiando en cada momento. Estas eran la lámpara de luz ultravioleta y el generador de ozono. En los orígenes de la etapa de diseño, uno de nuestros primeros interrogantes fue si el orden en el que el agua contaminada viajara a través de los distintos elementos del reactor podría ejercer algún tipo de influencia en los resultados finales. Como no queríamos guiarnos por nuestro sentido común ni hacer ninguna suposición injustificada, decidimos que, ya que el dispositivo era una planta de experimentación, esta fuera capaz de respondernos a este interrogante. Así que determinamos dotarla con la capacidad de aislar, combinar y conmutar las distintas variables presentes en el circuito. Gracias a esta característica, el diseño estaría preparado para trabajar con las siguientes configuraciones:

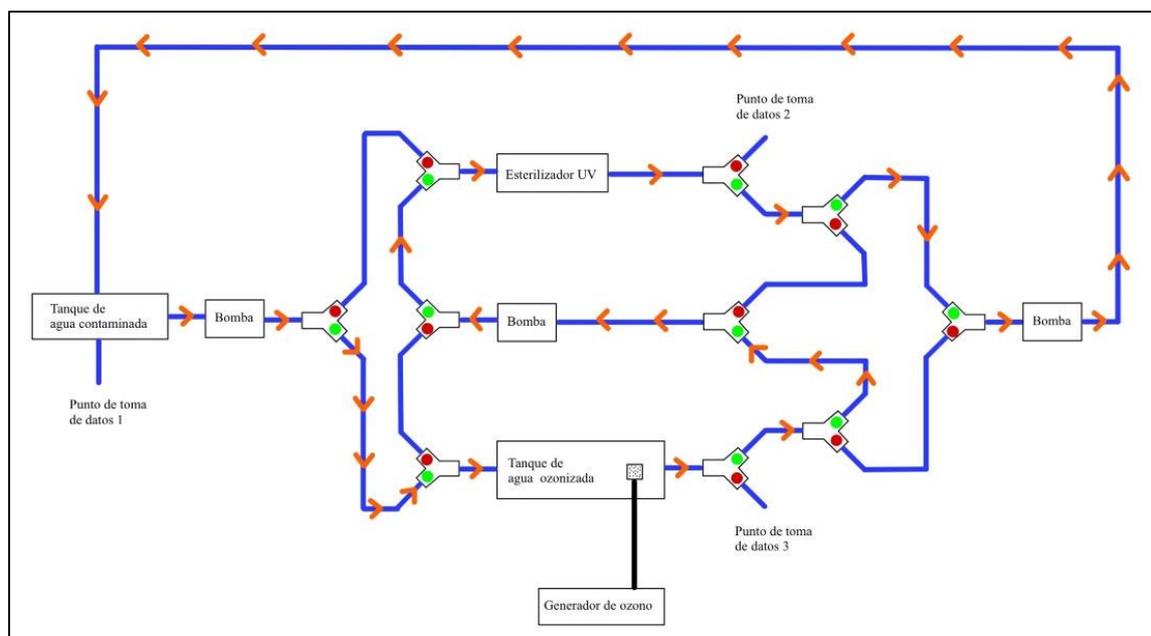
- Configuración 1: permitiría estudiar de forma aislada el rendimiento del esterilizador UV al pasar una muestra de agua contaminada un número discreto de veces.
- Configuración 2: permitiría estudiar de forma aislada el rendimiento del esterilizador UV al pasar una muestra de agua contaminada de forma continua creando un circuito cerrado.
- Configuración 3: permitiría estudiar de forma aislada el rendimiento del generador de ozono al pasar una muestra de agua contaminada un número discreto de veces.
- Configuración 4: permitiría estudiar de forma aislada el rendimiento del generador de ozono al pasar una muestra de agua contaminada de forma continua creando un circuito cerrado.
- Configuración 5: permitiría estudiar el rendimiento combinado del esterilizador UV y del generador de ozono al pasar una muestra de agua contaminada un número discreto de veces por dichos elementos respectivamente.
- Configuración 6: permitiría estudiar el rendimiento combinado del esterilizador UV y del generador de ozono al pasar una muestra de agua contaminada de forma continua por dichos elementos respectivamente creando un circuito cerrado.
- Configuración 7: permitiría estudiar el rendimiento combinado del generador de ozono y del esterilizador UV al pasar una muestra de agua contaminada un número discreto de veces por dichos elementos respectivamente.
- Configuración 8: permitiría estudiar el rendimiento combinado del generador de ozono y del esterilizador UV al pasar una muestra de agua contaminada de forma continua por dichos elementos respectivamente creando un circuito cerrado.

Las válvulas de tres vías serían el elemento clave a la hora de dotar al circuito de tal versatilidad. Ellas constituirían el componente de mayor importancia a la hora de permitir aislar, combinar y conmutar los distintos actuadores del reactor, de forma que surgieran las 8 configuraciones disponibles presentadas. En el circuito, las válvulas de tres vías están representadas de la siguiente manera:



**Figura 3-8. Representación válvula de tres vías.**

Éstas, cuentan con dos válvulas en dos de sus entradas, válvulas que les permiten redirigir el flujo hacia donde se desee. Son elementos pasivos una vez configurados y estancos tanto al gas como al líquido. Para mostrar cómo sería el recorrido del agua a través del circuito, se va a presentar a continuación la configuración número 8, por ser esta una de las más complejas, como ejemplo. Se simplificará el circuito para facilitar la visualización del recorrido del agua, que es nuestro objetivo actual.



**Figura 3-9. Configuración número 8 simplificada.**

Como se acaba de indicar, la Figura 3-9 representa la configuración número 8. Si iniciamos el recorrido desde el tanque de agua contaminada, vemos como inicialmente ésta pasa por la primera bomba. Ésta empuja el agua contaminada hasta la primera válvula, que la dirige hacia su derecha (con respecto a la entrada). A continuación, llega a una segunda válvula, que encamina el flujo hacia el tanque de agua ozonizada, primer elemento de importancia en el circuito. A continuación, el agua sale de este tanque y pasa a través de tres válvulas, que dirigen el caudal hacia una segunda bomba. A la salida de dicha bomba, esta atraviesa dos válvulas más, que la hacen llegar al esterilizador de luz ultravioleta. Una vez atravesado el esterilizador, el flujo es redirigido hasta el tanque, cerrándose el circuito.

Continuando con una visión general del circuito, analicemos ahora las bombas. Por un lado, se estimó conveniente que éstas fueran peristálticas, con el objetivo de eliminar los elementos mecánicos de esta como una posible fuente de contaminación externa. En un primer momento, se estimó oportuno el uso de tres bombas; una para bombear el agua del tanque de agua contaminada, otra para bombear el agua cuando esta se encontrará a mitad del circuito y, por último, otra que le diría la suficiente presión al caudal como para que este pudiera ser redirigido de vuelta al tanque de agua contaminada tras haber sido sometida ésta al proceso de depuración determinado.

El sistema contaría con 6 materiales que entrarían en algún momento en contacto con el flujo de agua contaminada: el cristal de los tanques, el plástico de los tubos que conducen el fluido a través de todo el circuito, el acero inoxidable del esterilizador de luz ultravioleta, la camisa de cuarzo del esterilizador de luz ultravioleta, el latón de las válvulas de tres vías y, por último, la piedra difusora del generador de ozono. Por lo tanto, todas las experiencias que se realizaran en el reactor debían de ser con contaminantes que no reaccionaran químicamente con ninguno de estos elementos.

Como uno de los requerimientos establecidos era poder modificar el caudal, cada bomba contaría con un potenciómetro acoplado que le permitirá aumentar o disminuir su régimen de trabajo. Del mismo modo, con el objetivo de poder monitorizar el caudal a lo largo del circuito, se instalarían tres caudalímetros: uno en la entrada del tanque de agua contaminada, otro en la salida del esterilizador de luz ultravioleta y otro en la salida del generador de ozono. De esta forma, independientemente de la configuración escogida, un operador siempre podría ser conocedor del caudal de salida del circuito.

Controlando el caudal, podríamos modificar el tiempo que el agua estuviera expuesta a la radiación ultravioleta, otro de los requisitos del sistema, lo que repercutiría directamente en la cantidad de energía fotónica traspasada desde la lámpara al contaminante. Sabiendo el diámetro de salida del esterilizador y el caudal, a través de la lectura en el caudalímetro, seríamos capaces de monitorizar este tiempo.

Continuando con las especificaciones relacionadas con la lámpara de luz ultravioleta, otro de nuestros anhelos consistía en poder modificar la frecuencia de emisión de la lámpara. De esta forma, seríamos capaces de ajustar el haz a la absorbancia de la estructura molecular del compuesto en cuestión. Esto tendría que realizarse a través de un conmutador físico o electrónico que permitirá seleccionar la frecuencia deseada.

Pasemos ahora con las especificaciones relacionadas con el ozono. Por un lado, el generador de gas ozono debería de contar con un potenciómetro. De esta forma, se podría modificar la cantidad de ozono producida por el generador. Sin embargo, con el potenciómetro exclusivamente, no sería suficiente para conocer la cantidad de éste gas creado por el generador. Por lo tanto, sería necesario acoplar al sistema un detector de gas ozono que midiera instantáneamente su nivel, de forma que fuera posible llevar un registro de lo producido. No obstante, aunque sería importante saber la cantidad de gas producida, más importante aún sería saber la cantidad de gas que queda disuelto en el agua contaminada, pues es este el que tiene posibilidades de reaccionar con los contaminantes disueltos en ella. Habría, del mismo modo, que instalar un sensor capaz de medir la cantidad de ozono disuelta a la salida del tanque de agua ozonizada.

Antes de concluir en el ámbito del ozono, se debe de asegurar su disipación hasta niveles seguros para la salud humana. El ozono es un oxidante extremadamente potente, una sustancia peligrosa con graves efectos para la salud, ya que es mortal si se inhala, provoca quemaduras graves en la piel y daños oculares, daña los órganos tras exposiciones prolongadas o repetidas, es muy tóxica para la vida acuática, con efectos duraderos, puede causar o intensificar el fuego (debido a su poder oxidante) y causar lesiones oculares graves. Además, se encuentra en evaluación como alterador endocrino [28]. Por todos estos motivos, es de vital importancia que los niveles de ozono en el laboratorio donde vaya a instalarse el equipo estén monitorizados para que salten las alarmas en momentos en los que se superen los límites. Si el generador de ozono produce una cantidad de ozono mayor a la que se puede disipar directamente al medio, en base a la normativa, se debería de instalar en el reactor un absorvedor de gas ozono. Según el documento "*Guías de calidad del aire de la OMS relativas al material particulado, el ozono, el dióxido de nitrógeno y el dióxido de azufre*", la concentración en aire de este debe de ser de  $100 \mu\text{g}/\text{m}^3$  [29].

Prosiguiendo con el estudio de requerimientos, pasamos ahora a la temperatura. El objetivo sería que todas las variables del sistema se mantuvieran constantes para estudiar la variación de una sola variable (en este caso la concentración de contaminante en el agua). La temperatura es otra de las variables que podría modificar su valor a lo largo del proceso de depuración, sobre todo por el calor que irradia la lámpara de luz ultravioleta, que es mayoritariamente absorbido por el agua cuando atraviesa la camisa del esterilizador. Para poder mantener constante la temperatura del agua, habría que incluir en el circuito un sistema de monitorización y actuación, probablemente de refrigeración. De esta forma, nos aseguraríamos que esta no pasara a convertirse en un factor molesto.

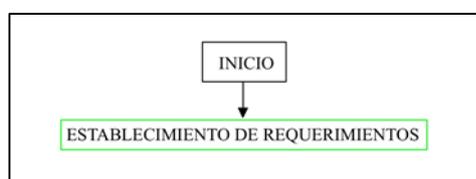
Las ultimas variables a tener en cuenta serían las propiedades del agua. Estas, siguiendo el mismo planteamiento lógico de razonamiento que con la temperatura, deberían de mantenerse constantes durante todo el proceso. Para ello, habría que monitorizarlas y poder actuar sobre ellas. La monitorización podría llevarse a cabo con sensores como medidores de pH o de conductividad. Para mantenerlas constantes, habría que preparar disoluciones específicas para la experiencia de forma que no reaccionaron con el contaminante en cuestión, pero permitiesen mantener estos valores estables.

Una vez construida la planta piloto, requerimos que las características físicas del circuito en sí no pudieran variar; características como la altura a la que se encuentran los tanques o la longitud del circuito. Así conseguiríamos que inconvenientes en el circuito como las perdidas por rozamiento fuesen siempre constantes. De esta forma, estos factores no entrarían a influir en los resultados.

Para terminar, y siendo esta una de las cuestiones más importantes de la experimentación, realizamos un estudio sobre donde colocar los puntos de toma de datos. Llegamos a la conclusión que los lugares de mayor interés eran aquellos en los que se hubiese ocurrido algún tipo de transformación química, producido por los elementos actuadores del circuito. De esta forma, se estimó oportuno contar con un punto de toma de datos a la salida del esterilizador de luz ultravioleta y otro punto de toma de datos a la salida del tanque de agua ozonizada. Como la variable respuesta del sistema era la concentración de contaminante en el agua, consideramos de vital interés para la investigación el poder contar con otro punto de toma de datos en el tanque de agua contaminada. De esta forma, podríamos tomar muestras separadas en el tiempo y medir tanto si el proceso es efectivo o no, como el ritmo al que las reacciones químicas en el sistema tienen lugar.

Valorando todos los factores anteriormente mencionados, contaríamos con un sistema de experimentación lo más complejo posible. Éste, nos hubiera brindado la posibilidad de disponer de control activo sobre absolutamente todas las variables identificadas que ejercieran su influencia en el sistema, permitiéndonos monitorizarlas y modificarlas a nuestro antojo. Como se especificó al inicio de este apartado, sin embargo, este diseño no sería realista para nuestra aplicación. Nosotros queremos una planta piloto a escala de laboratorio que nos ofrezca toda la versatilidad posible dentro de nuestras limitaciones. El objetivo de este primer proceso de establecimiento de requerimientos era el de ser conocedores de las características con las que contaría una planta ideal, para que, a medida que fuésemos diseñando la nuestra, fuéramos siendo conscientes de las capacidades a las que íbamos renunciando, y pudiésemos ser honestos a la hora de realizar proposiciones a cerca de los resultados obtenidos con nuestro reactor.

### 3.1.5 Segundo establecimiento de requisitos



**Figura 3-10.** Apartado de la metodología de la etapa de diseño, construcción y prueba en el que nos encontramos.

Fue en este punto cuando empezó realmente la etapa de diseño que tenía como objetivo la materialización de los bocetos en un prototipo capacitado para la realización de limpieza de aguas con presencia de contaminantes por medio del proceso de oxidación fotoquímica.

Comenzamos realizando una clasificación de las variables presentes en el sistema incluyéndolas en una de las tres categorías ya mencionadas anteriormente, ajustando éstas a las restricciones que se describieron en el apartado 3.1.2 Inicio. Tras el listado de variables, encontrará la explicación del por qué se encuentran dentro de dicha clasificación.

Factores primarios:

- El contaminante en cuestión (1).
- La estructura química del contaminante (2).
- El espectro de absorción del contaminante (3).
- El rendimiento cuántico de la reacción fotoquímica (4).
- La posibilidad de aislar, combinar y conmutar las variables (12).
- El tiempo que esté expuesta el agua a la luz ultravioleta (13).
- El caudal (14).

Cómo ya se especificó en el punto 3.1.2.3 Elección de los factores y niveles, el contaminante en cuestión (1) y las propiedades que lo caracterización (2,3,4) serían una variable que eligiésemos nosotros, es decir, sería el tipo de contaminante con el que fuésemos a experimentar en un momento determinado. Con el diseño haciendo uso de válvulas de 3 vías conseguiríamos la posibilidad de aislar, combinar y conmutar las variables (12). Variando el caudal (14) con el uso de dichas válvulas seríamos a la vez capaces de alterar el tiempo en el que el agua estuviera expuesta a la luz ultravioleta (13).

Factores mantenidos constantes:

- La potencia de la lámpara de luz ultravioleta (5).
- La frecuencia de la radiación fotónica a la cual se expone el producto químico (6).
- El rozamiento del agua con los elementos del circuito (7).
- La altura de los depósitos (8).
- La potencia de las bombas (9).
- La potencia del generador de ozono (10).
- La cantidad de ozono producida por el generador (11).
- Las propiedades del agua (18).
- La longitud del circuito (19).

Si recordamos, los valores mantenidos constantes eran aquellos que no podíamos modificar a nuestro antojo, pero que a lo largo del proceso de experimentación permanecían constantes. Por un lado, para simplificar el prototipo, en concreto la instalación eléctrica, decidimos no añadir ningún tipo de potenciómetro en el sistema. Tuvimos en cuenta que los elementos que habíamos adquirido en el mercado necesitarían una potencia mínima de trabajo, y que el simple hecho de incrementar o disminuir ésta no tendría por qué implicar un aumento o decremento del producto ofrecido por el dispositivo en cuestión. Tal vez funcionase, pero era probable que la respuesta no tuviera por qué ser lineal, y como para poder tener control operativo sobre estos elementos debíamos de saber su relación de dependencia, específicamente la relación entre potencia entregada y trabajo realizado, y el objetivo del trabajado no era hallar estas interdependencias, decidimos que ajustarnos a la potencia de trabajo por defecto de los elementos eléctricos era suficientemente exigente al nivel de nuestra planta piloto.

Por ello, todos los elementos eléctricos se alimentan directamente de la corriente de pared (230 V de corriente alterna a 50 Hz). Este aspecto repercute directamente en la potencia de la lámpara de luz ultravioleta (5), la potencia de las bombas (9) y la potencia del generador de ozono (10).

La frecuencia de la lámpara de luz ultravioleta es otro factor que mantendremos constante. La capacidad de poder cambiar el espectro de emisión se podría conseguir fácilmente adquiriendo lámparas que emitan en distintas zonas del espectro. No es nuestro caso, ya que disponemos de una sola lámpara Philips TUV 25W/G25 T8 de mercurio, cuyo pico e encuentra centrado en los 54 nm. Por ello, la frecuencia de la radiación fotónica a la cual se expone el producto químico (6) será invariable, pero constante durante el proceso.

Con respecto a la generación de ozono, comprendimos que una vez encendido el sistema, éste comenzaría a producir dicho gas sin tener nosotros ningún control sobre este. No contamos en nuestro laboratorio con instrumentos de medida para esta molécula en cuestión. Por ello, no tendremos certeza de la cantidad que se está generando en cada momento. El único dato al que podemos recurrir es al de las especificaciones del fabricante, que nos garantiza un flujo de 500 mg/h.

Con respecto a las características físicas del circuito, como sabíamos que una vez configurado este no podría variar, concluimos que tanto el rozamiento del agua con los elementos del circuito (7) como la altura de los depósitos (8) y la longitud del circuito (19) serían valores que no podríamos modificar pero que permanecerían constantes durante todo el proceso.

Por último, las propiedades del agua (18). Con ellas nos referimos específicamente a la temperatura y a la conductividad. Estos valores son propensos a sufrir modificaciones a lo largo de la experiencia, sobre todo si en ella se dan combos químicos. Como lo que queríamos nosotros era estudiar una sola variable, requerimos que estos valores pudieran permanecer constante durante las experiencias.

Factores molestos:

- La concentración de ozono en el agua (16).
- La temperatura (17).

Como se comentó hace un instante, no disponemos de instrumentos para la medición de la concentración de ozono en el agua (16) ni en el aire. Por ello, no podíamos conocer la cantidad de este gas que quedaba disuelta en el agua. Como tampoco sabíamos si todo el gas que se disolvía en el medio se disipaba antes de pasar de nuevo por el reactor, no éramos capaces de saber si la concentración de ozono en el agua se mantenía constante o aumentaba lo largo del proceso. Ante tal incertidumbre, decidimos incluir este factor en la clasificación de factores molestos.

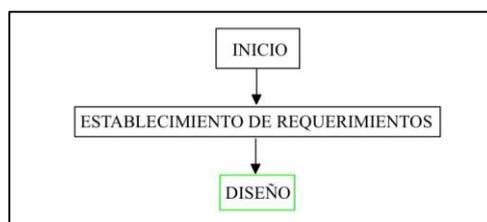
Por último, la temperatura del agua (17). Para mantenerla constante durante el proceso, habría que instalar en el tanque de agua contaminada un circuito de refrigeración/calefacción que fuera constantemente midiendo la temperatura y fuera ajustando su régimen de trabajo para mantener ésta en un valor invariable. Sin embargo, estimamos que el efecto de la temperatura en el resultado final del proceso sería poco reseñable, y que instalar un sistema como el que se requeriría para esta aplicación sería algo completamente desproporcionado para el nivel de nuestra investigación. Por ello, se desestimó la idea y se incluyó la temperatura en la clasificación de factores molestos.

### Requerimientos de diseño:

- El sistema debía de estar preparado para trabajar con distintos tipos de contaminantes.
- El sistema debía de permitir la posibilidad de aislar, combinar y conmutar las distintas variables presentes en este.
- El sistema debía de permitir modificar y monitorizar la cantidad de tiempo que esté expuesta el agua a la luz ultravioleta.
- El sistema debía de permitir modificar y monitorizar el caudal.
- La potencia entregada por el esterilizador de luz ultravioleta permanecerá constante.
- La frecuencia de la lámpara de luz ultravioleta permanecerá constante.
- La potencia de las bombas permanecerá constante.
- La potencia del generador de ozono permanecerá constante.
- La cantidad de ozono generado por el ozonizador permanecerá constante.
- El sistema debía de permitir monitorizar la temperatura del agua presente en el circuito.
- El sistema debía de permitir modificar y monitorizar las propiedades del agua con la que se esté trabajando; propiedades como el pH y la conductividad.
- Una vez configurado el sistema, la altura de los depósitos y la longitud del circuito debían de ser invariables, lo que implicaría que el rozamiento del agua con los elementos del circuito también lo sería.
- El sistema debía de contar con puntos de toma de datos estratégicamente situados que permitieran la toma de muestras para su posterior análisis.
- Preferiblemente, se debía de hacer uso de bombas peristálticas con el objetivo de que los elementos mecánicos de estas no contaminasen el agua.

Estos fueron los primeros requisitos que podríamos considerar como realistas y adaptados a nuestras necesidades y restricciones iniciales. A raíz de ellos, comenzó el diseño del primer prototipo con posibilidades de poderse llevar a cabo.

### *3.1.6 Segundo diseño*



**Figura 3-11. Apartado de la metodología de la etapa de diseño, construcción y prueba en el que nos encontramos.**

Con unos requerimientos adaptados al contexto de la situación que rodeaba el desarrollo de esta investigación, comenzamos a trabajar en un diseño funcional. Lo que hicimos fue sencillo, examinamos el primer diseño que realizamos y lo acomodamos al material con el que contábamos. Tras un análisis en profundidad, realizamos un segundo esquema para el diseño de nuestro reactor tubular de oxidación fotoquímica. Este se encuentra representado en la Figura 3-12, mostrada a continuación:

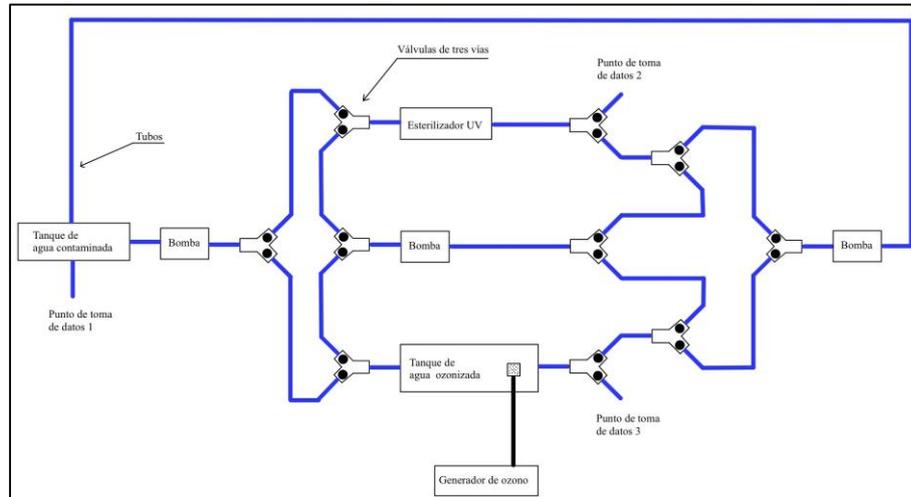


Figura 3-12. Esquema diseño preliminar 2.

Analicemos ahora el diseño inmediatamente mencionado a través de los requisitos impuestos, con el propósito de comprender como se alcanzaron los objetivos establecidos a través de dicho boceto. En este caso, no nos conformamos solo con exponer como debería de ser el diseño de forma aproximada, sino que fuimos en busca de soluciones funcionales adaptadas a nuestras necesidades. A medida que se recorramos el circuito, se presentarán las soluciones puntuales para cada uno de los elementos. Para comenzar, tras valorar los requerimientos que nos habíamos exigido para el reactor, estimamos que, como mínimo, este debería de contar con los siguientes elementos:

- Tanques para almacenar el agua contaminada.
- Bombas para empujar el agua a través del circuito.
- Tubos para conducir el agua a través del circuito.
- Esterilizador de luz UV.
- Generador de ozono.
- Zona de mezcla del ozono con el agua contaminada.
- Puntos de toma de datos.
- Fuente de potencia, para alimentar los distintos elementos eléctricos del reactor.
- Válvulas de 3 vías.

Comenzando por el primer requisito, el sistema debía de estar preparado para trabajar con distintos tipos de contaminantes. Realmente, esta característica, más que un requisito, era una consecuencia del diseño. El objetivo del reactor era tratar disoluciones de agua contaminadas a través de la oxidación fotoquímica. Por ello, un primer elemento clave del circuito serían los contenedores que iban a almacenar dicha agua.

Para la construcción del diseño expuesto, harían falta dos tanques de agua, uno para acumular el agua contaminada y otro para realizar el mezclamiento con el ozono. En un principio, se optó por usar dos tanques del mismo volumen. El laboratorio de investigación del CUD contaba con peceras de 40 litros. Estas resultaron perfectas para nuestra aplicación, por varios motivos:

Por un lado, y derivado de la ficha técnica del esterilizador de ozono, sabíamos que el reactor debía de estar diseñado para trabajar con caudales que podrían aumentar hasta los  $0,85 \text{ m}^3/\text{h}$ . Esto significaría que, en el caso de contar con una bomba que ofreciera dicho caudal, el agua del tanque de agua contaminada realizaría un ciclo completo a través del reactor en un intervalo de 2 minutos 49 segundos. La ventaja de este caudal es que permitía realizar muestreos rápidos, con lo que, consecuentemente, el tiempo de experimentación disminuía significativamente.

Por otro lado, el uso de las peceras del laboratorio nos permitió disponer de ellas desde el primer momento y evitó tener que realizar adquisiciones extra, que hubieran implicado esfuerzos logísticos y económicos, en este caso, completamente innecesarios.

Sin embargo, caímos en la cuenta de que sí los dos tanques tenían el mismo volumen, podría darse el caso de que todo el contenido del tanque de agua contaminada acabara acumulándose en el tanque dedicado a la mezcla del agua con el ozono, impidiendo la toma de datos en el tanque de agua principal. Por ello, se optó por usar un tanque más pequeño para el mezclado de ozono con el agua.

Para dar al sistema la posibilidad de aislar, combinar y conmutar las distintas variables presentes en este, se seguiría la aproximación expuesta en el apartado anterior, haciendo uso de válvulas de tres vías. La explicación de las ventajas que brindan al diseño quedó explicada en el punto 3.1.4 Primer diseño.

En un primer momento, se exploró la posibilidad de variar el caudal en el circuito por medio del uso de potenciómetros en las bombas. Sin embargo, y como se especificó anteriormente, esta opción quedó desestimada. Concluimos que las válvulas de tres vías constituirían el elemento idóneo para dotar al sistema con la capacidad de modificar el caudal. El caudal máximo es el que nos dieran las bombas, y este era un factor limitante. Por debajo de ese caudal, si se quisiera modificar éste, siempre se podría conseguir, abriendo o cerrando más o menos la primera válvula por la que el agua atravesará el sistema. Como se puede comprobar, en todas las configuraciones posibles, incluso en la más sencilla, el agua tiene que pasar por alguna válvula en algún momento de su recorrido. Por otro lado, para monitorizar el caudal, valoramos el instalar caudalímetros. Sin embargo, descartamos esta opción por varios motivos. Por un lado, los caudalímetros con pantalla eran razonablemente caros comparados con otros elementos que desempeñaban funciones de mayor importancia en el circuito. En contra partida, los caudalímetros sin pantalla contaban con un precio proporcional a su función, pero requerían de una instalación electrónica, la cual aumentaba innecesariamente la complejidad del sistema. Por ellos, la solución a la que llegamos fue que, antes de comenzar una experiencia, se configuraría el reactor de la forma en la que este fuera a ser usado. A continuación, se encendería el sistema y se realizaría una medición empírica del tiempo que le tomara a éste llenar un volumen determinado de agua. Con el tiempo y con el volumen, tendríamos el caudal. Este procedimiento se podría realizar en cualquier momento de la experiencia para determinar si a lo largo de esta se produce alguna variación del caudal.

Las válvulas de tres vías que usamos en el proyecto eran de 8mm de diámetro, adaptadas a los tubos que teníamos disponibles en el laboratorio de investigación del Centro Universitario de la Defensa.

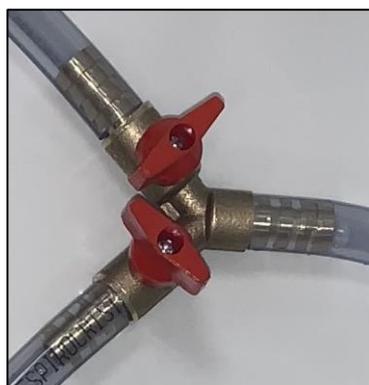


Figura 3-13. Válvula de tres vías.

Una vez teniendo control sobre el caudal, podríamos calcular fácilmente la cantidad de tiempo que estuviera expuesta el agua a la luz ultravioleta, modificando dicha cantidad a nuestro antojo. Tan solo sabiendo el volumen del contenedor de esterilizador de luz ultravioleta y el caudal, podríamos computar fácilmente dicho tiempo.

Pasemos ahora a comentar los elementos eléctricos. Como se indicó anteriormente, tanto la potencia entregada por el esterilizador de luz ultravioleta como la potencia de las bombas y la potencia del generador de ozono se mantendrán constantes durante el proceso de experimentación. Este requerimiento, lo único que demanda de nosotros, es que alimentemos a estos elementos con 230 V de corriente alterna a 50 Hz, es decir, el suministro disponible en cualquier enchufe convencional.

Continuando con las bombas de agua, nuestro primer deseo fue utilizar bombas peristálticas. Su principal ventaja es que, al no entrar en contacto la muestra de agua de trabajo en ningún momento con los elementos mecánicos de la bomba, nos asegurábamos de que no se pudieran ocasionar contaminaciones debido a ésta. A su vez, estas bombas contaban con auto cebado, lo que representaba una característica esencial para la comodidad del usuario a la hora de hacer ensayos en el reactor. Sin auto cebado, que el circuito comenzase a bombear sería un procedimiento tedioso y de obligatoria realización cada vez que se quisiera comenzar con una nueva experiencia. Independientemente de las numerosas ventajas que ofrecían, las bombas peristálticas no se ajustaban a muchos de nuestros requerimientos. El factor más reseñable fue su caudal. Las bombas peristálticas con las que contábamos en el laboratorio del CUD ofrecían un caudal máximo de  $50 \text{ ml/min}$ . Estudiamos la posibilidad de adquirir bombas peristálticas con caudal de entre  $0,65 \text{ m}^3/\text{h}$  y  $0,85 \text{ m}^3/\text{h}$ , sin embargo, para ese régimen de trabajo, solo estaban disponibles a nivel industrial y su precio se disparaba. Tuvimos que buscar alternativas.

La primera opción que exploramos fue el uso de tres bombas de lavavajillas. Su principal ventaja era el precio. Sin embargo, aunque solucionaban el problema del caudal, traían consigo otros problemas con los que antes no contábamos. Por un lado, estas bombas no auto cebaban. Por el otro, tenían que trabajar por debajo de la toma de agua, lo que obligaba a disponer todos los elementos del reactor por encima del nivel de las bombas. Por último, el tercer inconveniente, era su escasa potencia, lo que nos preocupó debido a que se podía dar el caso de que no pudieran llevar el agua a todos los elementos del reactor. Debido a todos los inconvenientes que estas traían consigo para nuestra aplicación, decidimos buscar otra alternativa.

Nuestra segunda propuesta fue el uso de bombas sumergibles. Estas podían colocarse directamente dentro del tanque de agua contaminada y dentro del tanque para mezcla de agua con el ozono. Tenían la ventaja principal de que auto cebaban. En el laboratorio del CUD disponíamos de bombas sumergibles con un caudal máximo de  $200 \text{ l/h}$ . Por lo tanto, estas eran insuficientes para el régimen de trabajo al que tenía que someterse nuestro reactor.

Encontramos en el mercado bombas disponibles para el caudal que buscábamos, y con suficiente potencia para poder implantarlas en nuestra instalación. El único inconveniente es que los elementos mecánicos de la bomba estarán en contacto con el agua contaminada, y puede que en algún momento sean un factor de contaminación indeseado. Aun así, el uso de estas bombas fue la mejor opción de entre todas las anteriores, porque:

- Disponen de auto cebado.
- Su caudal máximo es de  $800 \text{ l/h}$ .
- Pueden conectarse directamente a una fuente de 230 V / 50 Hz.
- Disponen de la potencia necesaria para llevar el agua a todos los elementos del circuito.
- Trabajan al mismo nivel que todos los elementos del circuito.

Con el uso de estas bombas, no era necesario que el circuito contase con tres, pues con dos resultaba más que suficiente para conducir el agua a través de todos los elementos del reactor. Por ello, se decidió eliminar la bomba central del circuito. Tan solo quedaría dos sumergibles, una en el tanque de agua contaminada y otra en el tanque de mezcla del agua con el ozono.

Pasando al análisis de otro elemento del circuito, como hemos comentado anteriormente, la frecuencia de la lámpara de luz ultravioleta permanecerá constante durante el proceso. Esta emite principalmente en los 254 nm. A continuación, se muestra su patrón de emisión según sus especificaciones técnicas [30]:

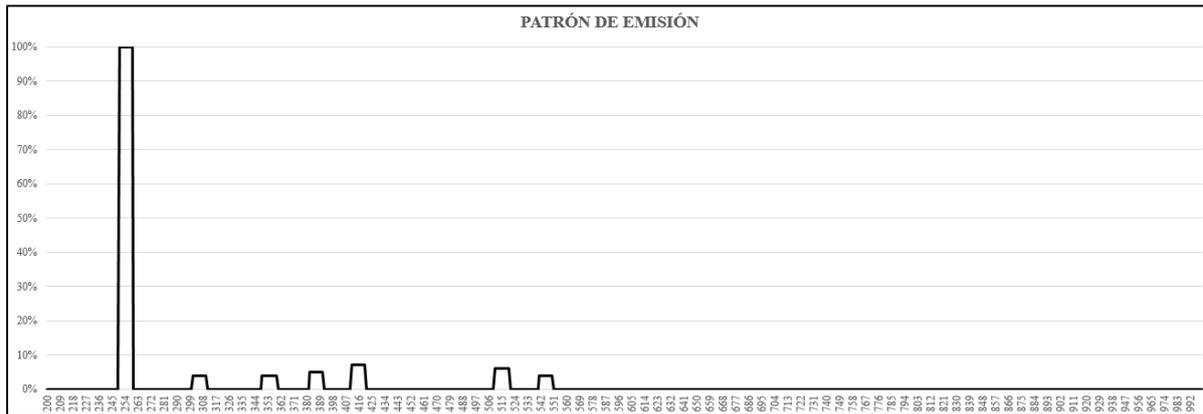


Figura 3-14. Patrón de emisión de la lámpara de luz UV.

Finalicemos viendo someramente los últimos requerimientos. Por un lado, la cantidad de ozono generado por el ozonizador debería de permanecer constante. Esta exigencia no requeriría nada de nosotros más que enchufar el generador de ozono a una fuente de corriente. Para monitorizar la temperatura del sistema, se haría uso de un termómetro, instalado en el tanque de agua contaminada. El sistema debía de permitir modificar y monitorizar las propiedades del agua con la que se está trabajando; propiedades como el pH y la conductividad. Para ello, habría que preparar en cada experiencia disoluciones neutralizadoras, e ir añadiéndolas en el tanque a medida que dichos valores variaran. Esto no será problema, ya que los tanques están abiertos y es sencillo acceder a ellos por su parte superior. Por otro lado, una vez configurado el sistema, la altura de los depósitos y la longitud del circuito debían de ser invariables, lo que implicaría que el rozamiento del agua con los elementos del circuito también lo sería. Por último, el circuito debía de contar con puntos de datos estratégicamente situados que permitieran la toma de muestras para su posterior análisis.

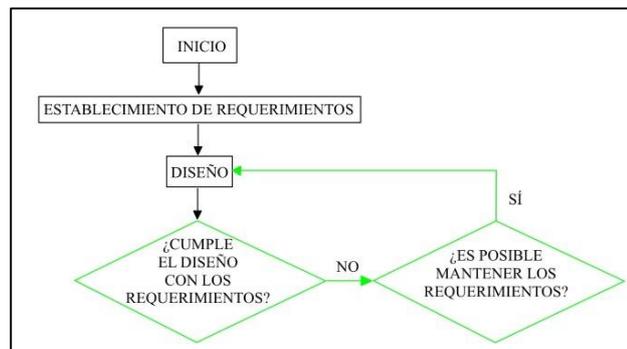


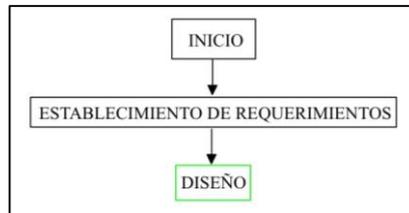
Figura 3-15. Apartado de la metodología de la etapa de diseño, construcción y prueba en el que nos encontramos.

Tras estudiar detenidamente el segundo diseño, encontramos varios inconvenientes. No obstante, estos en ningún momento comprometieron los requerimientos que habíamos establecido para el reactor. Resolvimos estos problemas, dando lugar a los siguientes cambios:

- Se optó por usar un tanque más pequeño para el mezclado de ozono con el agua.
- Se optó por el uso de bombas sumergibles.
- Se optó por el uso de dos bombas lugar de tres bombas.

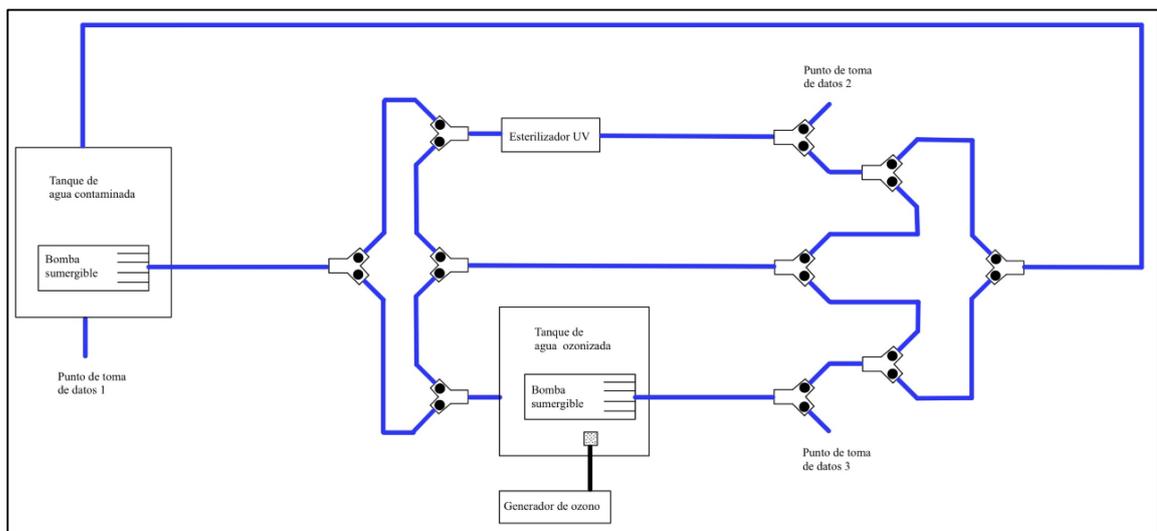
Teniendo en cuenta estos cambios, se realizó el boceto de un tercer diseño preliminar.

### 3.1.7 Tercer diseño



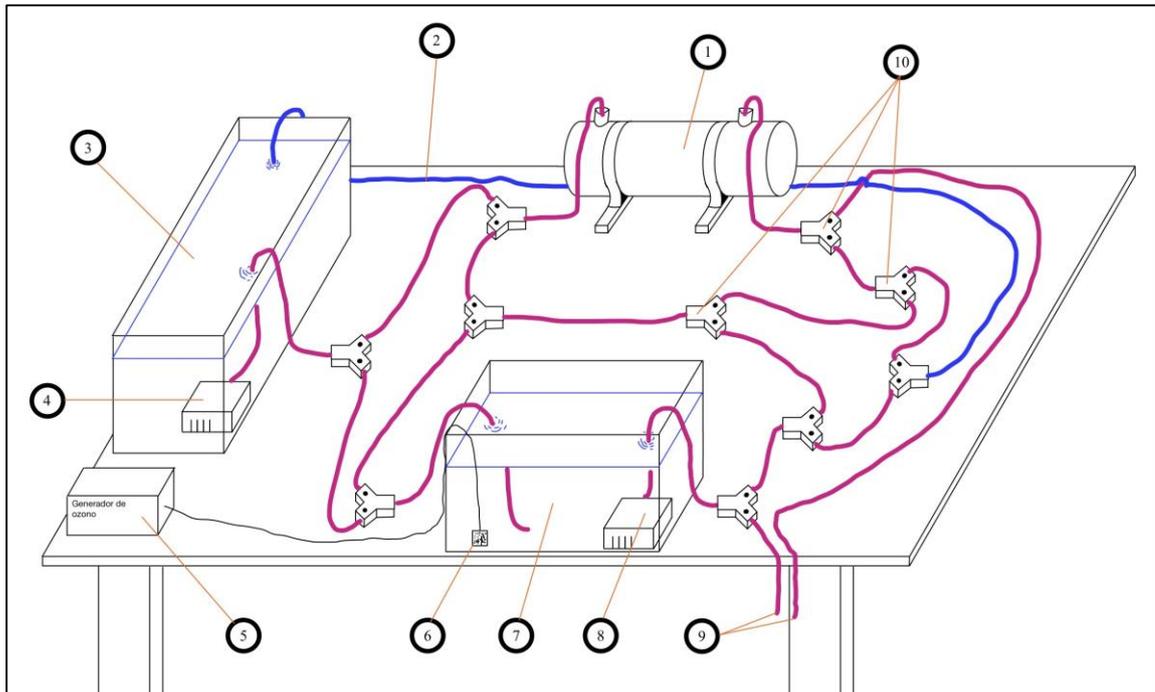
**Figura 3-16. Apartado de la metodología de la etapa de diseño, construcción y prueba en el que nos encontramos.**

Teniendo en cuenta los segundos requerimientos que elaboramos, es decir, los que estaban realmente adaptados a nuestra circunstancias, necesidades y limitaciones, y realizando los cambios permitentes a los problemas localizados en el segundo diseño, realizamos un tercer diseño, mostrado en la Figura 3-17 a continuación:



**Figura 3-17. Esquema diseño preliminar 3.**

En este momento de la etapa de diseño, en el que éste se encontraba significativamente avanzado, se decidió realizar un esquema en perspectiva del reactor con todos sus elementos ensamblados para facilitar el visualizado de cómo quedaría el montaje en el laboratorio una vez se ensamblara el sistema.



**Figura 3-18. Esquema en perspectiva diseño preliminar 3.**

Elementos del sistema:

1. Esterilizador UV.
2. Tubería de retorno para circuito cerrado.
3. Tanque de agua contaminada.
4. Bomba sumergible 1.
5. Generador de ozono.
6. Dosificador de ozono.
7. Tanque de mezcla de agua con ozono.
8. Bomba sumergible 2.
9. Puntos de toma de datos.
10. Válvulas de 3 vías.

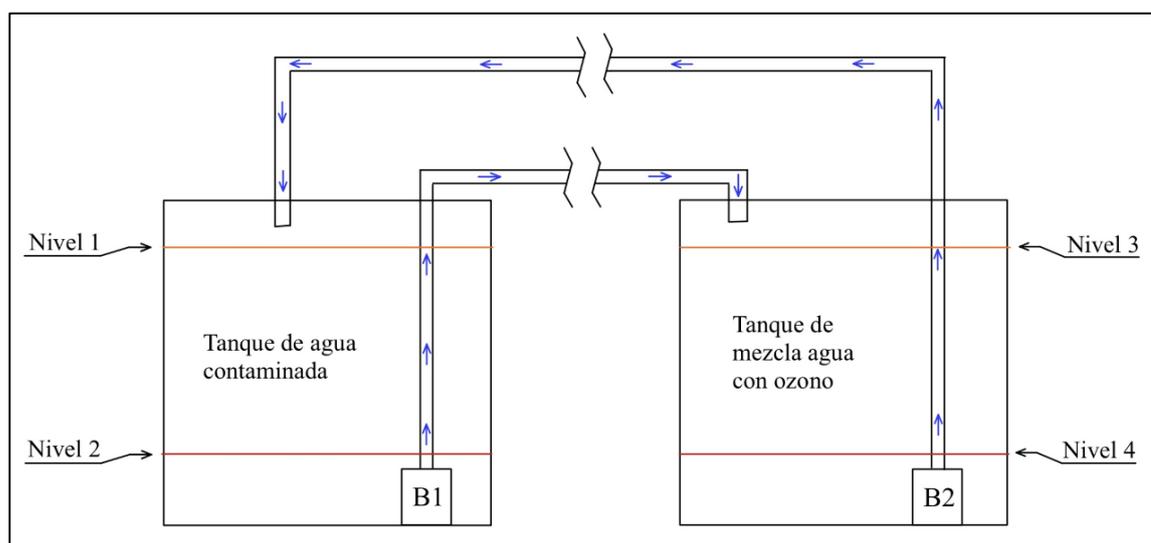
Sin embargo, tras una reevaluación en profundidad del tercer diseño, descubrimos cuatro nuevos problemas.

- Problema número 1: nivel de los tanques.

Este problema surgía al tener dos bombas en distintos tanques, pero en el mismo circuito. El quid de la cuestión era que, si las dos bombas no bombean exactamente el mismo caudal, inevitablemente con el tiempo, uno de los tanques comenzaría a perder nivel y el otro a ganarlo, lo que implicaría que una bomba comenzaría en algún momento a trabajar en vacío y un tanque acabaría rebosando. A continuación, se exponen varias de las soluciones propuestas:

#### *Propuesta número 1.*

Consiste en que un operador esté observando el nivel de los tanques continuamente. Como ventaja, tiene la simplicidad de la solución, que no requiere cambios en el diseño de ningún tipo. El procedimiento sería tal que así:



**Figura 3-19. Esquema simplificado de los tanques con sus bombas.**

Los tanques serían marcados con unas líneas de nivel (en la Figura 3-19, corresponden a los niveles 1,2,3 Y 4). B1 y B2 corresponden con las bombas sumergibles del tanque de agua contaminada y del tanque de mezcla de agua con ozono, respectivamente. El operador deberá de actuar según se indica a continuación:

- Si el agua alcanza el Nivel 1, debe de interrumpir la corriente que alimenta a la bomba 2, para evitar que rebose el tanque de agua contaminada.
- Si el agua alcanza el Nivel 2, debe interrumpir la corriente que alimenta a la bomba 1, para evitar que ésta trabaje en vacío.
- Si el agua alcanza el Nivel 3, debe interrumpir la corriente que alimenta a la bomba 1, para evitar que rebose el tanque de mezcla de agua con ozono.
- Si el agua alcanza el Nivel 4, debe de interrumpir la corriente que alimenta a la bomba 2, para evitar que ésta trabaje en vacío.

Sin embargo, esta solución no está exenta de inconvenientes, ni mucho menos. Por un lado, teniendo en cuenta que la bomba puede que llegue a trabajar en un régimen máximo de aproximadamente 800 l/h, el operador tendrá que estar constantemente pendiente del nivel de los tanques, y su margen de error será mínimo. Cortar la corriente de la bomba equivocada significaría acelerar el rebose de uno de los tanques, o incrementar el tiempo en el que alguna de las bombas estuviera trabajando en vacío. Por otro lado, esta solución obliga a que, al menos, cada vez que se quiera utilizar el reactor, se requiera de dos operadores; uno dedicado a la toma de muestras y otro dedicado al control de las bombas. Por último, pero no menos importantes, cortar la alimentación de alguna de las bombas en cualquier momento implicaría una variación del caudal, lo que repercutiría en el tiempo de exposición del fluido de trabajo, tanto con él en ozono como con la radiación UV, complicando el análisis de los resultados finales.

Llegados a este punto, concluimos que un requerimiento extra, el cual no tuvimos en cuenta al iniciar la etapa de diseño del reactor, fue que el agua que fluyera a través del circuito lo hiciera de forma continua y sin interrupciones. La solución que escogiésemos no podía provocar variaciones de caudal.

### *Propuesta número 2.*

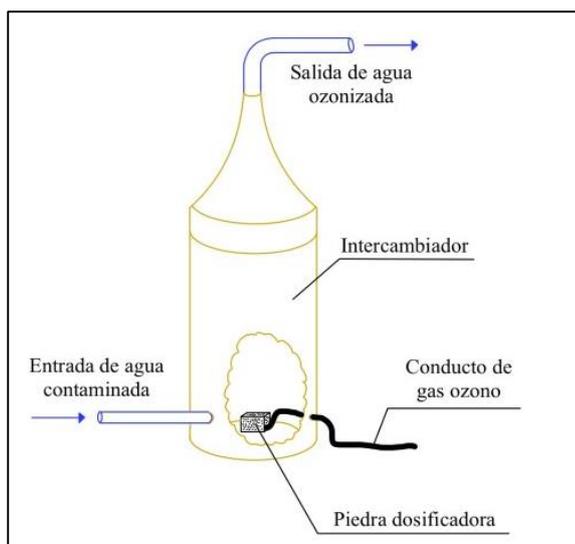
Muy similar a la propuesta de solución número 1, esta consistía en monitorizar el nivel de agua de los tanques por medio de sensores electrónicos, los cuales estarían conectados a un procesador. Exploramos implantar diferentes esquemas:

- Controladores de nivel con flotador.
- Controladores de nivel sin flotador.
- Controlar el nivel y las bombas por medio de un Arduino o una Raspberry Pi.

Esta propuesta de solución conseguía nuestro objetivo principal: que las bombas no trabajaran en ningún momento en vacío y que tampoco rebosaran los tanques. Lo lograba además sin la necesidad de ningún operador, pues el sistema funcionaría de forma completamente automática. Sin embargo, algunos inconvenientes de esta solución eran que habría que alimentar a más elementos del sistema eléctricamente y que habría que diseñar la instalación. Sin embargo, aunque hubieran requerido un esfuerzo económico, intelectual y temporal considerable pero asumible, la realidad es que esta aproximación no resolvía el problema que ya detectamos con la propuesta de solución número 1: que el agua que fluyera a través del circuito y lo hiciera de forma continua y sin interrupciones. Por ello, esta propuesta de solución fue igualmente desestimada.

### *Propuesta número 3.*

Para conseguir que el agua fluyera sin interrupciones, de forma que el caudal se mantuviera constante y no pasara a convertirse en un factor molesto, se diseñó el siguiente subsistema:



**Figura 3-20. Intercambiador de ozono.**

El dispositivo en cuestión funciona de la siguiente manera. El agua entra por la zona inferior del intercambiador (entrada de agua contaminada). Dentro del intercambiador, la piedra dosificadora libera gas ozono, que se mezcla con el flujo entrante. Ascienden ambos fluidos y se evacuan por la zona posterior. Esto tiene un doble propósito. Por un lado, pone en contacto al gas y al agua durante mayor tiempo, favoreciendo la disolución del segundo en el primero; por el otro, asegura que la totalidad de gas ozono se elimina de la cámara, evitando así que se puedan producir acumulaciones de dicho gas que deriven en una sobrepresión en el circuito y supongan un riesgo de explosión del intercambiador.

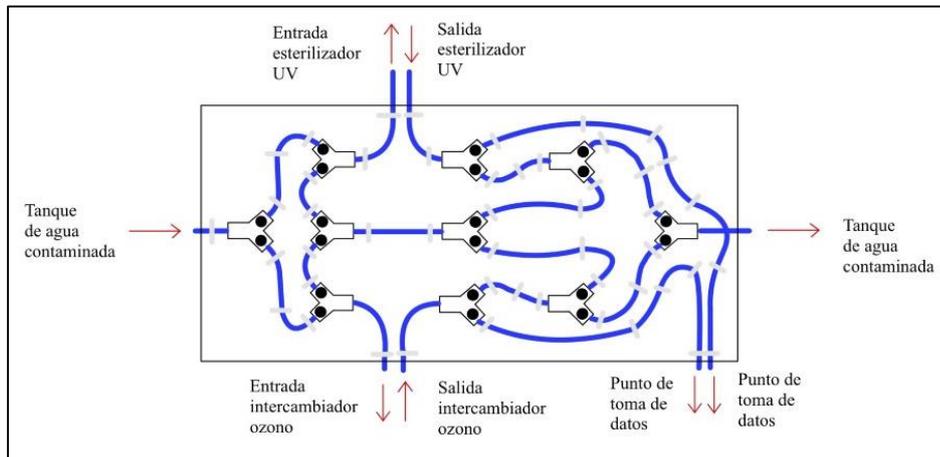
Finalmente, esta fue la propuesta que se escogió como solución al problema del nivel de los tanques.

- Problema 2: elementos alimentados por corriente eléctrica.

Este problema surge al tener que alimentar varios elementos a la vez. En concreto, el reactor tubular, en esta etapa del diseño, contaba con cuatro elementos alimentados eléctricamente: el esterilizador de luz ultravioleta, el generador de ozono y las dos bombas del circuito. Sería tedioso que cada vez que se quisiera encender o apagar uno de estos equipos, tuviera que, físicamente, enchufarse o desenchufarse dicho elemento. Por comodidad y practicidad, se decidió adquirir una regleta con interruptores, de forma que todos los elementos del equipo estuviesen siempre conectados, pero pudieran encenderse y apagarse con el simple hecho de presionar un botón.

- Problema 3: compactación del diseño.

Este problema surge al tener una instalación de fontanería relativamente compleja. Sobre todo, pensando en futuras experiencias, estimamos conveniente que la instalación en sí fuera lo más compacta posible, de forma que fuera fácil de almacenar de un año para otro y rápida, cómoda y de intuitiva de montar para la realización de nuevas experiencias. Resolvimos este problema con el siguiente diseño:



**Figura 3-21. Diseño compacto.**

Problema 4: bomba del intercambiador de ozono.

Este problema surgió tras recorrer el sistema una vez que incluimos los nuevos cambios. La cuestión fue que, al incorporar el intercambiador de ozono, nos dimos cuenta de la imposibilidad de que este elemento del circuito contara con una bomba, por no poder físicamente introducirla en el intercambiador. Tras valorarlo, consideramos que este pequeño contratiempo no supondría un gran inconveniente, por dos motivos principalmente. El primero que, tras la compatibilización del diseño, las pérdidas en tuberías serían significativamente menores, por lo que el uso de una segunda bomba para apoyar a la primera puede que no fuese tan necesario. El segundo, que todo el circuito era hermético, es decir, a lo largo del recorrido, en ninguno de los elementos se perdía la presión de la bomba, por lo que no era necesario instalar una segunda para poder seguir bombeando. Como solución, se decidió prescindir de la bomba sumergible del intercambiador de ozono, quedando una sola bomba en todo el sistema (la presente en el tanque de agua contaminada).

Tras valorar y corregir todos estos problemas, editamos el tercer diseño adaptándolo a los cambios realizados.

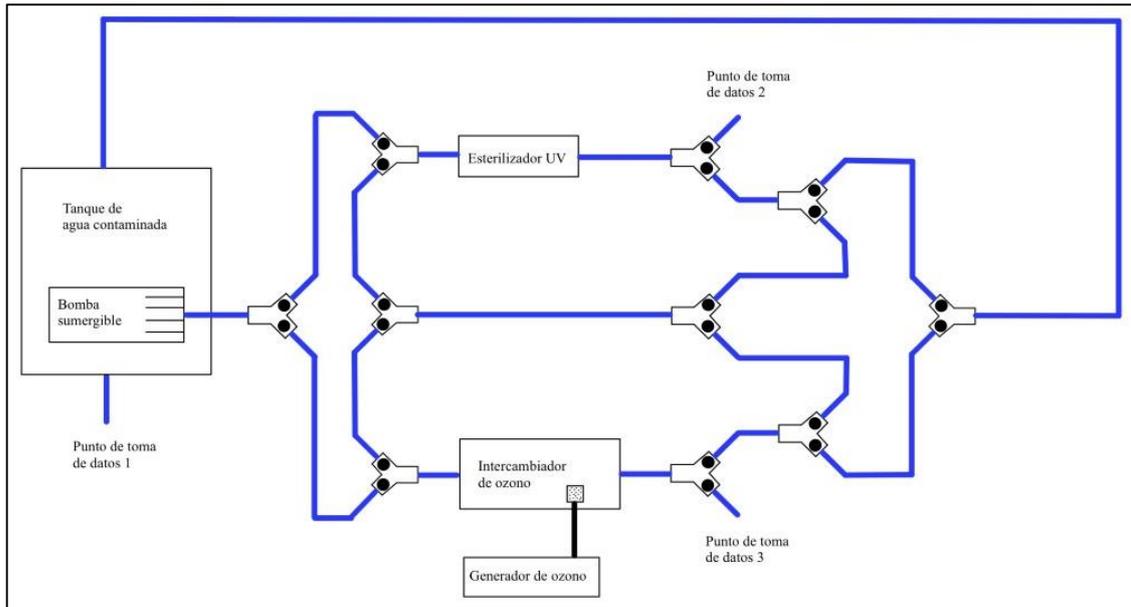


Figura 3-22. Tercer diseño modificado.

Considerando las últimas modificaciones realizadas al circuito, volvimos a representarlo de forma realista para, de nuevo, facilitar el visualizado de cómo quedaría el montaje en el laboratorio una vez el sistema quedara ensamblado.

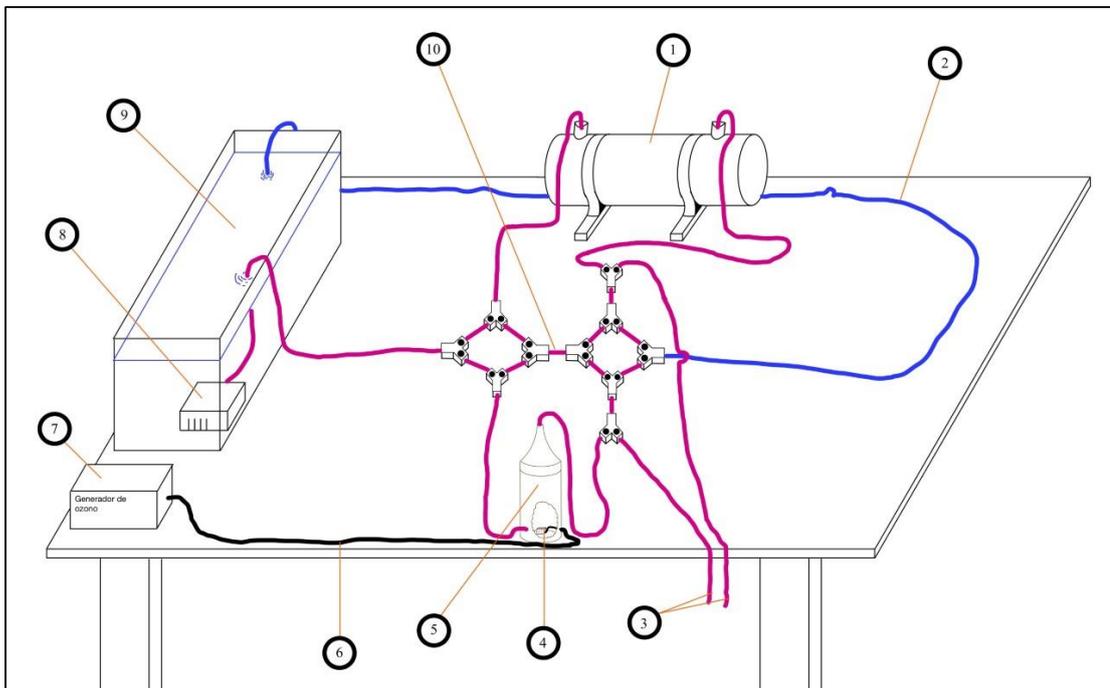


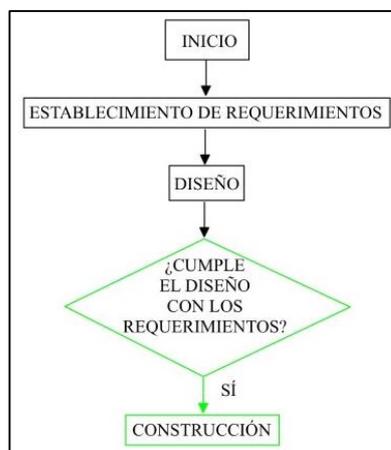
Figura 3-23. Esquema en perspectiva diseño preliminar 3 modificado.

Elementos de la Figura 3-23:

1. Esterilizador de luz ultravioleta.
2. Tubería de retorno para circuito cerrado.
3. Puntos de toma de datos.
4. Piedra dosificadora de ozono.
5. Intercambiador de ozono.
6. Conducto portador de gas ozono.
7. Generador de ozono.
8. Bomba sumergible.
9. Tanque de agua contaminada.
10. Diseño del circuito con válvulas de tres vías compactado.

Tras los últimos cambios descritos en este apartado, llegamos al punto de estar por primera vez en condiciones de comenzar con la etapa de construcción, pues desde el inicio del desarrollo del trabajo, habíamos establecido unos objetivos alcanzables a nuestro nivel, a raíz de estos objetivos habíamos realizado un diseño, habíamos recorrimos este diseño inicial en busca de deficiencias con el objetivo de corregirlas y, una vez corregidas, habíamos concluido en un diseño que consideraba e incluía todas nuestras exigencias.

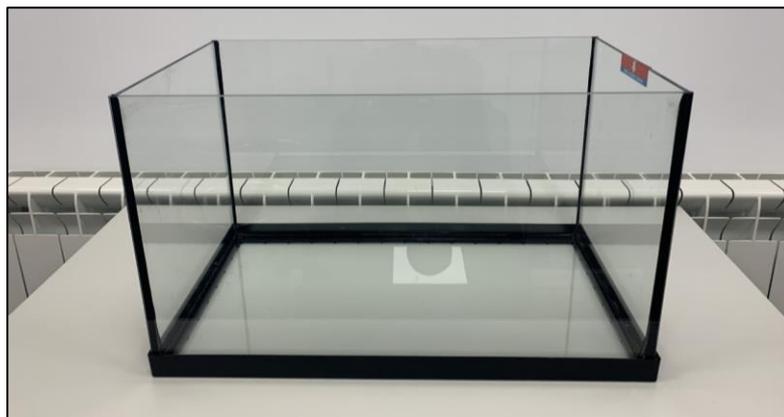
### 3.1.8 Primer prototipo



**Figura 3-24. Apartado de la metodología de la etapa de diseño, construcción y prueba en el que nos encontramos.**

Una vez alcanzado un diseño válido, el cual faltaba de carencias aparentes, el siguiente paso consistía en materializarlo físicamente en el laboratorio, con el propósito de realizar pruebas con él y verificar su idoneidad para nuestra aplicación. Dado que fue en este apartado donde comenzamos la etapa de construcción, relacionaremos la totalidad del material utilizado a lo largo de este proceso.

Comencemos con el tanque de agua. Se decidió usar los ya disponibles en el laboratorio. Estos tenían una capacidad máxima de 43,5 litros. Sus dimensiones eran de 50.7 x 29 x 34.7 cm.



**Figura 3-25. Tanque de agua.**

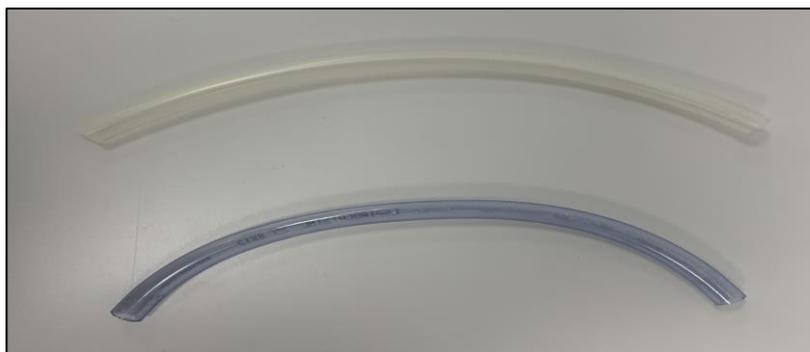
En el interior del tanque, se encontraría la bomba de agua, cuya única misión sería darle de presión al flujo a través de todo el circuito. Las especificaciones de la bomba que utilizamos eran las siguientes:

- Alimentación: 220 – 240 V / 50 Hz.
- Potencia: 16 W.
- Caudal máximo: 800 L/H.
- Altura máxima de bombeo: 155 cm.
- Temperatura máxima de funcionamiento: 35° C.



**Figura 3-26. Bomba de agua.**

Se usaron dos modalidades de tubo, según su material, para conducir el agua a través de los distintos elementos del circuito. Ambos eran de 8 milímetros de diámetro interior y 10 mm de diámetro exterior. Los tubos de un color blanquecino eran más flexibles y, en un principio, su uso iría destinado a unir puntos lejanos del circuito entre sí, por la comodidad que estos ofrecían a la hora de deformarse pudiendo dirigirlos a nuestro antojo. Por el contrario, los tubos de color azulado, mucho más rígidos, servirían para comunicar elementos cercanos entre sí.



**Figura 3-27. Tubos.**

Por último, las válvulas de tres vías. Estas tenían, al igual que los tubos, un diámetro interior de 8 milímetros. Son estancas tanto a líquidos como a gases.



**Figura 3-28. Válvula de tres vías.**

Como podrá comprobar, no se ha incluido en este apartado una imagen del intercambiador de ozono. Esto tiene fácil explicación, pues fue una acción premeditada. El intercambiador de ozono como tal, no era un elemento prefabricado con el que contásemos. Por el contrario, este tenía que ser ensamblado por nosotros mismos. Cómo en este momento no habíamos determinado aún la validez del diseño en la etapa de pruebas, valoramos lo siguiente:

Se decidió construir el reactor, pero tan solo uniendo los elementos de fontanería entre ellos; es decir, el tanque de agua contaminada, la bomba de agua, las válvulas de tres vías y los tubos. Se realizaría una primera prueba con esta disposición, en la que se analizaría la aptitud del circuito hidráulico. En caso de superar dicha prueba, se procedería a construir y probar el intercambiador de ozono, y a añadir al circuito el esterilizador de luz ultravioleta. Por el contrario, si no se superaba la etapa de pruebas, tendría que valorarse si se podrían hacer cambios en el diseño para poder cumplir con los requisitos establecidos o, en caso contrario, definir unos nuevos requisitos. El diseño del primer prototipo que quedaría montando, teniendo en cuenta lo inmediatamente comentado, sería tal que así:

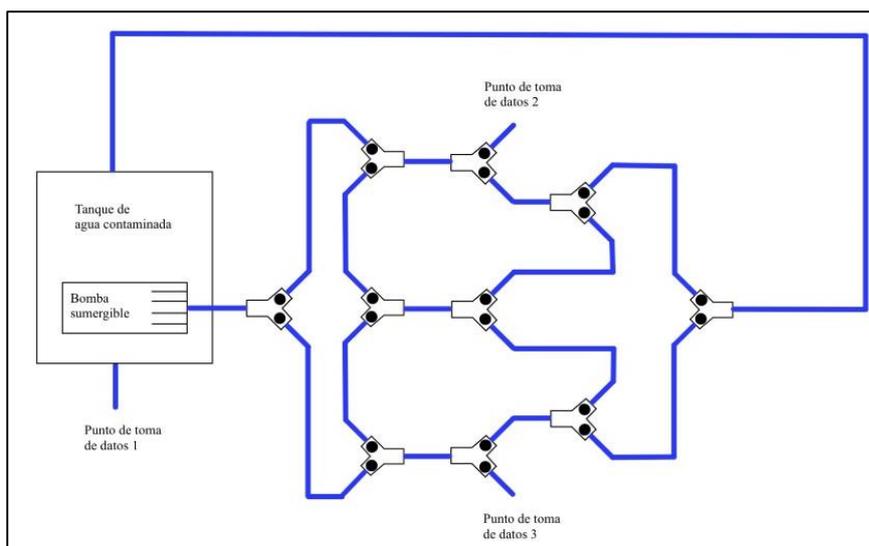


Figura 3-29. Diseño esquemático prototipo número 1.

Con este diseño en mente, comenzamos el trabajo de campo en el laboratorio. Para la unión de las válvulas de tres vías, utilizamos uniones de tubo rígido. Se recortaron 11 secciones de aproximadamente 6 centímetros para la ligadura de las válvulas entre sí, de forma que siguieran nuestro criterio de compactibilidad, y se recortaron adicionalmente dos secciones de aproximadamente 52 centímetros, que representarían los lugares en el circuito donde, en caso de superar las pruebas, más adelante serían instalados el esterilizador de luz ultravioleta y el intercambiador de ozono. El circuito resultante se muestra en la Figura 3-30 a continuación:

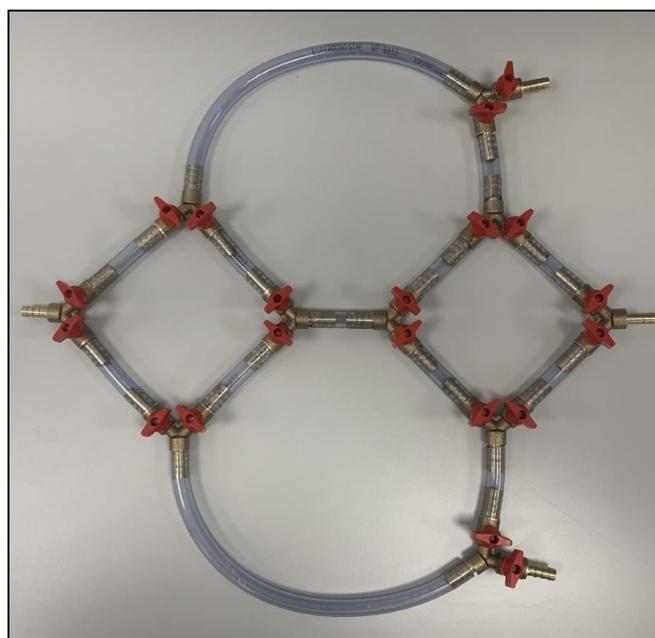


Figura 3-30. Circuito.

A continuación, solo quedó disponer el tanque de agua contaminada, y la bomba. Se unieron todos los elementos del circuito y, en la salida, se instaló un vaso de precipitados, con el objetivo de dar una lectura del caudal aproximada. El montaje completo quedó tal que así:

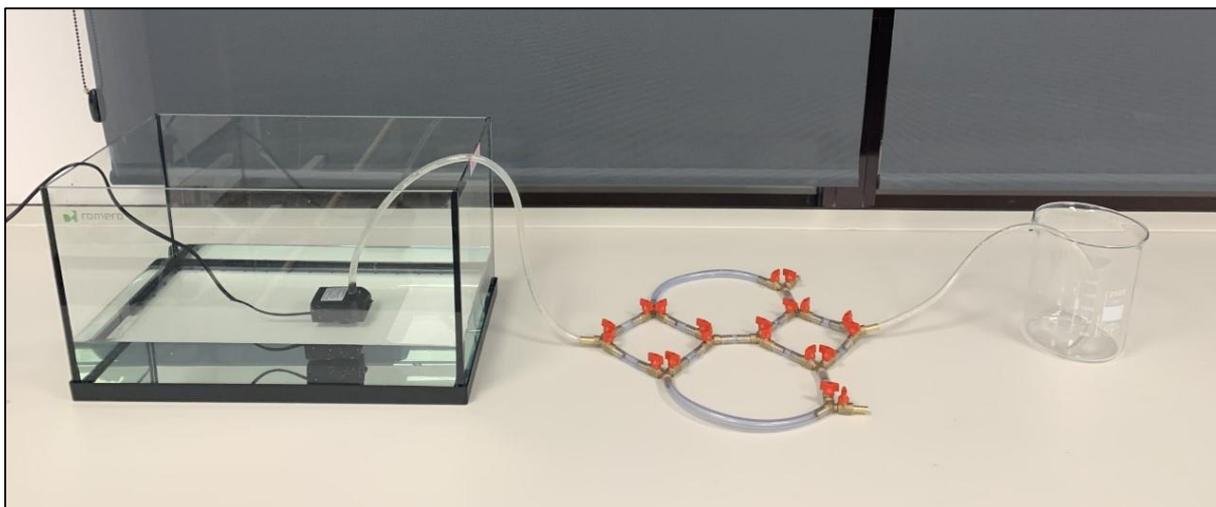


Figura 3-31. Montaje del primer prototipo.

### 3.1.9 Primera prueba

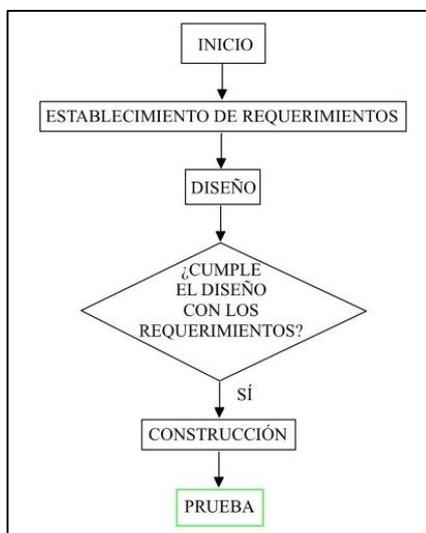


Figura 3-32. Apartado de la metodología de la etapa de diseño, construcción y prueba en el que nos encontramos.

Una vez construido el primer prototipo, pasamos a la etapa de pruebas. La primera que realizaríamos consistiría en lo siguiente: dispondríamos el sistema en una de sus configuraciones más complejas, para que el agua atravesara por la mayor parte de elementos del circuito posible. A la salida, con la ayuda de un vaso de precipitados, mediríamos el caudal. Sabiendo que el esterilizador de luz ultravioleta, según sus especificaciones, espera trabajar con un caudal aproximado de entre  $0,65 \text{ m}^3/h$  y  $0,85 \text{ m}^3/h$ , determinaríamos si en función del caudal resultante de esta configuración, dicho circuito sería válido para aplicarlo en el diseño de nuestro reactor.

Tal y como hemos mencionado, lo primero que hicimos fue escoger una configuración compleja para trabajar con el circuito de fontanería. Decidimos escoger la configuración número 8, por cumplir el criterio de complejidad y por ser con la que, llegado el caso, probaríamos el circuito en la etapa de experimentación.

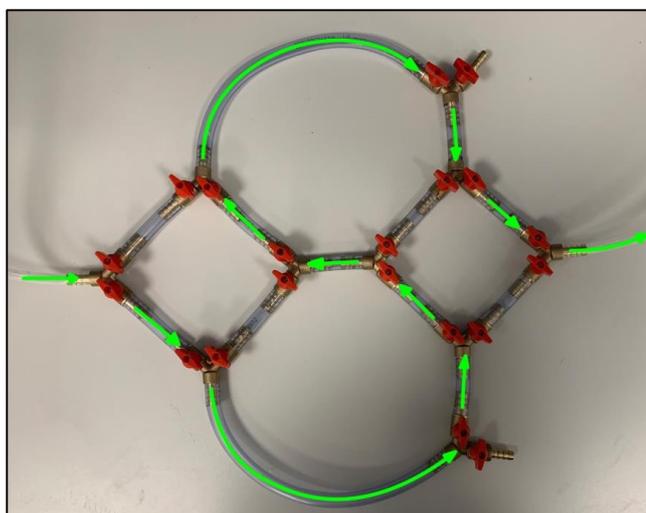


Figura 3-33. Circuito dispuesto en la configuración número 8.

Así mismo, como se indicó anteriormente, el método para medir el caudal sería el siguiente. A la salida del sistema, se había dispuesto un vaso de precipitados. Con la ayuda de un cronómetro, se calcularía el tiempo que le tomaba al circuito bombear un litro de agua. En función de este tiempo y el volumen, calcularíamos el caudal resultante con una simple cuenta. Tras encender la bomba y esperar, estos fueron los resultados obtenidos:

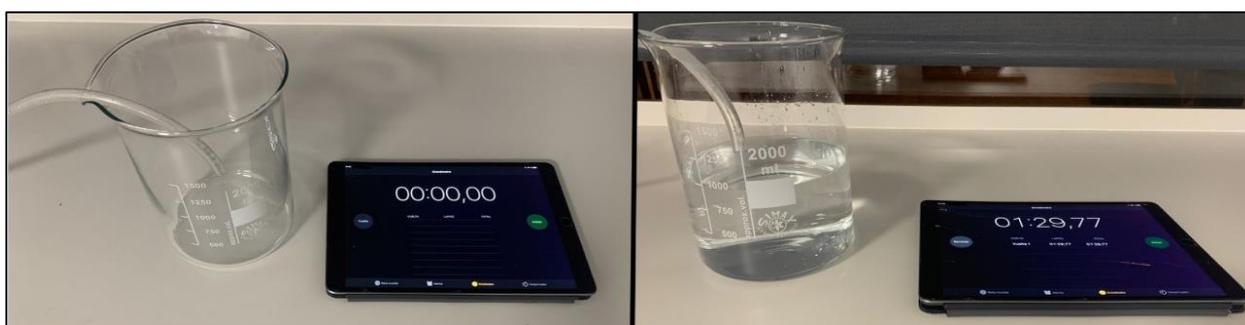


Figura 3-34. Resultados de la medición de caudal en el prototipo número 1.

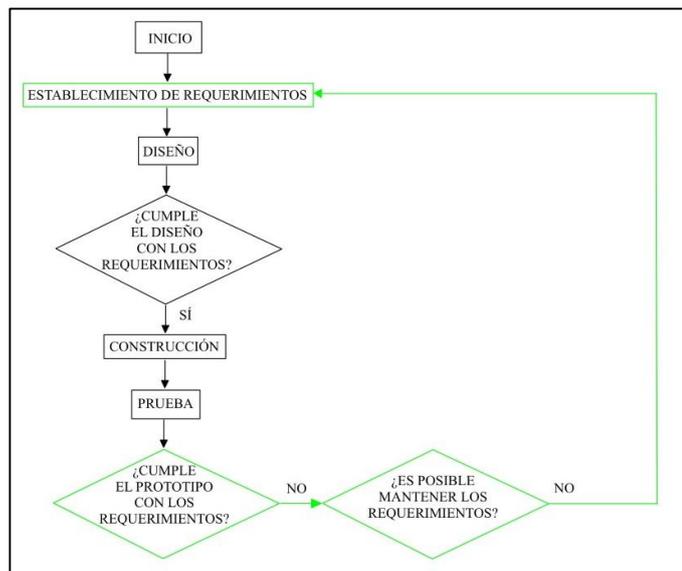
$$\frac{1 L}{1 \text{ min } 29,77 \text{ s}} = \frac{1 L}{1,496166667 \text{ min}} \times \frac{60 \text{ min}}{1 H} = \frac{40.10248413 L}{H}$$

Es decir, el caudal de salida que obtuvimos con esta configuración, era de aproximadamente 40,10 L/h, que comparado con los  $0,85 \text{ m}^3/\text{h}$  de caudal de especificación máximo para el esterilizador de luz ultravioleta, representaba un flujo unas 21 veces inferior. Fue un desconcierto para nosotros por aquel entonces el comprobar que una bomba que estaba diseñada para trabajar con un caudal máximo de 800L/h nos estuviese dando tan solo 40 L/h con esta configuración. Nuestro error fue infravalorar la influencia de las pérdidas en las válvulas, que jugaban un papel, como pudimos que comprobar, más que significativo en las pérdidas de presión debidas a los elementos del circuito. Debido a este incidente, tuvimos que replantearnos la dirección en la que iba a continuar el diseño de la planta piloto.

Uno de los caminos consistía en no cambiar los requerimientos. Este implicaría adquirir una bomba con mayor potencia y unas válvulas de mayor tamaño, con el objetivo de aumentar la presión en el sistema y facilitar el flujo del agua a través de este. Sin embargo, tras valorar esta opción, la desestimamos por la imposibilidad de hacer el acopio de material necesario debido a los tiempos de entrega, que excedían el de finalización de trabajo. Es decir, esta opción no se pudo llevar a cabo exclusivamente por cuestiones logísticas de adquisición de material.

El otro camino que se nos abrió, y el cual no tuvimos más remedio que comenzar a recorrer, fue el de reestablecer los requerimientos y comenzar con el proceso de un nuevo diseño, con el objetivo de que, antes de la finalización del trabajo, pudiésemos contar con una planta piloto en la que realizar las experiencias que nos habíamos establecido como objetivos para este periodo de tiempo.

### 3.1.10 Tercer establecimiento de requerimientos



**Figura 3-35. Apartado de la metodología de la etapa de diseño, construcción y prueba en el que nos encontramos.**

Debido a la problemática derivada de tener un caudal excesivamente pequeño, nos vimos obligados a reestablecer los requerimientos del diseño. Sin embargo, en esta ocasión, esta tarea no fue excesivamente tediosa. Realmente, el único requisito al que renunciábamos era al de poder de aislar, combinar y conmutar las variables, pues esta era la misión del diseño de fontanería específico de dicho circuito. La única consecuencia fue que dicha capacidad (12) pasó de ser un factor primario a convertirse en un factor mantenido constante, porque, objetivamente, independientemente del diseño con el que diésemos a partir de ahora, era evidente que el orden en el que entraran a actuar los factores en el problema sería invariable, es decir, constante.

Sin embargo, tras estudiarlo con detenimiento, comprobamos que no perdíamos toda la capacidad. Por un lado, la posibilidad de aislar las variables lo que nos permitía era experimentar exclusivamente con el esterilizador de luz ultravioleta o exclusivamente con el ozonizador. Ciertamente, tan solo conectando o no a la corriente a estos elementos, podíamos escoger entre si queríamos que ejercieran su influencia en las experiencias o no; así que, realmente, seguíamos contando con la capacidad de aislar las variables. Por otro lado, combinar las variables significaba poder tener ambas actuando a la vez en el mismo experimento, opción con la que, evidentemente, contábamos.

En realidad, de las tres posibilidades con las que nos brindaba el requerimiento número 12, la única que perdíamos era la de conmutar las variables de forma precisa. El diseño número 3 dirigía el agua de forma exacta primero por un elemento, y después por el otro. Sin embargo, careciendo de esta configuración, el orden en el que las variables entraran a ejercer su influencia en el problema sería menos preciso; pero aun así constante una vez comenzadas las experiencias. Teniendo todo lo comentado en cuenta, la nueva clasificación de las variables del problema quedaría tal que así:

#### Factores primarios:

- El contaminante en cuestión (1).
- La estructura química del contaminante (2).
- El espectro de absorción del contaminante (3).
- El rendimiento cuántico de la reacción fotoquímica (4).
- La posibilidad de aislar y combinar las variables (12a).
- El tiempo que esté expuesta el agua a la luz ultravioleta (13).
- El caudal (14).

#### Factores mantenidos constantes:

- La potencia de la lámpara de luz ultravioleta (5).
- La frecuencia de la radiación fotónica a la cual se expone el producto químico (6).
- El rozamiento del agua con los elementos del circuito (7).
- La altura de los depósitos (8).
- La potencia de las bombas (9).
- La potencia del generador de ozono (10).
- La cantidad de ozono producida por el generador (11).
- Las propiedades del agua (18).
- La posibilidad de conmutar las variables (12b).
- La longitud del circuito (19).

#### Factores molestos:

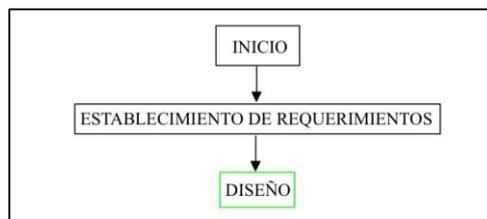
- La concentración de ozono en el agua (16).
- La temperatura (17).

Como se puede comprobar, separamos el antiguo requerimiento número 12 y lo dividimos en dos. Por un lado, el 12a, que consistía en la posibilidad de aislar y combinar las variables; por otro lado, el 12b, que consistía en la posibilidad de conmutar las variables. Considerando esta clasificación de las variables, estos fueron los requerimientos con lo que debía de contar el diseño del reactor:

#### Requerimientos de diseño:

- El sistema debía de estar preparado para trabajar con distintos tipos de contaminantes.
- El sistema debía de permitir modificar y monitorizar la cantidad de tiempo que esté expuesta el agua a la luz ultravioleta.
- El sistema debía permitir la posibilidad de aislar y combinar las variables.
- El sistema debía de permitir modificar y monitorizar el caudal.
- La potencia entregada por el esterilizador de luz ultravioleta permanecerá constante.
- La frecuencia de la lámpara de luz ultravioleta permanecerá constante.
- La potencia de las bombas permanecerá constante.
- La potencia del generador de ozono permanecerá constante.
- La cantidad de ozono generado por el ozonizador permanecerá constante.
- El sistema debía de permitir monitorizar la temperatura del agua presente en el circuito.
- El sistema debía de permitir modificar y monitorizar las propiedades del agua con la que se esté trabajando; propiedades como el pH y la conductividad.
- Una vez configurado el sistema, la altura de los depósitos, la longitud del circuito y el orden en el que los distintos actuadores ejerzan su influencia en el circuito debían de ser invariables, lo que implicaría que el rozamiento del agua con los elementos del circuito también lo sería.
- El sistema debía de contar con puntos de toma de datos estratégicamente situados que permitieran la toma de muestras para su posterior análisis.

#### 3.1.11 Cuarto diseño



**Figura 3-36. Apartado de la metodología de la etapa de diseño, construcción y prueba en el que nos encontramos.**

En este momento, en el que nos habíamos visto obligados a renunciar a la capacidad de conmutar de forma exacta las variables, tuvimos que decidir en qué instante entrarían estas a actuar en el circuito; o, dicho de otra manera, cuál sería su emplazamiento físico dentro del circuito. Con el diseño anterior, gracias a la naturaleza del circuito, podíamos hacer que el esterilizador de luz ultravioleta actuara primero y después lo hiciese el ozonizador, y viceversa. Sin embargo, sin ese diseño, hacer esto de forma precisa era algo complicado de hacer de forma precisa. Tras estudiarlo detenidamente, elaboramos el siguiente diseño:

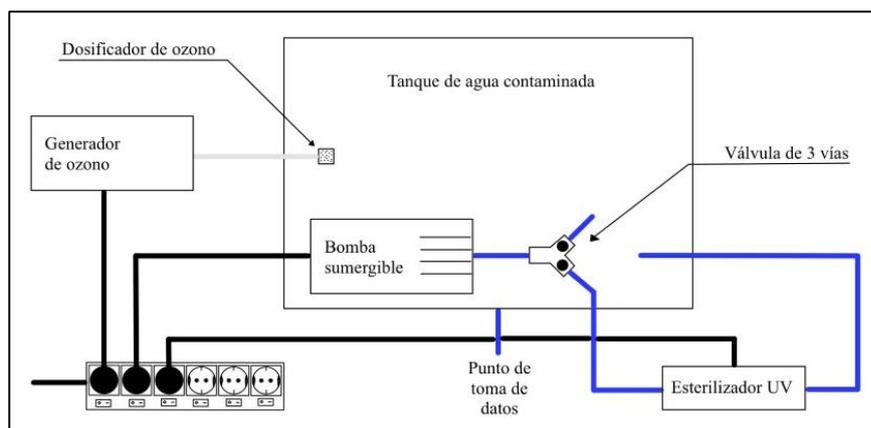


Figura 3-37. Cuarto diseño.

Analicemos como este diseño cumplía con todos los requisitos consolidados en el tercer establecimiento de requerimientos: para comenzar, el diseño está preparado para trabajar con muchos contaminantes. Los únicos con los que no se garantizaba un buen desarrollo de la etapa de experimentación son aquellos que fueran propensos a reaccionar con los materiales de alguno de los elementos del circuito. Estos son el cristal de la pecera, el plástico de los tubos, la piedra del dosificador de ozono, el acero inoxidable de la lámpara de luz ultravioleta, el cuarzo de la camisa de la lámpara, el plástico de la bomba de agua, el plástico del cable de corriente de la bomba de agua y el material de las válvulas de tres vías.

Para modificar el caudal, al igual que hicimos en el segundo diseño, concluimos que las válvulas de tres vías constituirían el elemento idóneo para dotar al sistema con dicha capacidad. El caudal máximo es el que nos dieran las bombas, y este era un factor limitante. Por debajo de ese caudal, si este se quisiera modificar, siempre se podría conseguir, abriendo o cerrando más o menos la primera válvula por la que el agua atravesará el sistema. Para conseguirlo, se decidió instalar una válvula de tres vías inmediatamente a la salida de la bomba. Si se quería variar el caudal, podría hacerse de dos formas: por un lado, variando la apertura de la válvula que dirigiese al flujo hacia el esterilizador de luz ultravioleta, manteniendo la otra válvula completamente cerrada. La segunda opción sería mantener las dos válvulas abiertas, y regular el caudal con la de recirculación. Esta opción implicaba la ventaja de que, al reciclar el fluido al tanque, favorecería la agitación del agua del mismo, homogenizando la disolución de agua contaminada.

Una vez que podíamos modificar el caudal, podíamos modificar la cantidad de tiempo que el agua estuviese expuesta a la lámpara de luz ultravioleta, lo que repercutiría directamente en la cantidad de luz electromagnética que ésta recibiría.

Todos los elementos eléctricos del circuito, estos eran el esterilizador de luz ultravioleta, el generador de ozono y bomba de agua sumergible, estarían directamente conectados a la corriente de pared, es decir, 230 V de corriente alterna a 50 Hz. De esta forma, garantizaríamos que la potencia que consumían fuese constante durante todo el proceso de experimentación. Esto implicaría que la cantidad de ozono producida por el ozonizador se mantendría constante.

Al igual que como se comentó anteriormente, al disponer de una sola lámpara de luz ultravioleta, su espectro de absorción sería constante y predeterminado; era una característica de la lámpara. La consecuencia es que la frecuencia de la lámpara de luz ultravioleta permanecerá constante.

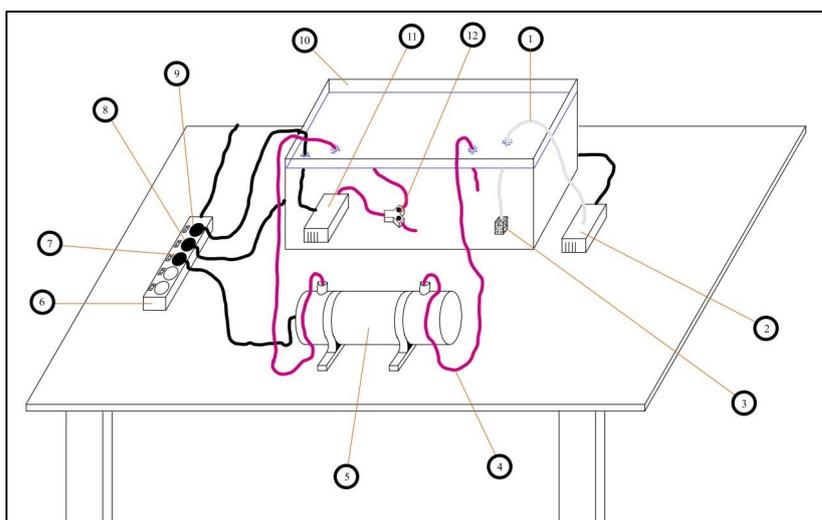
Para aislar y combinar las variables, es decir, el esterilizador de luz ultravioleta y el generador de ozono, tan solo habría que posicionar su interruptor en posición de ON u OFF según se antojase para el experimento que quisiese realizarse.

Dado que el tanque de agua contaminada estaba abierto por su parte superior, el acceso al mismo estaba garantizado. Esto permitía introducir en él todo tipo de sensores para registrar distintos parámetros, como temperatura, pH, conductividad, etcétera. A su vez, permitiría que pudiesen verse en él todo tipo de productos a lo largo del desarrollo de las experimentaciones, como por ejemplo lo podrían ser disoluciones neutralizadoras para regular el pH. Otra ventaja era la facilidad que ofrecía esta disposición a la hora de tomar muestras para su posterior análisis.

Por último, una vez configurado el sistema, la altura de los depósitos, la longitud del circuito y el orden en el que los distintos actuadores ejerzan su influencia en el circuito serían invariables, debido a que el sistema no permitía por las características de diseño realizar ningún tipo de modificación.

Así, queda explicado y justificado por qué fueron estas as decisiones que se tomaron a la hora de disponer los distintos elementos presentes en el reactor de la forma en la que establece el diseño número 4. Tras volver a recorrer el sistema en busca de deficiencias y no encontrar ninguna no ya desconocida, pasamos al siguiente apartado de la etapa de la metodología de diseño, construcción y prueba.

Al igual que se hizo con el tercer diseño y con el tercer diseño modificado, se va a presentar a continuación una imagen del cuarto diseño en perspectiva para facilitar, de nuevo, el visualizado de cómo quedaría el montaje en el laboratorio una vez el sistema quedara ensamblado.

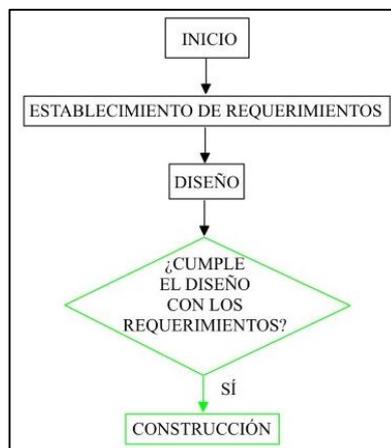


**Figura 3-38. Cuarto diseño en perspectiva.**

Elementos del diseño número 4:

1. Conducto portador de gas ozono.
2. Generador de gas ozono.
3. Piedra dosificadora de gas ozono.
4. Tubos.
5. Esterilizador de luz ultravioleta.
6. Regleta.
7. Conexión del esterilizador de luz ultravioleta.
8. Conexión de la bomba de agua sumergible.
9. Conexión del generador de ozono.
10. Tanque de agua contaminada.
11. Bomba sumergible.
12. Válvula de tres vías.

### 3.1.12 Segundo prototipo

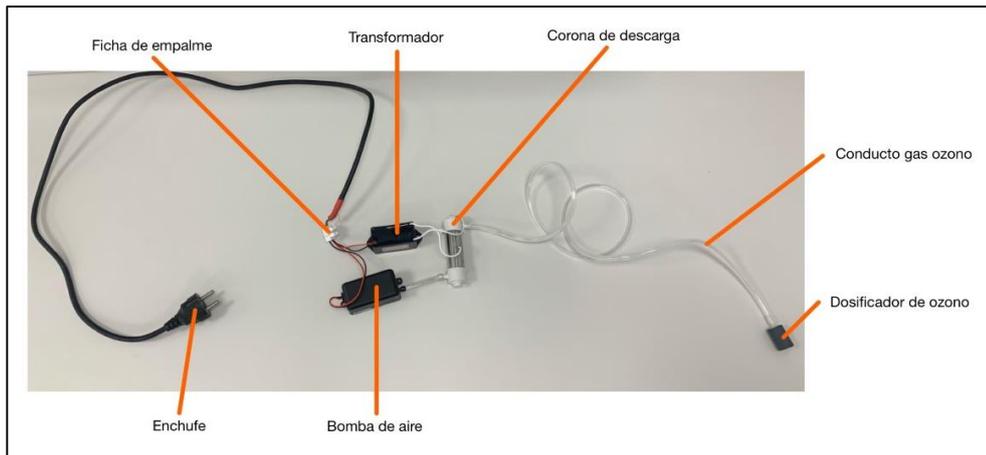


**Figura 3-39.** Apartado de la metodología de la etapa de diseño, construcción y prueba en el que nos encontramos.

Verificado el diseño, comenzamos con la etapa de construcción. Esta vez, ninguno de los elementos del boceto necesitaba ser fabricado por nosotros, como lo requería el intercambiador de ozono del diseño número 3. Por ello, comenzamos a ensamblar directamente el prototipo al completo. En este prototipo, las válvulas de tres vías, el tanque de agua contaminada, la bomba de agua y los tubos del circuito, serían los mismo que los utilizados en el prototipo número 1. Los elementos con los que no esnifamos en la primera prueba fueron el esterilizador de luz ultravioleta y el generador de ozono.

#### 3.1.12.1 Montaje del generador de ozono

El generador de ozono llegó con sus elementos sin conectar. Este contaba con un transformador, encargado de generar el voltaje de descarga, una bomba de aire, para introducir aire en la cámara donde se producía el ozono, una corona de descarga, que era el lugar donde se producía el ozono a partir del aire que bombeaba el compresor y, por último, una piedra dosificadora, para favorecer la disolución del gas en cuestión en el agua.



**Figura 3-40. Generador de ozono.**

Con una ficha de empalme, unimos la bomba de aire y el transformador a un cable que alimentaría al sistema de la corriente de pared. A continuación, cortamos secciones de tubo de plástico de 5 mm de diámetro interior para conectar la bomba de aire a la corona de descarga y la corona de descarga a la piedra dosificadora de gas ozono.

Con este montaje, hay que tener especial precaución por varios aspectos:

- El sistema no está conectado a tierra, lo que, en caso de cortocircuito, implicaría que la descarga muy probablemente la recibiría el operador.
- Hay que sumar a lo primero que el sistema está cerca de un flujo de agua, lo que aumenta el peligro y obliga a extremar las precauciones de seguridad a la hora hacer uso de él.
- El gas ozono es el mejor desinfectante existente [29], capaz de degradar tejidos orgánicos fácilmente gracias a su fuerte capacidad oxidante. El sistema produce, según las especificaciones del fabricante, 500 mg/h. La organización mundial de la salud recomienda una exposición máxima de  $100 \mu\text{g}/\text{m}^3$  en 8 horas.

Nosotros experimentaremos en el laboratorio de fluidos del centro universitario de la defensa, que tiene aproximadamente unas dimensiones de  $10\text{m} \times 3,35\text{m} \times 4,45\text{m}$ , es decir,  $150 \text{m}^3$ . Si distribuimos lo producido en una hora distribuido en este volumen, obtenemos una concentración de:

$$\frac{500 \text{ mg}}{\text{h}} \times \frac{1000 \mu\text{g}}{1 \text{ mg}} \times \frac{1 \text{ h}}{150 \text{ m}^3} = 3.333,33 \frac{\mu\text{g}}{\text{m}^3}$$

Como podemos comprobar, la cantidad de ozono generada por nuestro sistema en una hora es aproximadamente 266 veces superior a la máxima recomendada en un intervalo de 8 horas. Sin embargo, aunque la dosis a la que nos podríamos estar potencialmente exponiendo pueda parecer muy alta, no tiene por qué entrañar riesgo alguno para la salud.

Hay que tener en cuenta que nosotros producimos el ozono en el interior del agua, por lo que gran parte de éste se disuelve directamente en ésta, incapaz de ser liberado instantáneamente al aire. Por otro lado, parte del ozono reaccionará rápidamente con los contaminantes presentes en el agua, degradándose a una molécula más estable y menos dañina. Lo mismo ocurrirá con el gas que se ponga en contacto con el aire. Por último, debemos considerar que para que el ozono comience a producir efectos agudos notables para la salud, la concentración de éste debe de ser del orden de los 15 ppm, concentraciones prácticamente inalcanzables en los tratamientos convencionales.

Aun así, es de vital importancia que mientras se use el dispositivo, se mantenga bien ventilada la estancia en la que se esté experimentando, en este caso, el laboratorio.

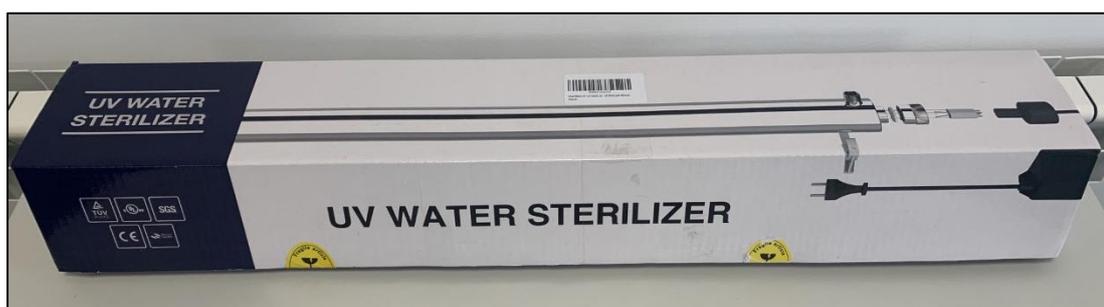
### *3.1.12.2 Montaje del esterilizador de luz ultravioleta*

A continuación, se explicará paso a paso el montaje del esterilizador de luz ultravioleta. Se ha tomado esta decisión en base a varios factores. Por un lado, uno de nuestros objetivos era el transmitir las actividades que habíamos realizado a lo largo del desarrollo del trabajo. A su vez, hemos visto la necesidad de dar a conocer el procedimiento de montaje ya que no había instrucciones de uso en la caja donde éste nos llegó y, por último, con el propósito de que, en años venideros, se pueda recurrir a este apartado del trabajo en caso de que se quiera realizar alguna experiencia con este equipo.

---

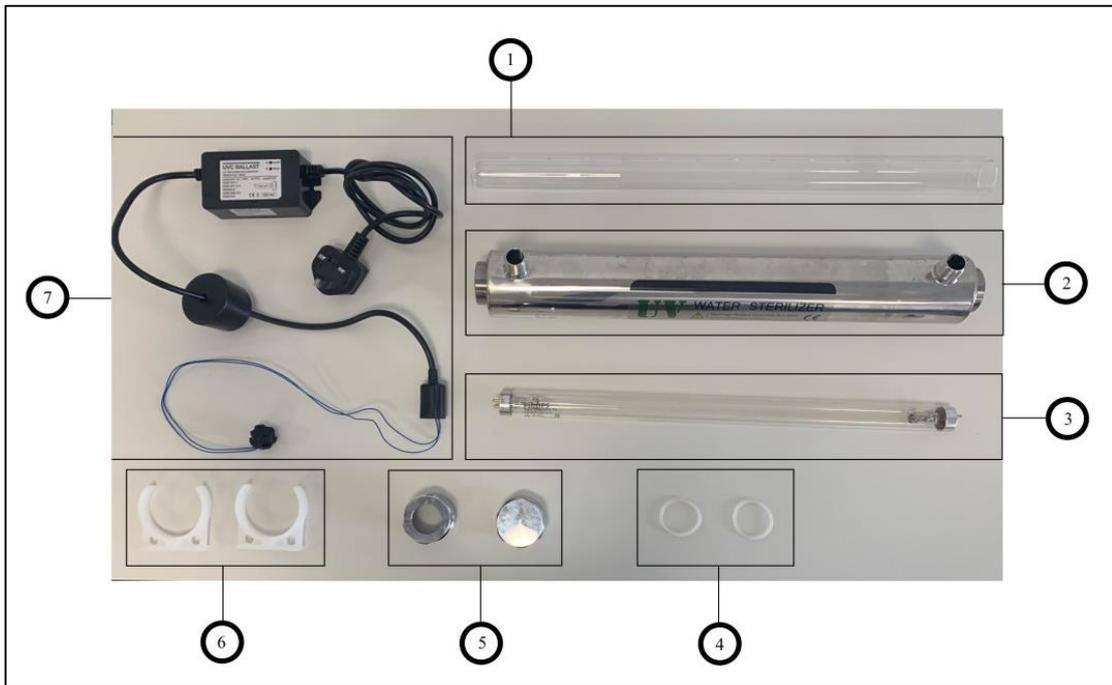
#### Instrucciones de montaje:

El esterilizador de luz ultravioleta se encuentra almacenado en la caja que se muestra a continuación:



**Figura 3-41. Caja del esterilizador UV.**

En su interior, se encuentra el siguiente material:



**Figura 3-42. Elementos del esterilizador UV.**

1. Tubo de cuarzo.
2. Carcasa de acero inoxidable.
3. Lámpara de luz ultravioleta.
4. Juntas de sellado.
5. Cubiertas.
6. Soportes.
7. Fuente de potencia.

Ahora que ya tenemos identificados todos los elementos del esterilizador de luz ultravioleta, comencemos con el procedimiento de montaje:

1. Colocar los soportes (6) en la carcasa de acero inoxidable (2) por su zona de mayor diámetro. De esta forma, la carcasa se mantendrá estable durante todo el proceso de montaje, facilitando significativamente esta operación.



**Figura 3-43. Carcasa de acero (2) inoxidable con los soportes colocados.**

2. Introducir el tubo de cuarzo (1) en el interior de la carcasa de acero inoxidable (2) por cualquiera de sus extremos. ¡PRECAUCIÓN! El tubo de cuarzo es extremadamente frágil.



Figura 3-44. Tubo de cuarzo (1) siendo introducido en el interior de la carcasa de acero inoxidable (2).

Una vez quede introducido, este debe sobresalir por ambos extremos de la carcasa de acero inoxidable, como se muestra en la imagen a continuación:



Figura 3-45. Extremos del tubo de cuarzo (1).

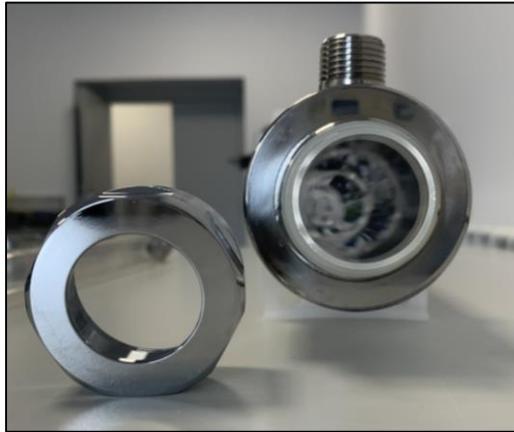
3. En cada uno de los dos extremos del tubo de cuarzo (1) se colocará una junta de sellado (4).



Figura 3-46. Extremos del tubo de cuarzo (1) con las juntas de sellado (4) colocadas.

4. A continuación, se procederá a cerrar la carcasa de acero inoxidable (2) con las cubiertas (5). Antes de realizar esta operación, se debe de tener en cuenta lo siguiente:
  - Existen dos cubiertas distintas, una que tiene realizada una perforación circular y otra que no la tiene realizada.
  - El tubo de cuarzo (1) está abierto por uno de sus extremos y cerrado por el otro.

La cubierta que tiene realizada una perforación circular cerrará el extremo de la carcasa de acero inoxidable en la que se encuentre el extremo del tubo de cuarzo que esté abierto.



**Figura 3-47.** A la derecha, extremo de la carcasa de acero inoxidable (2) donde se encuentra el extremo del tubo de cuarzo (1) que está abierto. A la izquierda, cubierta perforada (5).

La cubierta restante, cerrará el extremo de la carcasa de acero inoxidable en la que se encuentre el extremo del tubo de cuarzo que esté cerrado.



**Figura 3-48.** A la izquierda, extremo de la carcasa de acero inoxidable (2) donde se encuentra el extremo del tubo de cuarzo (1) que está cerrado. A la izquierda, la cubierta no perforada (5).

El cierre de las cubiertas es mediante rosca. Éstas deben de quedar bien apretadas, pues de lo contrario, al usar el equipo éste perderá agua. El apriete de las cubiertas para cerrar la carcasa de acero inoxidable se hará a mano, nunca con el uso de una herramienta, pues un apriete excesivo podría comprometer la integridad del tubo de cuarzo.

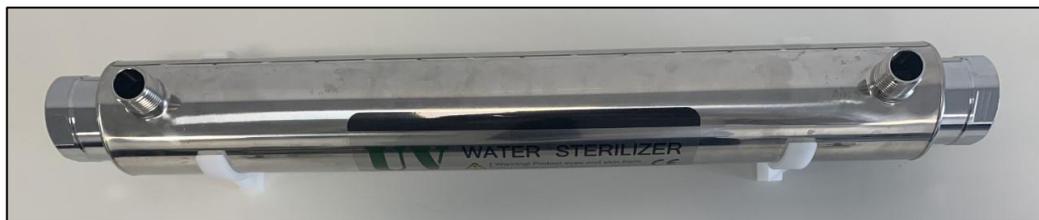


Figura 3-49. Carcasa de acero inoxidable (2) con las cubiertas (5) colocadas.

5. Conectar los electrodos de la fuente de potencia (7) a los bornes de la lámpara de luz ultravioleta (3).

En la Figura 3-50, podemos observar:

- Arriba a la izquierda, la fuente de potencia y la lámpara de luz ultravioleta sin concretar.
- A la derecha, los bornes de la fuente de potencia y de la lámpara de luz ultravioleta.
- Abajo a la izquierda, la fuente de potencia y la lámpara de luz ultravioleta conectadas.

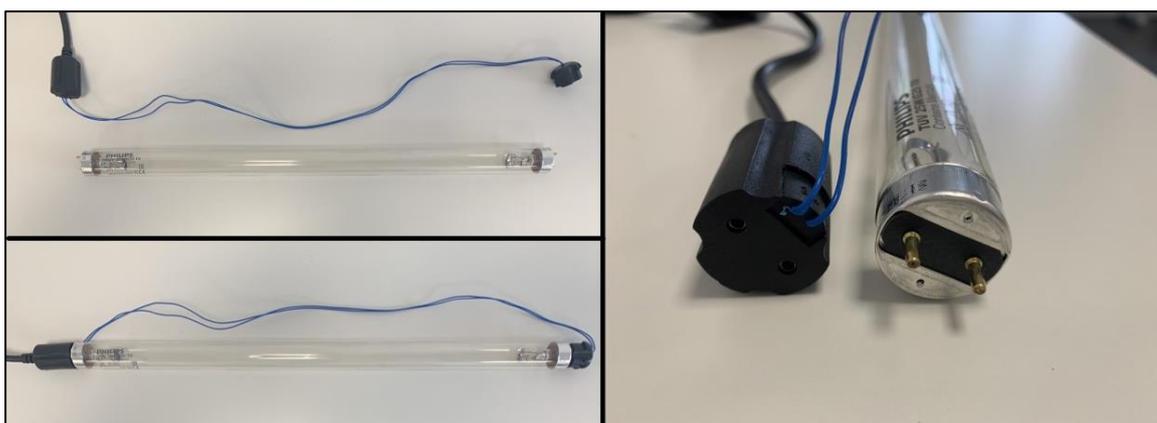


Figura 3-50. Fuente de potencia (7) y lámpara de luz ultravioleta (3).

6. Insertar la lámpara de luz ultravioleta (3) conectada a la fuente de potencia (7) a través del extremo de la carcasa de acero inoxidable (2) que tiene la cubierta perforada (5).



Figura 3-51. Lámpara de luz ultravioleta (3) siendo introducida dentro del tubo de cuarzo (1).

A continuación, cerrar la cubierta perforada abrazándola con el protector de goma negra que se encuentra en el cable de la fuente de potencia.



**Figura 3-52. Cubierta perforada (5) cerrada por el protector de goma negra de la fuente de potencia (7).**

En este momento, el sistema está preparado para comenzar a funcionar. Al enchufarlo, la lámpara de luz ultravioleta (3) se encenderá automáticamente.



**Figura 3-53. Esterilizador UV completamente montado.**

Otras consideraciones:

Se ha de tener en cuenta que el enchufe de la fuente de potencia (7) del esterilizador de luz ultravioleta es del tipo anglosajón, por lo que, para usarse en los laboratorios de investigación del centro universitario de la defensa, debe acoplarse un adaptador.

La carcasa que contiene el circuito eléctrico de la fuente de potencia (7) cuenta con dos pilotos, denominados “WORK” y “FAULT”. Cuando se enchufe la lámpara de luz ultravioleta (3), ésta se encenderá automáticamente. Si no hay ningún problema, el piloto “WORK” se encenderá de color verde. Si, por el contrario, al encender la lámpara de luz ultravioleta o durante su uso existe algún problema, se encenderá el piloto de “FAULT”, en color rojo.



Figura 3-54. Carcasa del circuito eléctrico de la fuente de potencia (7).

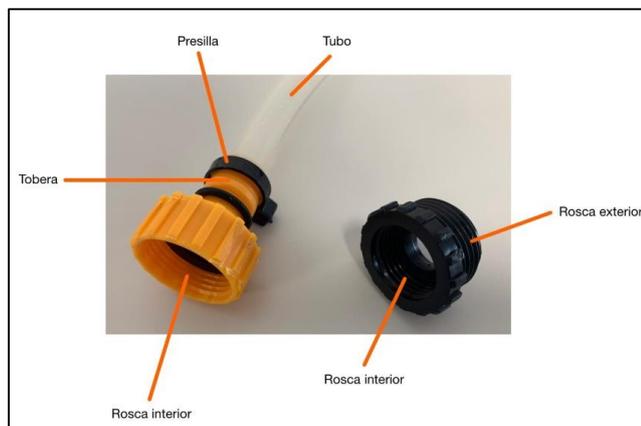
Cualquiera de los dos orificios roscados que tiene practicados la carcasa de acero inoxidable (2) perpendiculares a su eje longitudinal, puede usarse como entrada o como salida del sistema, según se desee. El esterilizador puede funcionar tanto colocado de forma horizontal como colocado de forma vertical. Si se desea trabajar con él de forma vertical, se recomienda que el cable de la fuente de potencia que alimenta a la lámpara se encuentre en la parte más alta, de forma que, si por algún casual hubiera pérdidas de agua, estas no afectarían a los elementos eléctricos del esterilizador.

Precauciones de seguridad [30]:

- Es muy poco probable que una lámpara que se rompa tenga algún impacto en su salud. Si una lámpara se rompe, ventile la habitación durante 30 minutos y recoja los restos, preferiblemente con guantes. Dépositelos en una bolsa de plástico sellada y llévela su punto limpio local para su reciclaje. No use aspiradora.
- PELIGRO: Producto ultravioleta del grupo de riesgo 3. Estas lámparas emiten radiación ultravioleta de alta potencia que puede provocar lesiones graves en la piel y ojos. Evite la exposición de los ojos y la piel al producto sin protección. Úselo únicamente en un entorno cerrado que proteja a los usuarios de la radiación.
- La lámpara contiene mercurio. Administrar de acuerdo con las leyes de eliminación.

Una vez que tuvimos el esterilizador montado, llegó el momento de unirle los tubos de entrada y de salida. Contábamos con varias alternativas para hacerlo. Las principales eran empalmado directamente un tubo rodeando a la rosca de los dos orificios que tenía practicados la carcasa de acero inoxidable perpendiculares a su eje longitudinal o, por otro lado, adquirir un adaptador normalizado para dicha rosca y unir los tubos a él. Al final, nos decantamos por la segunda opción, pues facilitaba enormemente la entrada al interior del esterilizador sin la necesidad de desmontarlo en su totalidad, lo que simplificaba significativamente las tareas de limpieza del reactor después de las experiencias.

Estos adaptadores contaban con dos elementos. Uno con rosca interior para abrazar a los orificios de entrada y salida del esterilizador y otro con rosca exterior en el que se abrazaba el segundo elemento. El segundo elemento, contaba con una rosca interior para abrazarse al primer elemento, y con una tobera de salida para dirigir el agua. A esta tobera de salida, fue a la que acoplamos los tubos que conducirían al flujo a través del circuito, tubos que aseguramos mediante el uso de unas presillas.



**Figura 3-55. Primer elemento a la derecha y segundo a la izquierda.**

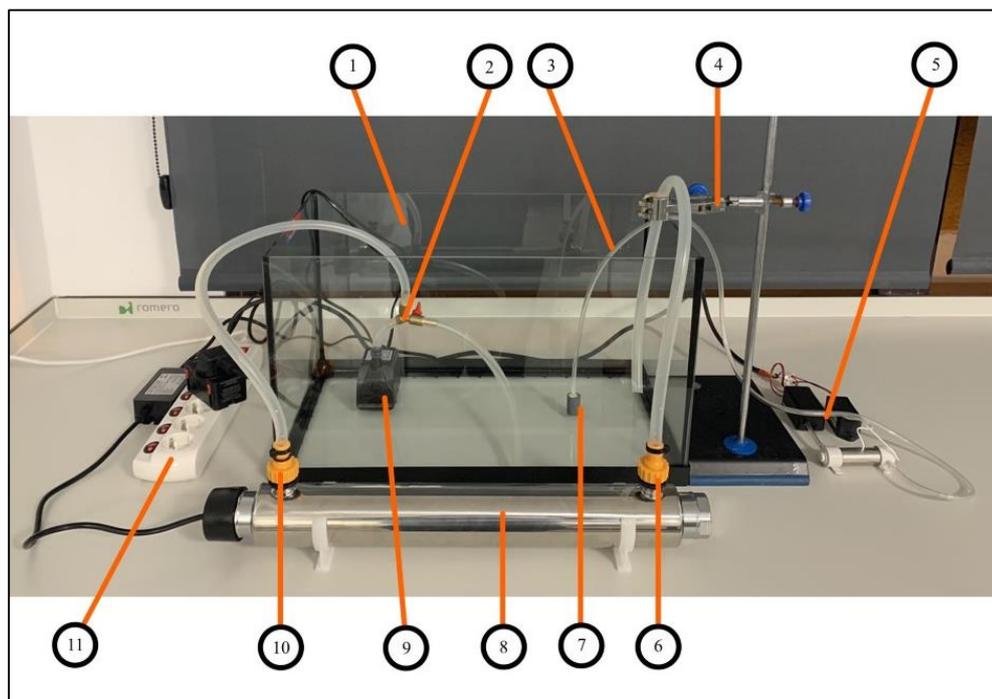
En el momento del montaje del prototipo, el primer elemento (el de color negro) fue roscado fuertemente al esterilizador de luz ultravioleta, de forma que al roscar y desenroscar el primer elemento (el de color naranja) en él, éste no abandonara su posición. El sistema completo del esterilizador quedó como se muestra a continuación:



**Figura 3-56. Conjunto del esterilizador UV montado al completo.**

### 3.1.12.3 Segundo prototipo ensamblado

Una vez montados el esterilizador de luz ultravioleta y el generador de ozono, comenzamos la construcción íntegra del segundo prototipo. A continuación, se muestra una imagen de él:



**Figura 3-57. Reactor tubular de oxidación fotoquímica.**

Principales elementos del prototipo:

1. Tanque de agua.
2. Válvula de tres vías.
3. Conducto para el gas ozono.
4. Soporte y pinza para la salida del flujo.
5. Generador de ozono.
6. Salida del esterilizador de luz ultravioleta.
7. Piedra dosificadora de ozono.
8. Esterilizador de luz ultravioleta.
9. Bomba.
10. Entrada del esterilizador ultravioleta.
11. Regleta con interruptores para los elementos eléctricos.

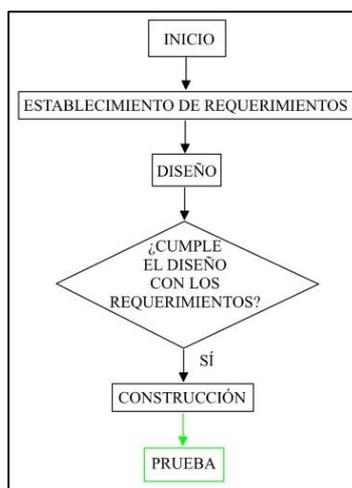
El primer elemento que emplazamos fue el tanque de agua contaminada. Alrededor suya, se dispondrían los demás sistemas. Cerca de una toma de pared, enchufamos nuestra regleta con interruptores. A ella, conectamos la bomba, el esterilizador de luz ultravioleta y el generador de ozono. La bomba se encuentra dentro de la pecera. En su salida, cuenta con un tubo de 8mm de diámetro y 6 cm de longitud, que llega hasta la primera y única válvula de tres vías del circuito. Con ella, podemos configurar el caudal. De la válvula de tres vías, salen dos tubos. El primero, conecta directamente con la entrada del esterilizador, dirigiendo el flujo hasta este elemento del sistema. El segundo tubo es el de realimentación al tanque.

En la salida del esterilizador ultravioleta se encuentra otro tubo que redirige el agua, una vez tratada, de vuelta al tanque. Para evitar que con la presión de la bomba el tubo de la salida oscile descontroladamente, pudiendo verter agua fuera del tanque, instalamos un soporte con una pinza para mantenerlo fijo en su lugar.

Por último, fuera de la pecera se encuentran todos los elementos eléctricos del generador de ozono. La salida de éste, cuenta con un conducto que lo conecta directamente con la piedra dosificadora; piedra que se encuentra dentro del tanque.

Una vez finalizada la construcción del prototipo, nos encontrábamos en condiciones de comenzar con la etapa de pruebas.

### 3.1.13 Segunda prueba



**Figura 3-58. Apartado de la metodología de la etapa de diseño, construcción y prueba en el que nos encontramos.**

Durante esta etapa, realizaríamos tres pruebas para comprobar el correcto funcionamiento de todos los elementos del prototipo. Estas consistieron en una prueba de caudal, una prueba para verificar que la lámpara de luz ultravioleta encendía y, por último, una prueba para confirmar el buen funcionamiento del generador de ozono.

Primera prueba: caudal.

Similar a la que realizamos la primera vez que, con el primer prototipo, dispusimos un vaso de precipitados a la salida del sistema, para que, en función del tiempo que tardase el volumen de un litro en completarse, pudiésemos calcular un valor aproximado del caudal del sistema. En este caso, como el circuito no contaba con la versatilidad del anterior, de hecho, solo contaba con una posible configuración, decidimos mantener la válvula que conectaba la bomba con la entrada del esterilizador ultravioleta completamente abierta y la válvula que unía la bomba con la realimentación al tanque completamente cerrada.

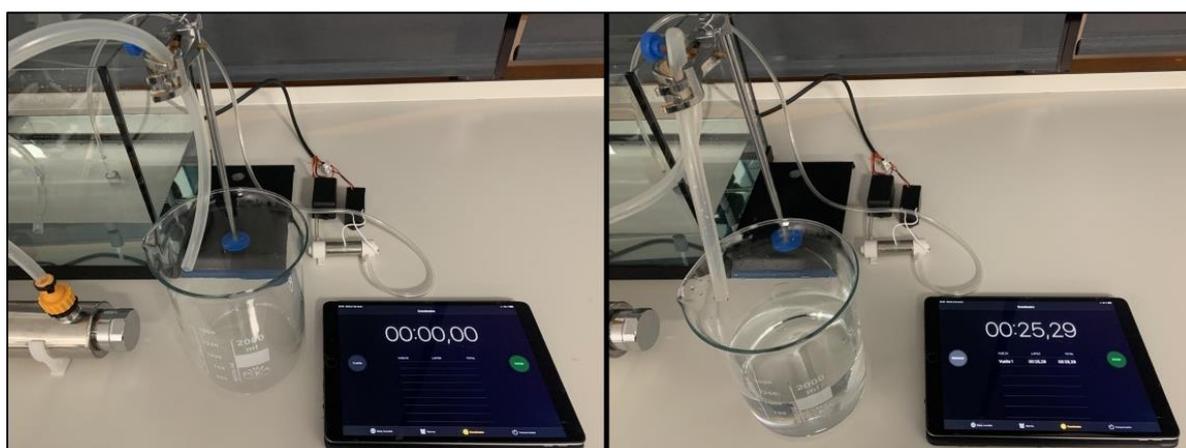
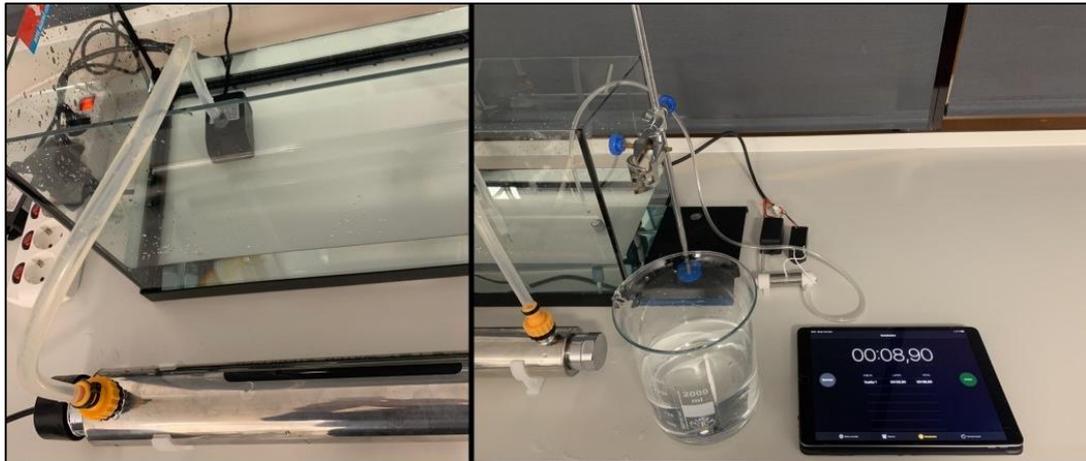


Figura 3-59. Prueba de caudal.

$$\frac{1 \text{ L}}{25,29 \text{ s}} \times \frac{3600 \text{ s}}{1 \text{ h}} = 142,34 \frac{\text{L}}{\text{h}}$$

En esta ocasión, observamos un aumento considerable del caudal con respecto a las pruebas realizadas con el primer prototipo. Concretamente, pasamos de tener un caudal de aproximadamente 40 L/h a un caudal de aproximadamente 140 L/h. El nuevo caudal era alrededor de 6 veces inferior al caudal máximo con el que el esterilizador estaba preparado para trabajar, es decir, se acercaba apreciablemente más al caudal para el que el equipo estaba dimensionado. Aun así, aunque podríamos empezar a trabajar con un flujo con estas características, a nuestro parecer, consideramos que aún era demasiado bajo, y que, a ese ritmo, los ensayos con el reactor se prolongarían demasiado en el tiempo.

Decidimos hacer otra prueba, esta vez eliminado la válvula del sistema. Aunque ésta estuviera completamente abierta, era un elemento que añadía grandes pérdidas al sistema. Conectamos la salida de la bomba directamente a la entrada del esterilizador de luz ultravioleta.

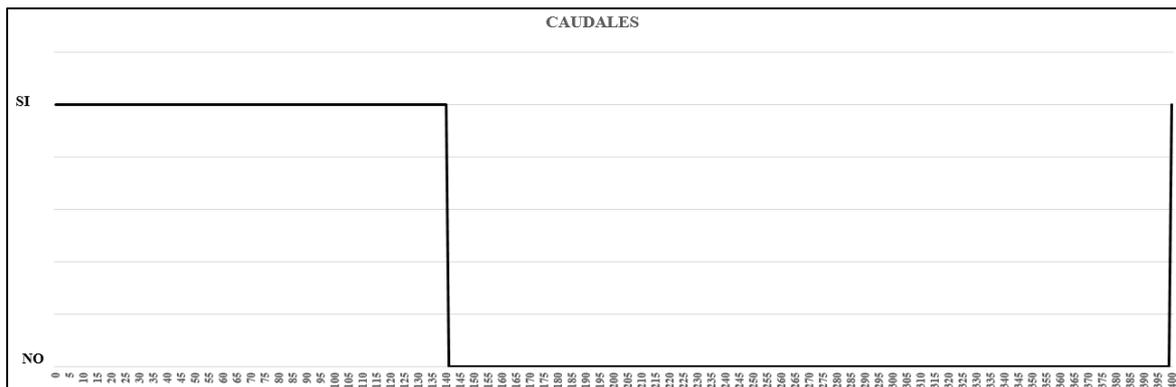


**Figura 3-60. Medida del caudal sin válvula.**

$$\frac{1 L}{8.9 s} \times \frac{3600 s}{1 h} = 404.49 \frac{L}{h}$$

En este caso, el aumento del caudal del sistema fue más que significativo. Pasamos de un caudal de 140 l/h (con una válvula completamente abierta) a un caudal de 400 L/h tan solo deshaciéndonos de dicha válvula. Este último caudal era aproximadamente 2 veces menor que el caudal máximo al que el sistema estaba preparado para trabajar, algo que por primera vez se acercaba realmente a un flujo dimensionado para este esterilizador.

En la gráfica de a continuación, se muestra de forma visual la distribución de caudales de nuestro sistema. Si colocamos la válvula a la salida de la bomba, podemos configurar el caudal entre 0 y 140 L/h. Si la quitamos y conectamos directamente la salida de la bomba a la entrada de esterilizador de luz ultravioleta, solo disponemos de un caudal de 400L/h.



**Figura 3-61. Distribución de la posibilidad de caudales.**

Con esta prueba, pudimos comprobar que nuestro diseño era capaz de trabajar con caudales apropiados para el esterilizador de luz ultravioleta.

Segunda prueba: luz ultravioleta.

La razón de ser de esta prueba fue por la imposibilidad de, una vez insertada la lámpara de luz ultravioleta en el esterilizador, comprobar con completa certeza si ésta se encontraba funcionando. Es cierto que la carcasa del circuito de la fuente de potencia de la lámpara cuenta con los pilotos necesarios para hacer esta comprobación, pero, aun así, queríamos ser nosotros mismos los que lo verificásemos en visual. Conociendo la peligrosidad de la radiación emitida por esta fuente, la prueba consistió en encender la lámpara, teniendo ésta prácticamente introducida al completo en el interior del esterilizador y, una vez que comprobásemos su encendido, apagarla inmediatamente después.

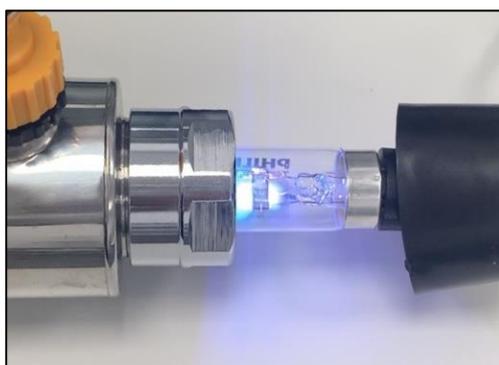


Figura 3-62. Lámpara UV encendida.

Tercera prueba: generador de ozono.

Por último, probamos si el generador de ozono funcionaba correctamente. Para ello, introducimos la piedra dosificadora en agua, y encendimos la bomba. El burbujeo nos indicaba que el generador trabajaba en buenas condiciones. Se ha de reseñar que, por no disponer de un detector de gas ozono, en realidad no sabemos con certeza si se está produciendo dicho gas. El burbujeo es solo indicador de que la bomba de aire funciona. Ahora bien, el sistema está montado tal y como especificaba el fabricante, y el burbujeo era evidente, por lo que asumir que se está produciendo gas ozono es una proposición fundamentada. Eso sí, para verificarlo a ciencia cierta, habría que medir el nivel de ozono cerca de la piedra dosificadora.

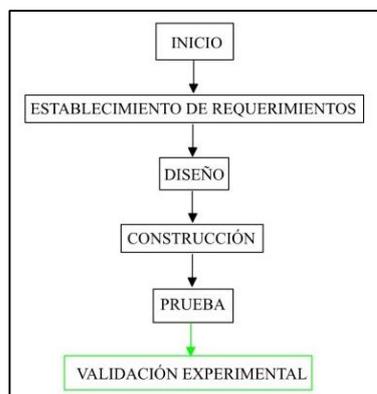


Figura 3-63. Apartado de la metodología de la etapa de diseño, construcción y prueba en el que nos encontramos.

Llegados a este punto, estábamos en disposición de poner el cierre a la etapa de diseño, construcción y prueba. Tras tres establecimientos de requisitos, cuatro diseños, dos prototipos y dos etapas de pruebas, llegamos finalmente al diseño de una planta que cumplía los requisitos necesarios para poder pasar a la etapa de validación experimental.

Encontramos necesario dar a conocer que, en realidad, el objetivo principal del trabajo ya se ha conseguido. En las especificaciones de éste, se contemplaba el diseño, construcción y prueba de un reactor tubular de oxidación fotoquímica a escala de laboratorio para depuración de residuos MARPOL; proceso que hemos ejecutado y llevado hasta su finalización. Sin embargo, por ambición propia, quisimos ver al reactor en acción, es decir, llevar a cabo una experiencia en él para ver cómo se comportaba. En el punto 3.2, se describen en detalle los dos experimentos que realizamos.

## 3.2 Validación experimental

En este punto, se relatará todo lo relevante a la etapa de validación experimental de la planta piloto diseñada en este trabajo. Se relacionará el material necesario para poder replicar las experiencias, se indicarán las disoluciones preparadas y su elaboración, se dará a conocer el procedimiento de obtención de las rectas de calibrado para cada uno de los contaminantes y, por último, se informará sobre el procedimiento de toma de muestras y medida de las concentraciones.

### 3.2.1 *Material necesario*

Los materiales que hemos utilizado en el desarrollo de la etapa experimental de este trabajo han sido los comunes que pueden encontrarse en cualquier laboratorio de química básico. Serán relacionados a continuación. Así mismo, se especificará el soluto y el disolvente que hemos utilizado como distintas muestras de agua contaminada.

Relación del material necesario:

- Agitador magnético.
- Vidrio de reloj.
- Jeringuilla.
- Balanza.
- Vaso de precipitado.
- Espectrofotómetro.
- Tubos para toma de muestras.
- Medidor de pH.
- Medidor de la conductividad.
- Agua desionizada.
- Sulfato de cobre pentahidratado.
- Índigo carmín.

### 3.2.2 *Elección de los experimentos*

Una vez concluida la etapa de diseño, construcción y pruebas del reactor, se decidieron realizar dos experiencias para validar su eficacia. Para ello, se tomaron de referencia dos trabajos: por un lado, el TFG de Lorenzo Mateo Rebollos [5], en el que se trataron disoluciones portadoras de distintos contaminantes, las cuales fueron sometidas al proceso de oxidación fotoquímica; por otro lado, el trabajo de Ignacio Paz Armada [31], en el que se seleccionaron residuos como absorbentes de bajo coste para la eliminación de contaminantes en aguas. El hecho de escoger dos disoluciones sirvió para verificar resultados.

El objetivo de esta elección fue seleccionar una disolución conocida del trabajo de Lorenzo Mateo Rebollos, que sabíamos que funcionaría, y una del trabajo de Ignacio Paz Armada, que sabíamos que no funcionaría. Haríamos pasar a las dos disoluciones a través del reactor, tomaríamos muestras para medir la variación del contaminante con el tiempo para estudiar si se apreciaba una disminución de la presencia de los mimos, y si obteníamos los resultados esperados, tendríamos una evidencia más de que nuestra planta piloto estaría preparada para funcionar.

Las disoluciones que se escogieron fueron las siguientes:

- 10 litros de disolución de sulfato de cobre 5g/L.
- 10 litros de disolución de índigo carmín 50mg/L.

### 3.2.3 Disolución de sulfato de cobre

El sulfato de cobre que utilizamos para realizar el primer experimento fue sulfato de cobre pentahidratado. Su fórmula química es  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ . A continuación, se muestra una imagen de su estructura molecular.

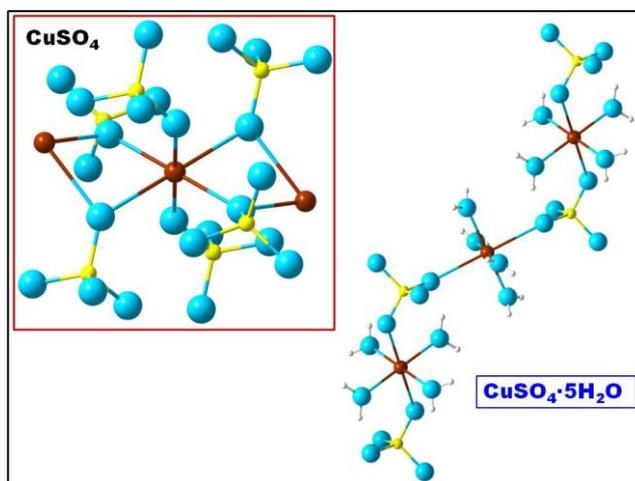


Figura 3-64. Sulfato de cobre pentahidratado [32].

El sulfato de cobre pentahidratado se usa en un abanico muy amplio de aplicaciones. Por un lado, se utiliza para la agricultura, pues sirve como base para la fabricación de fungicidas, productos cuyo uso es destinado a la eliminación de microorganismos y hongos que pudieran representar una amenaza para los cultivos. A su vez, se utiliza en piscinas como molusquicida. En ganadería, el sulfato de cobre constituye un aditivo de la alimentación animal, favoreciendo el crecimiento de éstos y paliando las posibles deficiencias de cobre que pudieran desarrollar. Por último, en el ámbito industrial, su uso está muy diseminado y encuentra infinidad de aplicaciones.

### 3.2.3.1 Preparación de la disolución

Para preparar los 10 litros de disolución de sulfato de cobre pentahidratado con una concentración de 5g/L, lo primero que hicimos fue producir 10 litros de agua desionizada. Introducimos 9 de estos 10 litros en el tanque de agua del esterilizador, y dejamos el litro restante como disolvente de la disolución.

En una balanza de laboratorio, con la ayuda de un vaso de precipitados, pesamos 50 gr de sulfato de cobre. A continuación, añadimos agua desionizada hasta enrasar la línea de 1000 ml. Éramos conscientes de que este vaso de precipitado no nos daría una lectura exacta, pero siendo el volumen de la disolución considerablemente superior al volumen preparado, y teniendo en cuenta que nuestro objetivo no era realizar una experiencia de gran exactitud, sino tan solo realizar una validación experimental de la planta piloto, consideramos que la precisión que obtuviésemos con este proceder sería más que suficiente para poder realizar una validación experimental admisible.



Figura 3-65. 50 gramos de sulfato de cobre.

Una vez tuvimos el litro de disolución preparada, añadimos ésta al tanque de agua contaminada del reactor para completar los 10 litros con la concentración deseada.

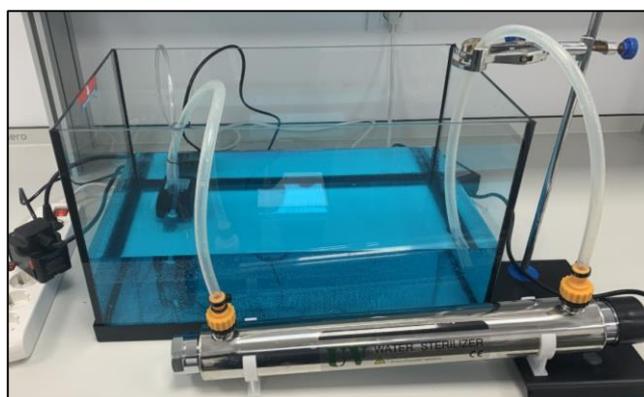


Figura 3-66. Tanque de agua contaminado con sulfato de cobre.

### 3.2.3.2 Recta de calibrado

Para poder monitorizar la cantidad de contaminante presente en el tanque de agua contaminada con respecto al tiempo a medida que el reactor trataba la disolución, utilizaríamos un espectrofotómetro. Nosotros usamos el Spekol 1500.



Figura 3-67. Spekol 1500.

Este nos proporciona una medida de la absorbancia de un compuesto presente en una disolución entre los valores de 0 y 3. Lo habitual hubiese sido realizar una búsqueda entre todo el espectro de frecuencias para hallar el lugar donde se encontraba el pico de absorción del sulfato de cobre. Sin embargo, la medida del sulfato de cobre en la disolución directamente en el espectrofotómetro es inexacta. La solución a este problema fue añadir a la disolución de sulfato de cobre unas gotas de disolución de amoníaco al 2,5%. Este amoníaco reacciona con el sulfato de cobre formando un ion fácilmente detectable por el espectrofotómetro.

Lo primero que hicimos fue preparar una disolución de sulfato de cobre con concentración de 5 g/L, de la cual extrajimos 4ml y a dichos 4ml les añadimos un ml de disolución de amoníaco al 2,5%. Añadimos esta disolución a una de las probetas de medida del espectrofotómetro, e hicimos un barrido de frecuencias buscando el pico de absorción. Este se detectó en los 600 nm.

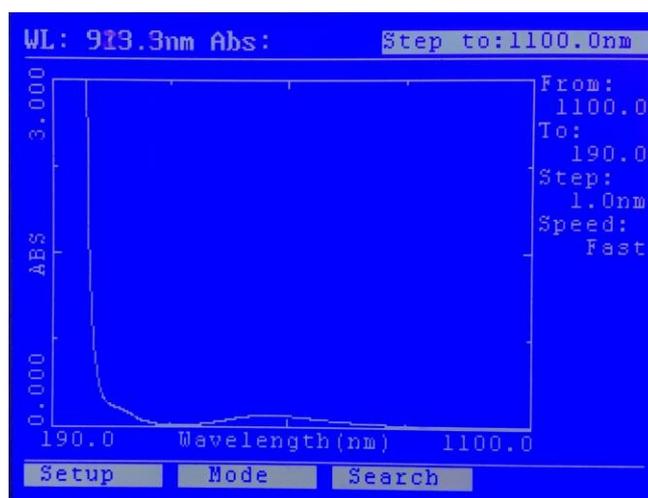
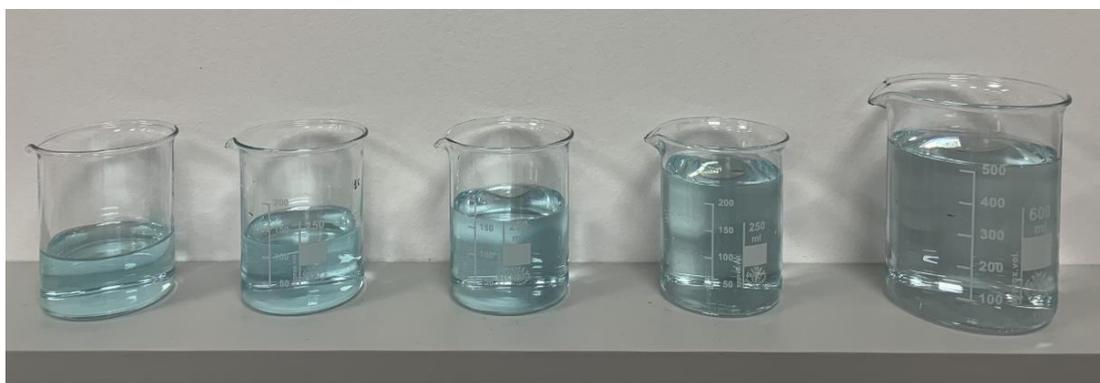


Figura 3-68. Pico de absorbancia en los 600 nm.

Una vez localizado el pico de absorción, pasamos a realizar las labores específicas relacionadas con la recta de calibrado. Como hemos comentado en el párrafo anterior, este equipo solo nos proporciona valores para la absorbancia de entre 0 y 3. Sin embargo, esto no nos dice nada de la concentración del soluto en la disolución. Para poder extraer información concluyente de los valores de la absorbancia proporcionados por el espectrofotómetro, hay que realizar una recta de calibrado.

El procedimiento es el siguiente: se prepara un número discreto de disoluciones de concentración conocida, a las cuales se las hace pasar por el espectrofotómetro. Para cada concentración, se anota el valor de la absorbancia. Tras este proceso, se grafican dichos puntos. Se calcula la ecuación de la recta que pasa por todos los puntos y, una vez estimada, podremos interpolar los valores obtenidos en el espectrofotómetro para hallar el valor de la concentración.

Nosotros comenzamos preparando 5 disoluciones de sulfato de cobre, de concentraciones 5g/L, 4g/L, 3g/L, 2g/L y 1g/L.



**Figura 3-69. Disoluciones de sulfato de cobre de izquierda a derecha de más a menos concentración.**

A continuación, tomamos 4 ml de cada una de ellas y les añadimos un ml de disolución de amoníaco al 2,5%.



**Figura 3-70. Disoluciones de sulfato de cobre con amoníaco.**

Pasamos cada una de estas disoluciones por el espectrofotómetro, para hallar el valor de su absorbancia. Graficamos dichos valores en función de la concentración en una gráfica, y unimos los puntos para calcular la recta de calibrado. Este fue el resultado:

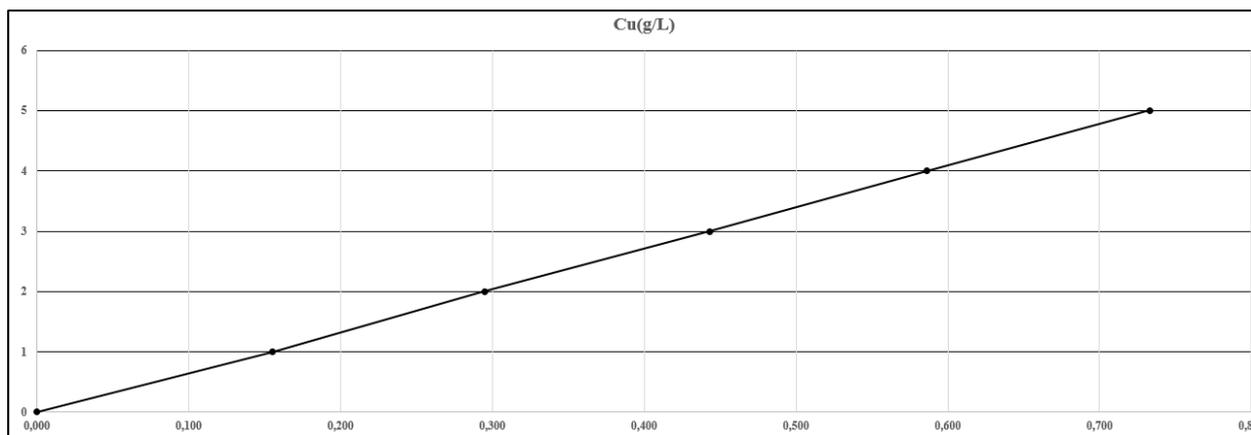


Figura 3-71. Recta de calibrado para el sulfato de cobre.

### 3.2.3.3 Experimentación y toma de muestras

A la hora de realizar el experimento, configuramos el reactor de la siguiente forma: la piedra dosificadora la pusimos justo a la entrada de la bomba sumergible, con el objetivo de que, durante el proceso de degradación del contaminante, entraran en acción las tres principales vías de acción: ozonización directa, fotólisis directa y combinación de UV/O<sub>3</sub>. Poner la piedra dosificadora justo en la entrada de la bomba obligaría a que parte del gas entrara directamente en el esterilizador de luz ultravioleta, favoreciendo las reacciones de descomposición de combinación de UV/O<sub>3</sub>.

A partir de esta configuración, calculamos el caudal con el que contábamos sin encender ninguno de los elementos del circuito, de la misma forma en la que lo realizamos en las veces anteriores. Una vez hallado el caudal, decidimos que tomaríamos una muestra cada vez que la totalidad del volumen del tanque pasara a través del esterilizador de luz ultravioleta.

Para el muestreo, con ayuda de una jeringuilla, tomamos 4ml de la disolución del tanque. A continuación, le añadimos un ml de disolución de amoníaco al 2,5%. Pasamos dicha disolución por el espectrofotómetro, y medimos el valor de la absorbancia. Por último, interpolamos dicho valor con la recta de calibrado, para hallar el valor de la concentración de esa muestra. Repetimos el proceso hasta llegar a las 20 muestras. Los resultados de la experiencia se mostrarán en el apartado de resultados.

### 3.2.4 Disolución de índigo carmín

El compuesto que utilizamos en el segundo experimento, el índigo carmín, es un colorante con la siguiente fórmula molecular: C<sub>16</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>S<sub>2</sub>.

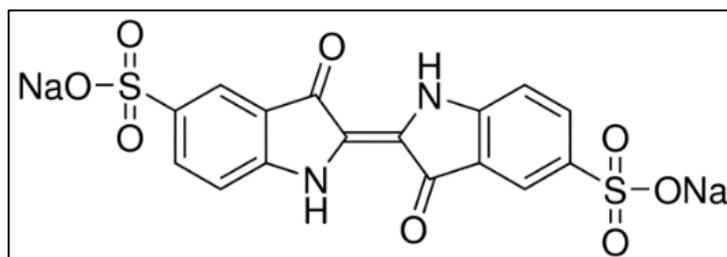


Figura 3-72. Molécula de índigo carmín [5].

Se trata de un colorante sintético de color azulado que recibe su nombre del índigo natural. Se fabrica a partir de organismos modificados genéticamente, en combinaciones de colorante, o se sintetiza a partir de la fenilglicina. También, se puede producir de forma natural en la savia del arbusto, aunque no es una fuente de obtención común. Normalmente, suele emplearse en el sector alimentario. Asimismo, se utiliza en medicamentos y cosméticos, y también puede ser utilizado como tinte de textiles.

En cuanto a los efectos que se pueden asociar a este colorante, los hay tanto primarios como secundarios. Relacionado con los secundarios hay informes contradictorios. Sin embargo, en grandes dosis, puede provocar hiperactividad, náuseas, hipertensión, problemas respiratorios, reacciones cutáneas, e incluso puede actuar como un liberador de histamina, sustancia utilizada como mensajera entre las hormonas y neurotransmisores en varios procesos del organismo. Su uso más habitual es en alimentos, ámbito en el que nunca ha generado efectos adversos.

### *3.2.4.1 Preparación de la disolución*

Para preparar los 10 litros de disolución de índigo carmín con una concentración de 50mg/L, lo primero que hicimos fue producir 10 litros de agua desionizada. Introducimos 9 de estos 10 litros en el tanque de agua del esterilizador, y dejamos el litro restante como disolvente de la disolución.

En una balanza de laboratorio, con la ayuda de un vidrio, pesamos 0,5 gr de índigo carmín. A continuación, añadimos agua desionizada hasta enrasar la línea de 1000 ml. Al igual que la vez anterior, éramos conscientes de que este vaso de precipitados no nos daría una lectura exacta, pero siendo el volumen de la disolución considerablemente superior al volumen preparado, y teniendo en cuenta que nuestro objetivo no era realizar una experiencia de gran exactitud, sino tan solo realizar una validación experimental de la planta piloto, consideramos que la precisión que obtuviésemos con este proceder sería más que suficiente para poder realizar una validación experimental admisible.



**Figura 3-73. Índigo carmín en la balanza.**

Una vez tuvimos el litro de disolución preparada, añadimos ésta al tanque de agua contaminada del reactor para completar los 10 litros con la concentración deseada.

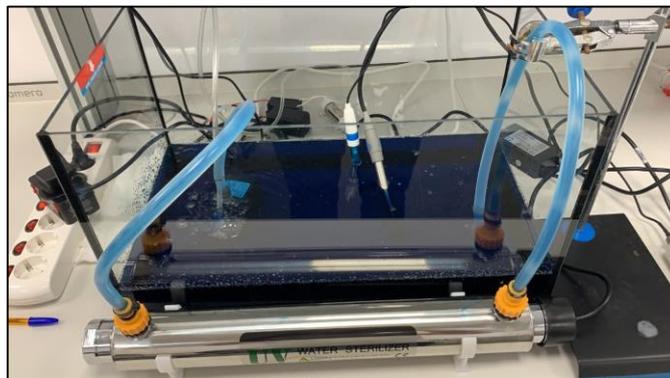


Figura 3-74. Tanque de agua contaminado con índigo carmín.

#### 3.2.4.2 Recta de calibrado

Seguimos un procedimiento muy parecido a la vez anterior. La única diferencia fue que en este caso, el contaminante en cuestión se media de forma óptima en el espectrofotómetro, por lo que no nos vimos obligados a estudiar ninguna reacción, como lo hicimos con el amoníaco, para buscar un subproducto que fuese más fácil de detectar.

Preparamos cinco disoluciones de concentraciones 50 mg/L, 40 mg/L 30 mg/L, 20 mg/L y 10mg/L, a las cuales las hicimos pasar por el espectrofotómetro. Para cada concentración, se anotó el valor de la absorbancia. Tras este proceso, se graficaron dichos puntos. Se calculó la ecuación de la recta que pasa por todos los puntos y, una vez estimada, estuvimos en disposición de interpolar los valores obtenidos en el espectrofotómetro para hallar el valor de la concentración.

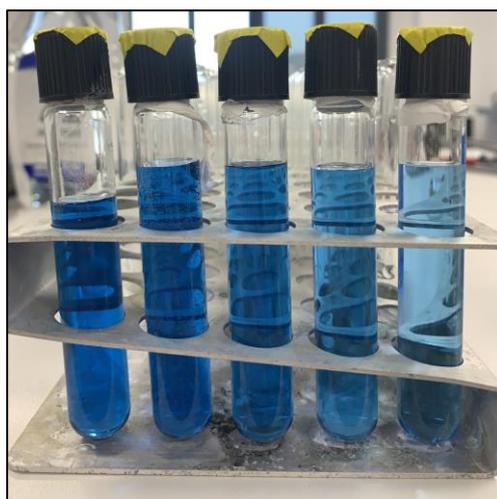


Figura 3-75. Disoluciones de índigo carmín de izquierda a derecha de más a menos concentración.

Una vez preparadas las disoluciones, añadimos parte de la más concentrada a una de las probetas de medida del espectrofotómetro, e hicimos un barrido de frecuencias buscando el pico de absorción. Este se detectó en los 611 nm.

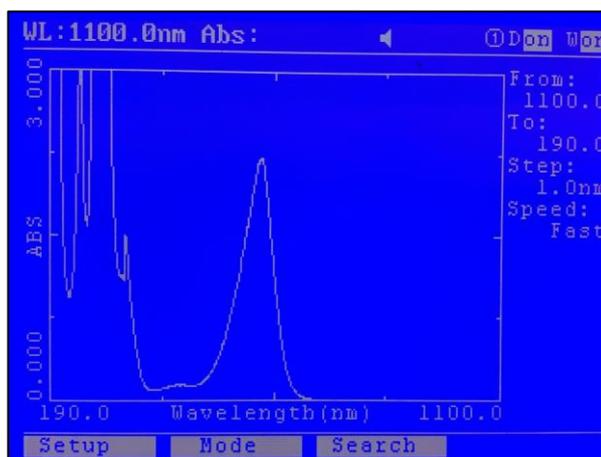


Figura 3-76. Pico de absorbancia en los 611 nm.

Pasamos cada una de estas disoluciones por el espectrofotómetro, para hallar el valor de su absorbancia. Graficamos dichos valores en función de la concentración en una gráfica, y unimos los puntos para calcular la recta de calibrado. Este fue el resultado:

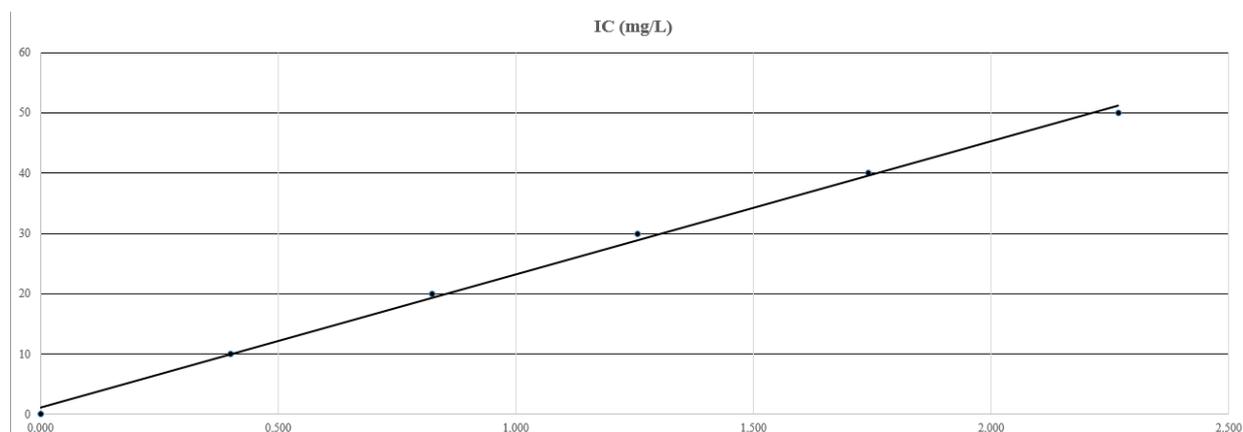


Figura 3-77. Recta de calibrado para el sulfato de cobre.

### 3.2.4.3 Experimentación y toma de muestras

A la hora de realizar el experimento, configuramos el reactor del mismo modo que la vez anterior, con la piedra dosificadora junto a la entrada de la bomba sumergible, con el objetivo de que, durante el proceso de degradación del contaminante, entraran en acción las tres principales vías de acción: ozonización directa, fotólisis directa y combinación de UV/O<sub>3</sub>.

A partir de esta configuración, calculamos el caudal con el que contábamos sin encender ninguno de los elementos del circuito, de la misma forma en la que lo realizamos en las veces anteriores. Una vez hallado el caudal, decidimos que tomaríamos una muestra cada vez que la totalidad del volumen del tanque pasara a través del esterilizador de luz ultravioleta.

Para el muestreo, con ayuda de una jeringuilla, tomamos disolución directamente del tanque. Pasamos dicha disolución por el espectrofotómetro, y medimos el valor de la absorbancia. Por último, interpolamos dicho valor con la recta de calibrado, para hallar el valor de la concentración de esa muestra. Repetimos el proceso hasta llegar a las 69 muestras. Los resultados de la experiencia se mostrarán en el apartado de resultados.

## 4 RESULTADOS

Este apartado se divide en dos partes. La primera de ellas, trata lo relativo al reactor tubular de oxidación fotoquímica, en el ámbito de su diseño, construcción y etapa de pruebas. La segunda parte, trata sobre la validación experimental que realizamos para estudiar la potencial disminución de dos contaminantes distintos al hacerlos pasar por nuestro reactor.

### 4.1 Reactor tubular de oxidación fotoquímica

El objetivo que perseguía este trabajo era el de diseñar, construir y probar un reactor tubular de oxidación fotoquímica a escala de laboratorio para depuración de aguas con residuos MARPOL. El resultado de nuestra investigación, desarrollo y ensayos se muestra a continuación.

#### 4.1.1 Representaciones gráficas del reactor

Diseño esquemático:

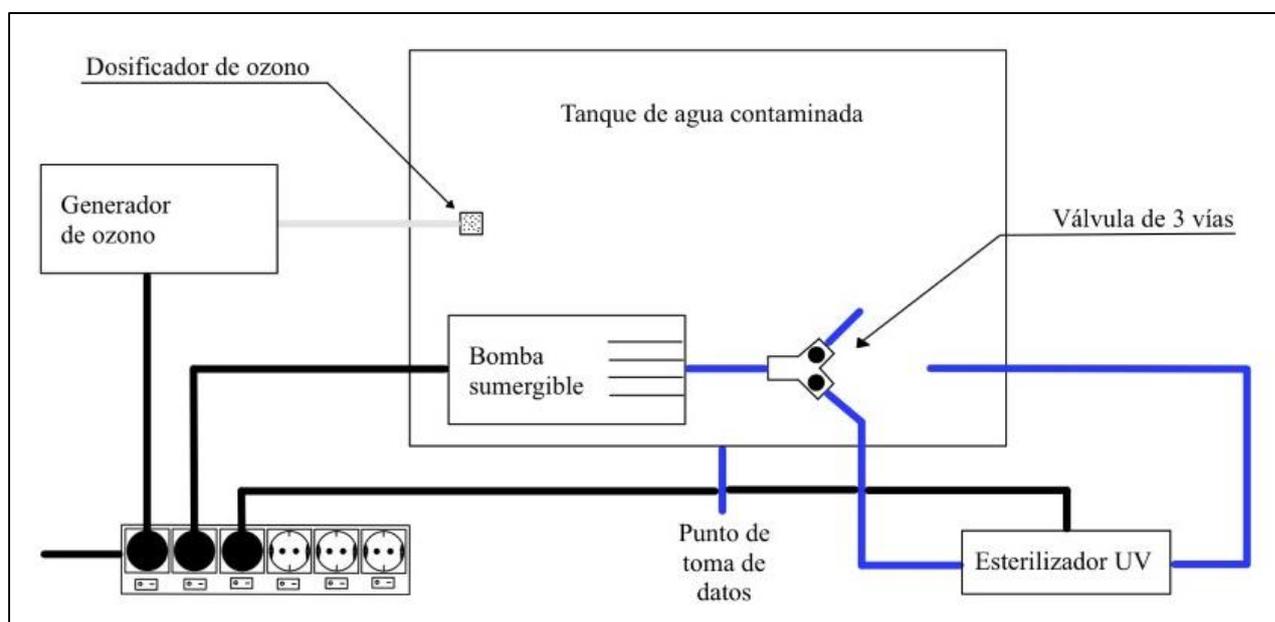


Figura 4-1. Diseño esquemático.

Diseño en perspectiva:

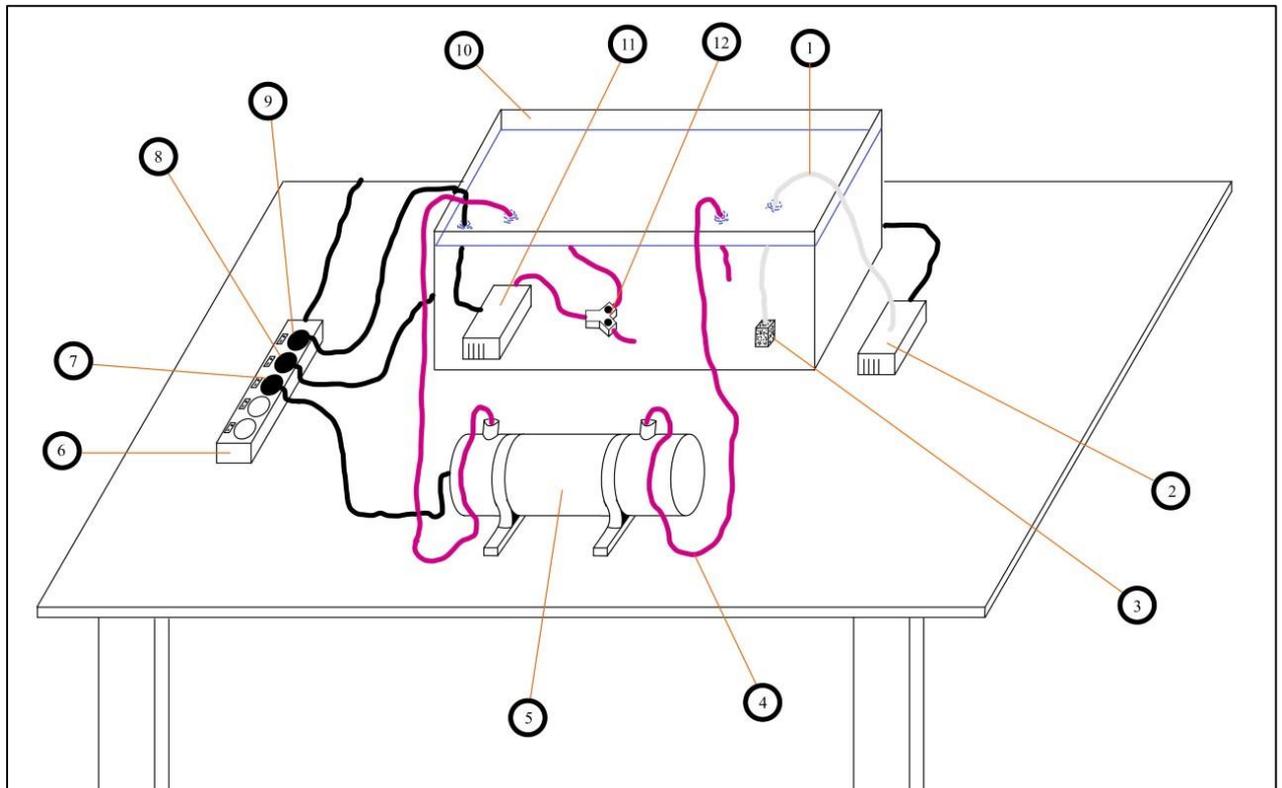
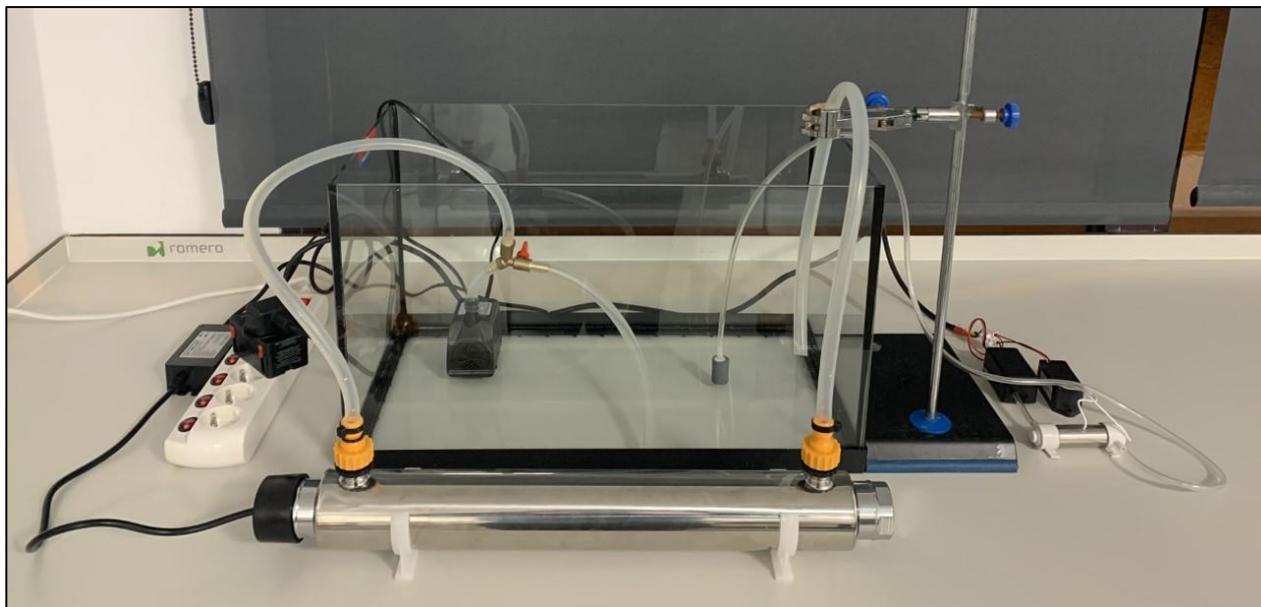


Figura 4-2. Diseño en perspectiva.

Elementos del sistema:

1. Conducto portador de gas ozono.
2. Generador de gas ozono.
3. Piedra dosificadora de gas ozono.
4. Tubos.
5. Esterilizador de luz ultravioleta.
6. Regleta.
7. Conexión del esterilizador de luz ultravioleta.
8. Conexión de la bomba de agua sumergible.
9. Conexión del generador de ozono.
10. Tanque de agua contaminada.
11. Bomba sumergible.
12. Válvula de tres vías.

Reactor tubular de oxidación fotoquímica:



**Figura 4-3. Reactor tubular de oxidación fotoquímica.**

#### *4.1.2 Elementos del reactor*

Nuestro reactor tubular de oxidación fotoquímica está compuesto por dos elementos principales. Dichos elementos, son los responsables de provocar las transformaciones químicas que sufren los contaminantes en el proceso. Estos son:

- Un esterilizador de luz ultravioleta.
- Un generador de ozono.

A su vez, cuenta con los siguientes elementos auxiliares:

- Una regleta con interruptores.
- Una bomba sumergible.
- Un tanque de agua.
- Un adaptador de enchufe anglosajón a español.
- Una válvula de tres vías.
- Dos toberas con rosca.
- Tubos de plástico.
- Un soporte.
- Una pinza.
- Piedra dosificadora de gas ozono.

### *4.1.3 Posibilidades del reactor*

- El sistema está preparado para trabajar con distintos tipos de contaminantes.
- El sistema permite modificar y monitorizar la cantidad de tiempo que esté expuesta el agua a la luz ultravioleta.
- El sistema permite la posibilidad de aislar y combinar las variables.
- El sistema permite modificar y monitorizar el caudal.
- La potencia entregada por el esterilizador de luz ultravioleta permanece constante.
- La frecuencia de la radiación que emite la lámpara de luz ultravioleta permanece constante.
- La potencia consumida por la bomba sumergible permanece constante.
- La potencia consumida por el generador de ozono permanece constante.
- La cantidad de ozono generado por el ozonizador es constante.
- El sistema permite monitorizar la temperatura del agua presente en el circuito.
- El sistema permite modificar y monitorizar las propiedades del agua con la que se esté trabajando; propiedades como el pH y la conductividad.
- Una vez configurado el sistema, la altura de los depósitos, la longitud del circuito y el orden en el que los distintos actuadores ejerzan su influencia en el circuito son invariables.
- El sistema permite una sencilla toma de datos.

### *4.1.4 Configuración y uso del reactor*

La instalación del sistema es relativamente sencilla. Se recomienda comenzar emplazando el tanque de agua en un lugar cercano a una toma de corriente de pared. Alrededor del tanque de agua, y también en su interior, es donde se dispondrán los demás elementos del sistema. En la toma de corriente mencionada, se enchufará la regleta con interruptores.

Paralelo al eje longitudinal del tanque de agua, se posicionará el esterilizador de luz ultravioleta. Su lámpara comienza a funcionar en el momento que se le dé corriente. No se recomienda encender ésta hasta que esté fluyendo agua a través del esterilizador. Se ha de mencionar que el enchufe con el que cuenta el esterilizador es del tipo anglosajón, por lo que el sistema requiere de un adaptador a enchufe español para funcionar.

Al esterilizador, se le acoplará un tubo de entrada y otro de salida, y ambos serán introducidos en el tanque. Se recomienda que el tubo de salida esté asegurado, como se ha hecho en el trabajo, con un soporte y una pinza, pues el caudal con el que trabaja el sistema es suficientemente elevado como para provocar que cuando la bomba empiece a funcionar, el extremo final comience a oscilar aleatoriamente, pudiendo provocar pérdidas en el sistema.

El tubo de entrada al esterilizador puede conectarse en dos modalidades. Con válvula de tres vías, que permite operar con caudal de entre 0 L/h y 140 L/h, o directamente a la salida de la bomba sumergible, que ofrece un solo caudal de 400 L/h.

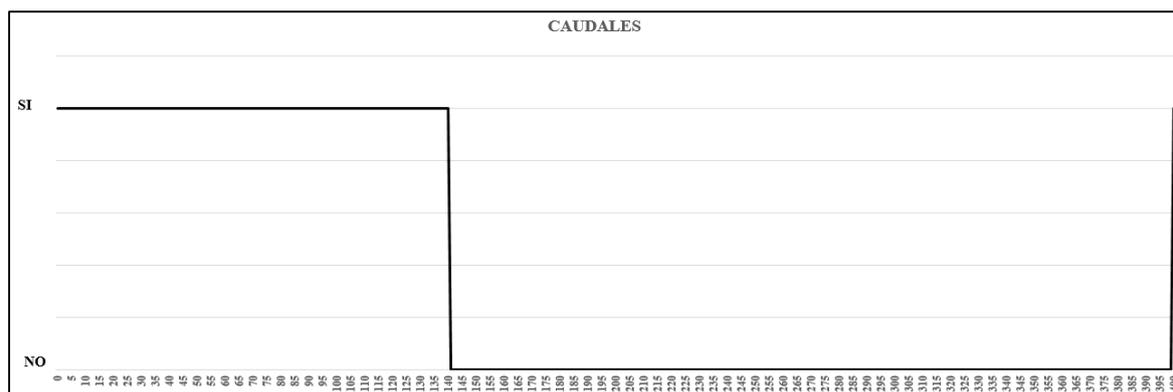


Figura 4-4. Distribución de la posibilidad de caudales.

Si se escoge la modalidad con válvula de tres vías, la configuración del caudal se realizará antes de comenzar con los experimentos. Con la ayuda de un vaso de precipitados a la salida del sistema, calcularemos la cantidad de tiempo que le toma a la bomba empujar un volumen de agua determinado. Ajustando la apertura de las válvulas, deberemos repetir el proceso hasta llegar al caudal deseado.

La bomba sumergible se coloca directamente dentro del tanque de agua. Cuenta con unas ventosas que la aseguran al fondo de éste. Va conectada directamente a la regleta, y comienza a funcionar en cuanto se la alimenta con corriente.

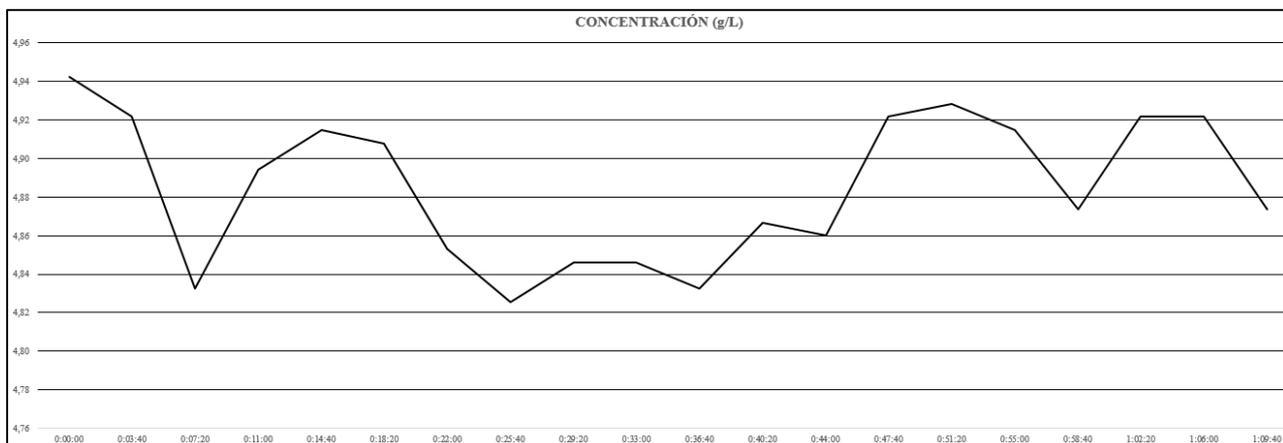
El generador de ozono se colocará a las inmediaciones de la pecera, con la piedra dosificadora dentro de éste. Éste empezará a producir gas ozono tan pronto como se le conecte a la corriente.

Una vez dispuestos todos los elementos del sistema, se puede añadir al tanque la disolución de agua contaminada con la que se quiera trabajar. Como el tanque de agua es abierto, en cualquier momento se pueden tomar muestras, tomar datos o añadir otras disoluciones al experimento.

## 4.2 Resultados de la validación experimental

En este apartado, se presentarán los resultados de las dos experiencias realizadas haciendo uso del sulfato de cobre y del índigo carmín y se acompañarán con unas breves conclusiones. Por estudios previos, en una de ellas sabemos que el resultado será negativo y en la otro positivo, con lo que validaremos el sistema.

### 4.2.1 Ensayo con sulfato de cobre



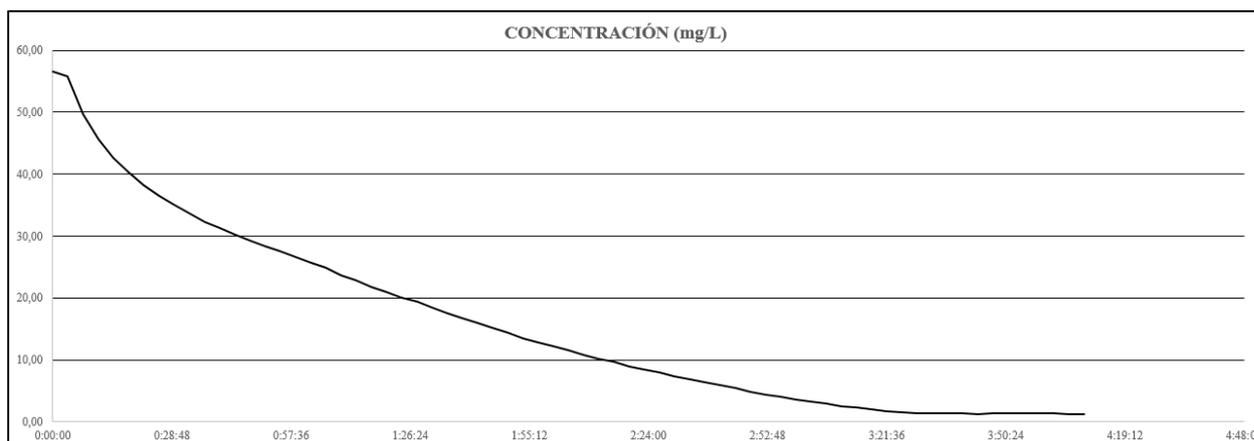
**Figura 4-5. Resultados prueba con sulfato de cobre.**

Como se puede observar en la gráfica, no se aprecia ninguna disminución aparente en la concentración de sulfato de cobre en la disolución. Las variaciones que se perciben en esta gráfica, se pueden achacar a errores de medida en la precisión del espectrofotómetro.

Tal y como esperábamos, este proceso no ha sido de utilidad a la hora de eliminar dicho contaminante del agua.

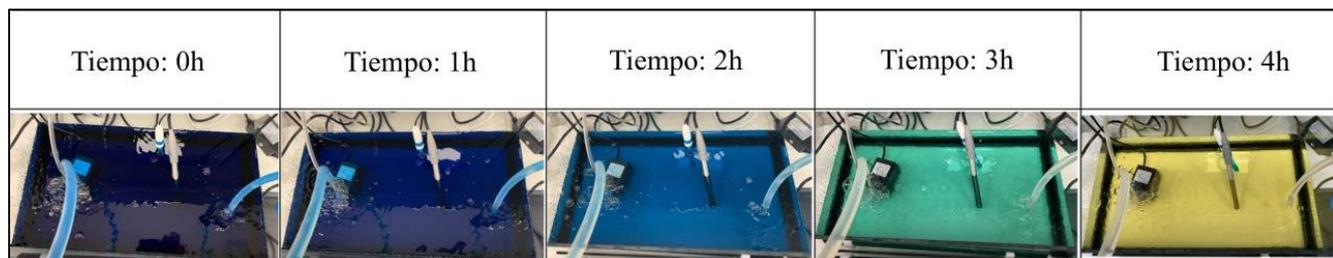
Los valores exactos de la concentración instantánea, así como del momento en el que se tomó cada muestra, la conductividad y el pH, se encuentran en el anexo II de este trabajo.

### 4.2.2 Ensayo con índigo carmín



**Figura 4-6. Resultados prueba con índigo carmín.**

Al contrario que con el sulfato de cobre, la eficacia del reactor contra el índigo carmín ha sido absoluta. En un intervalo de 4 horas, 9 minutos y 20 segundos se eliminó la totalidad del contaminante. La disminución del contaminante en la disolución se apreciaba tanto de forma cuantitativa (a través de las mediciones del espectrofotómetro) como de forma cualitativa (pues la tonalidad de la disolución variaba a medida que pasaba el tiempo). A continuación, se muestra una imagen de esta variación en la tonalidad de la disolución:



**Figura 4-7. Apreciación cualitativa, de izquierda a derecha, de la disminución de contaminante.**

Los valores exactos de la concentración instantánea, así como del momento en el que se tomó cada muestra, la conductividad y el pH, se encuentran en el anexo II de este trabajo.

## 5 CONCLUSIONES Y LÍNEAS FUTURAS

En este apartado, el último de nuestra investigación, daremos a conocer las conclusiones más importantes obtenidas tras el desarrollo del trabajo, y expondremos cual consideramos que debe de ser el futuro curso de acción en la continuación de esta línea de investigación.

### 5.1 Conclusiones

1. Se ha construido un reactor tubular de oxidación fotoquímica para su aplicación como planta piloto a escala de laboratorio con el objetivo de estudiar dicha tecnología como método para la descontaminación de aguas.
2. Se han valorado distintas distribuciones hasta dar con la configuración más adecuada.
3. Se ha verificado la efectividad del sistema a través de una experiencia mediante el uso de dos disoluciones portadoras de dos contaminantes respectivamente, demostrando la eficacia del método en uno de los casos.
4. La planta piloto funciona para depurar aguas y es versátil a la hora de probar distintas configuraciones.

### 5.2 Líneas futuras

Desde nuestro punto de vista, las líneas futuras se deben de bifurcar en dos dominios:

- a. Mejora y optimización del reactor: Recomendamos que se utilice el diseño número 1 como modelo para guiarse en esta empresa, teniendo en cuenta que éste debe ser sometido a juicio y ser susceptible de ser mejorado. Con la ayuda de la distribución de variables y el estudio de requerimientos, debe conseguirse aumentar las capacidades que brinde el sistema.
- b. Realización de experimentos: El reactor en su estado actual, o en una de sus futuras actualizaciones, ha sido diseñado para la realización de experimentos. Éstos pueden y deben ser variados, porque el sistema así lo permite. Entre otras aplicaciones, el reactor puede utilizarse para:
  - Discriminar el uso de esta tecnología ensayando la validez de ésta para la descontaminación de agentes determinados.
  - Estudio de la paramétrica característica a lo largo de los experimentos.
  - Estudio de la viabilidad de esta tecnología en diferentes escenarios.
  - Estudios de mejora del rendimiento del proceso.



- [https://www.imo.org/es/About/Conventions/Paginas/International-Convention-for-the-Prevention-of-Pollution-from-Ships-\(MARPOL\).aspx](https://www.imo.org/es/About/Conventions/Paginas/International-Convention-for-the-Prevention-of-Pollution-from-Ships-(MARPOL).aspx).
- [15] Ministerio de asuntos exteriores y de cooperación, «Enmiendas al Anexo del Protocolo de 1978 relativo al Convenio Internacional para prevenir la contaminación por los buques, 1973, (publicado en el «Boletín Oficial del Estado» de 17 y 18 de octubre de 1984), (Anexo IV revisado el MARPOL 73/78) aprobadas po,» 2005. [En línea]. Available: [https://www.imo.org/es/About/Conventions/Paginas/International-Convention-for-the-Prevention-of-Pollution-from-Ships-\(MARPOL\).aspx](https://www.imo.org/es/About/Conventions/Paginas/International-Convention-for-the-Prevention-of-Pollution-from-Ships-(MARPOL).aspx).
- [16] J. A. S. López, «Reducción de microcontaminantes orgánicos persistentes en medios acuosos: fotodegradación directa y degradación fotocatalizada de propranolol en agua de mar,» 2012. [En línea]. Available: <https://ruc.udc.es/dspace/handle/2183/16373>.
- [17] C. Meulemans, «The basic principles of UV-Disinfection of water,» 2008. [En línea]. Available: <https://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/01919518708552146>.
- [18] R. B. M. D. H. Paillard, «Application of oxidation by a combined ozone/ultraviolet radiation system to the treatment of natural water,» 2008. [En línea]. Available: <https://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/01919518708552151>.
- [19] C. D. Z. T. C.P. Huang, «Advanced chemical oxidation: Its present role and potential future in hazardous waste treatment,» 1993. [En línea]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/0956053X9390070D>.
- [20] M. I. L. W. J. X. Domènech, «Procesos avanzados de oxidación para la eliminación de contaminantes.,» 2004. [En línea]. Available: [https://www.researchgate.net/publication/237764122\\_Procesos\\_avanzados\\_de\\_oxidacion\\_para\\_la Eliminacion\\_de\\_contaminantes](https://www.researchgate.net/publication/237764122_Procesos_avanzados_de_oxidacion_para_la Eliminacion_de_contaminantes).
- [21] A. S. C. B. S.S.B Monge, «Manual técnico sobre procesos de oxidación avanzada aplicados al tratamiento de aguas residuales industriales,» [En línea]. Available: [http://www.cyted.org/sites/default/files/manual\\_sobre\\_oxidaciones\\_avanzadas\\_0.pdf](http://www.cyted.org/sites/default/files/manual_sobre_oxidaciones_avanzadas_0.pdf).
- [22] Unknown, «2. The Ozone.,» [En línea]. Available: <https://www.tdx.cat/bitstream/handle/10803/1520/TOL167B.pdf?sequence=2&isAllowed=y>.
- [23] A. L.-C. Gonzáles, «Diseño de un proceso de ozonización por inyección Venturi para la eliminación de pesticidas presentes en un afluente a una estación de tratamiento de agua potable,» 2011. [En línea]. Available: <https://rodin.uca.es/xmlui/handle/10498/14947>.
- [24] M. I. Litter, «Tecnologías avanzadas de oxidación: tecnologías solares,» [En línea]. Available: [https://www.psa.es/es/projects/solarsafewater/documents/libro/05\\_Capitulo\\_05.pdf](https://www.psa.es/es/projects/solarsafewater/documents/libro/05_Capitulo_05.pdf).
- [25] M. V. M. R. L. C. L. T. Y.A.B. Terrones, «Disinfection of a wastewater flow treated by advanced primary treatment using O-3, UV and O-3/UV combinations,» 2010. [En línea]. Available: [https://www.researchgate.net/publication/47350340\\_Disinfection\\_of\\_a\\_wastewater\\_flow\\_treated\\_by\\_advanced\\_primary\\_treatment\\_using\\_O-3\\_UV\\_and\\_O-3UV\\_combinations](https://www.researchgate.net/publication/47350340_Disinfection_of_a_wastewater_flow_treated_by_advanced_primary_treatment_using_O-3_UV_and_O-3UV_combinations).
- [26] S. P. Y. J. J. B.S.OH, «Disinfection and oxidation of sewage effluent water using ozone and UV technologies,» 2007. [En línea]. Available:

- [https://www.researchgate.net/publication/6500696\\_Disinfection\\_and\\_oxidation\\_of\\_sewage\\_effluent\\_water\\_using\\_ozone\\_and\\_UV\\_technologies](https://www.researchgate.net/publication/6500696_Disinfection_and_oxidation_of_sewage_effluent_water_using_ozone_and_UV_technologies).
- [27] S.-K. K. H. D. L. H. T. Il-Ho Kim, «Effects of Adding UV and H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> on the Degradation of Pharmaceuticals and Personal Care Products during O<sub>3</sub> Treatment,» 2011. [En línea]. Available: [https://www.researchgate.net/publication/273210771\\_Effects\\_of\\_Adding\\_UV\\_and\\_H\\_2\\_O\\_2\\_on\\_the\\_Degradation\\_of\\_Pharmaceuticals\\_and\\_Personal\\_Care\\_Products\\_during\\_O\\_3\\_Treatment](https://www.researchgate.net/publication/273210771_Effects_of_Adding_UV_and_H_2_O_2_on_the_Degradation_of_Pharmaceuticals_and_Personal_Care_Products_during_O_3_Treatment).
- [28] Ministerio de trabajo y economía social, «El ozono como desinfectantes frente al coronavirus SARS CoV-2,» 2020. [En línea]. Available: [https://www.insst.es/documents/94886/712877/El+ozono+como+desinfectante+frente+al+SARS+Cov-2+%2802\\_07\\_20%29.pdf/0bc228eb-718d-490f-932d-088d46be701c](https://www.insst.es/documents/94886/712877/El+ozono+como+desinfectante+frente+al+SARS+Cov-2+%2802_07_20%29.pdf/0bc228eb-718d-490f-932d-088d46be701c).
- [29] Organización Mundial de la Salud, «Guías de calidad del aire de la OMS,» 2005. [En línea]. Available: [https://apps.who.int/iris/bitstream/handle/10665/69478/WHO\\_SDE\\_PHE\\_OEH\\_06.02\\_spa.pdf?sequence=1](https://apps.who.int/iris/bitstream/handle/10665/69478/WHO_SDE_PHE_OEH_06.02_spa.pdf?sequence=1).
- [30] PHILIPS, «Ficha técnica TUV 25W T8 25PK,» [En línea]. Available: [https://www.lighting.philips.com.mx/prof/lamparas-y-tubos-convencionales/lamparas-especiales/purificationwater-and-air/commercial-and-professional-air/tuv-t8/928039404005\\_NA/product](https://www.lighting.philips.com.mx/prof/lamparas-y-tubos-convencionales/lamparas-especiales/purificationwater-and-air/commercial-and-professional-air/tuv-t8/928039404005_NA/product).
- [31] I. P. Armada, *Selección de residuos orgánicos como absorbentes de bajo coste para la eliminación de contaminantes en aguas*, 2017 - 2018.
- [32] Chemistry, «Why is anhydrous copper(II) sulfate white while the pentahydrate is blue, even though both have one unpaired electron?,» [En línea]. Available: <https://chemistry.stackexchange.com/questions/71980/why-is-anhydrous-copperii-sulfate-white-while-the-pentahydrate-is-blue-even-t>.
- [33] Real Academia Española, «Diccionario de la lengua española,» [En línea]. Available: <https://dle.rae.es/>.



## ANEXO I: PARÁMETROS CARACTERÍSTICOS DEL AGUA

En el agua, podemos medir la presencia de cualquier tipo de sustancia presente en ella, siempre que dispongamos del equipo adecuado. Sin embargo, por la naturaleza del proceso de oxidación fotoquímica, que necesita que ésta se encuentre lo más transparente posible para que el método sea efectivo, los parámetros de mayor interés son, en la mayoría de los casos, aquellos de importancia a la hora de determinar la aptitud o no aptitud de una muestra de agua para el consumo humano. De nuevo, esto no implica que no se pueda estudiar la efectividad de la oxidación fotoquímica en la eliminación de otro contaminante distinto a los que se van a presentar a continuación.

En el anexo I del Real Decreto 140/2003, de 7 de febrero, por el que se establecen los criterios sanitarios de la calidad del agua de consumo humano, se presentan los parámetros de interés del agua. Estos son:

### Parámetros y valores paramétricos

#### A. Parámetros microbiológicos.

Parámetro	Valor paramétrico	Notas
1. Escherichia coli	0 UFC en 100 ml	
2. Enterococo	0 UFC en 100 ml	
3. Clostridium perfringens (incluidas las esporas)	0 UFC en 100 ml	1 y 2

Figura A1-0-1. Anexo I Real Decreto 140/2003.

#### Notas:

(1) Cuando la determinación sea positiva y exista una turbidez mayor 5 UNF se determinarán, en la salida de ETAP o depósito, si la autoridad sanitaria lo considera oportuno, «Cryptosporidium» u otros microorganismos o parásitos.

(2) Hasta el 1 de enero de 2004 se podrá determinar «Clostridium» sulfito reductor en vez de «Clostridium perfringens». Las condiciones descritas en la nota 1 y el valor paramétrico serán los mismos para ambos.

Figura A1-0-2. Anexo I Real Decreto 140/2003.

#### B.1 Parámetros químicos

Parámetro	Valor paramétrico	Notas
4. Antimonio	5,0 µg/l	
Hasta el 31/12/2003	10,0 µg/l	
5. Arsénico	10 µg/l	
Hasta el 31/12/2003	50 µg/l	
6. Benceno	1,0 µg/l	
Hasta el 31/12/2003	- µg/l	
7. Benzo(α)pireno	0,010 µg/l	
8. Boro	1,0 mg/l	
9. Bromato:		1
A partir de 01/01/2009	10 µg/l	
De 01/01/2004 a 31/12/2008	25 µg/l	
Hasta el 31/12/2003	- µg/l	
10. Cadmio	5,0 µg/l	
11. Cianuro	50 µg/l	
12. Cobre	2,0 mg/l	
13. Cromo	50 µg/l	
14. 1,2-Dicloroetano	3,0 µg/l	
Hasta el 31/12/2003	- µg/l	
15. Fluoruro	1,5 mg/l	
16. Hidrocarburos Policíclicos Aromáticos (HPA)	0,10 µg/l	
Suma de:		
Benzo(b)fluoranteno	µg/l	
Benzo(ghi)perileno	µg/l	
Benzo(k)fluoranteno	µg/l	
Indeno(1,2,3-cd)pireno	µg/l	
17. Mercurio	1,0 µg/l	
18. Microcistina	1 µg/l	2
Hasta el 31/12/2003	- µg/l	
19. Níquel	20 µg/l	
Hasta el 31/12/2003	50 µg/l	

Figura A1-0-3. Anexo I Real Decreto 140/2003.

20. Nitrato	50 mg/l	3
21. Nitritos:		3 y 4
Red de distribución	0,5 mg/l	
En la salida de la ETAP/depósito 0,1 mg/l	0,1 mg/l	
22. Total de plaguicidas	0,50 µg/l	5 y 6
23. Plaguicida individual	0,10 µg/l	6
Excepto para los casos de:		
Aldrin	0,03 µg/l	
Dieldrin	0,03 µg/l	
Heptacloro	0,03 µg/l	
Heptacloro epóxido	0,03 µg/l	
24. Plomo:		
A partir de 01/01/2014	10 µg/l	
De 01/01/2004 a 31/12/2013	25 µg/l	
Hasta el 31/12/2003	50 µg/l	
25. Selenio	10 µg/l	
26. Trihalometanos (THMs):		7 y 8
Suma de:		
A partir de 01/01/2009	100 µg/l	
De 01/01/2004 a 31/12/2008	150 µg/l	
Hasta el 31/12/2003	– µg/l	
Bromodlorometano	µg/l	
Bromoformo	µg/l	
Cloroformo	µg/l	
Dibromoclorometano	µg/l	
27. Tricloroeteno + Tetracloroeteno	10 µg/l	
Hasta el 31/12/2003	– µg/l	
Tetracloroeteno	µg/l	

Figura A1-0-4. Anexo I Real Decreto 140/2003.

Parámetro	Valor paramétrico	Notas
Tricloroeteno	µg/l	

Notas:

- (1) Se determinará cuando se utilice el ozono en el tratamiento de potabilización y se determinará al menos a la salida de la ETAP.
- (2) Sólo se determinará cuando exista sospecha de eutrofización en el agua de la captación, se realizará determinación de microcistina a la salida de la ETAP o depósito de cabecera.
- (3) Se cumplirá la condición de que  $[\text{nitrato}]/50 + [\text{nitrito}]/3 < 1$ . Donde los corchetes significan concentraciones en mg/l para el nitrato (NO<sub>3</sub>) y para el nitrito (NO<sub>2</sub>).
- (4) Se determinará cuando se utilice la cloraminación como método de desinfección.
- (5) Suma de todos los plaguicidas definidos en el apartado 10 del artículo 2 que se sospeche puedan estar presentes en el agua.
- (6) Las comunidades autónomas velarán para que se adopten las medidas necesarias para poner a disposición de la autoridad sanitaria y de los gestores del abastecimiento el listado de plaguicidas fitosanitarios utilizados mayoritariamente en cada una de las campañas contra plagas del campo y que puedan estar presentes en los recursos hídricos susceptibles de ser utilizados para la producción de agua de consumo humano.
- (7) Se determinará cuando se utilice el cloro o sus derivados en el tratamiento de potabilización. Si se utiliza el dióxido de cloro, se determinarán cloritos a la salida de la ETAP o depósito de cabecera.
- (8) En los casos de que los niveles estén por encima del valor paramétrico, se determinarán: 2,4,6-triclorofenol u otros subproductos de la desinfección a la salida de la ETAP o depósito de cabecera.

B.2 Parámetros químicos que se controlan según las especificaciones del producto

Parámetro	Valor paramétrico	Notas
28. Acrilamida	0,10 µg/l	1
29. Epiclorhidrina	0,10 µg/l	1
30. Cloruro de vinilo	0,50 µg/l	1

Figura A1-0-5. Anexo I Real Decreto 140/2003.

C. Parámetros indicadores

Parámetro	Valor paramétrico		Notas
31. Bacterias coliformes	0 UFC	En 100 ml	
32. Recuento de colonias a 22 °C			
A la salida de ETAP	100 UFC	En 1 ml	
En red de distribución	Sin cambios anómalos		
33. Aluminio	200	µg/l	
34. Amonio	0,50	mg/l	
35. Carbono orgánico total	Sin cambios anómalos	mg/l	1
36. Cloro combinado residual	2,0	mg/l	2, 3 y 4
37. Cloro libre residual	1,0	mg/l	2 y 3
38. Cloruro	250	mg/l	
39. Color	15	mg/l Pt/Co	
40. Conductividad	2.500	µS/cm <sup>-1</sup> a 20 °C	5
41. Hierro	200	µg/l	
42. Manganeso	50	µg/l	
43. Olor	3 a 25 °C	Índice de dilución	
44. Oxidabilidad	5,0	mg O <sub>2</sub> /l	1
45. pH:			5 y 6
Valor paramétrico mínimo	6,5	Unidades de pH	
Valor paramétrico máximo	9,5	Unidades de pH	
46. Sabor	3 a 25 °C	Índice de dilución	
47. Sodio	200	mg/l	

**Figura A1-0-6. Anexo I Real Decreto 140/2003.**

Parámetro	Valor paramétrico		Notas
48. Sulfato	250	mg/l	
49. Turbidez:			
A la salida de ETAP y/o depósito	1	UNF	
En red de distribución	5	UNF	

Notas:

(1) En abastecimientos mayores de 10.000 m<sup>3</sup> de agua distribuida por día se determinará carbono orgánico total, en el resto de los casos, oxidabilidad.

(2) Los valores paramétricos se refieren a niveles en red de distribución.

La determinación de estos parámetros se podrá realizar también «in situ».

En el caso de la industria alimentaria, este parámetro no se contemplará en el agua de proceso.

(3) Se determinará cuando se utilice el cloro o sus derivados en el tratamiento de potabilización.

Si se utiliza el dióxido de cloro se determinarán cloritos a la salida de la ETAP.

(4) Se determinará cuando se utilice la cloraminación como método de desinfección.

(5) El agua en ningún momento podrá ser ni agresiva ni incrustante.

El resultado de calcular el Índice de Langelier debería estar comprendido entre +/- 0,5.

(6) Para la industria alimentaria, el valor mínimo podrá reducirse a 4,5 unidades de pH.

**Figura A1-0-7. Anexo I Real Decreto 140/2003.**

En el ámbito de las Fuerzas Armadas, la instrucción técnica 05/2019, de 21 de noviembre de 2019, de la inspección general de sanidad de la defensa, indica en su anexo F los parámetros característicos de interés y la paramétrica de cumplimiento para poder determinar si una muestra de agua es apta para el consumo humano en caso de incumplimiento de los parámetros del anexo I, parte C, del RD 140/2003.

Parámetro	Valor paramétrico RD140/2003	Rápida aplicación de medidas correctoras	Valor máximo	Observaciones
Coliformes Totales (UFC/100mL)	0	10	100	
Recuento de colonias a 22 °C <u>A la salida de la ETAP</u> (UFC/mL)	100	100	10.000	

**Figura A1-0-8. Anexo F Instrucción Técnica 05/2019.**

Aluminio (µg/L)	200	300 a la salida de la ETAP	1.000	La presencia de Al suele ser debida a una inadecuada dosificación de aditivos (sales de aluminio). Por encima de 300 µg/L a la salida de la ETAP implica una mala gestión de la misma.
Amonio (mg/L)	0,5	0,5 sin cloraminación 0,7 con cloraminación	1	La presencia de amonio puede ser un indicador de contaminación fecal, agrícola o industrial.
Carbono Orgánico Total (TOC) (mg/L)	Sin determinar	6	7	Los niveles de TOC pueden estar relacionados con la presencia de precursores de THMs y otros subproductos de la desinfección.
Cloro combinado residual (mg/L)	2	2	3	La presencia de cloro combinado residual, excepto en los casos de cloraminación, significa que ha habido una deficiente desinfección, ya sea por exceso de amonio en el agua o bien, sin existir este exceso de amonio, se añade insuficiente cloro en función de la calidad del agua a tratar. Si por causas diferentes al uso de la cloraminación, se debe realizar una revisión de los niveles del cloro libre residual.
Cloro libre residual (mg/L)	1	1	5	
Cloruros (mg/L)	250	---	800 mg/L	Ante niveles de cloruro superiores a 250 mg/L, se recomienda la valoración del potencial corrosivo del agua (Índice de Langelier).

Figura A1-0-9. Anexo F Instrucción Técnica 05/2019.

Color (mg PtCo/L)	15	15	30	Ante niveles de color superiores a 15 mg PtCo/L, se recomienda la investigación inmediata de la causa, <u>sobre todo en el caso de cambios del color habitual del agua.</u>
Olor (índice de dilución)	3	---	---	Ante cualquier variación anómala, investigar la posible causa y adoptar las medidas correctoras oportunas.
Conductividad (µS/cm a 20°C).	2.500	---	5.000	El agua en ningún momento podrá ser ni agresiva ni incrustante. El resultado de calcular el Índice de Langelier debería estar comprendido entre +0,5 y - 0,5.
Hierro (µg/L)	200	300	600	
Manganeso (µg/L)	50	100	400	
Oxidabilidad (mg O <sub>2</sub> /L)	5	5	6	
pH	6,5-10,5	---	< 4,5 >10,5	El agua en ningún momento podrá ser ni agresiva ni incrustante. El resultado de calcular el Índice de Langelier debería estar comprendido entre +0,5 y - 0,5. Los valores de pH deberán estar siempre en concordancia con el sistema de desinfección utilizado para que sea eficaz.
Sodio (mg/L)	200	---	650	Ante niveles de sodio superiores al 200 mg/L, se recomienda la valoración del potencial corrosivo del agua (Índice de Langelier).
Sulfatos (mg/L)	250	500	1000	
Turbidez (UNF)	5	---	6	Cuando la turbidez del agua antes de su desinfección, sea superior a 1 UNF, deberá instalarse un sistema de filtración previo.

Figura A1-0-10. Anexo F Instrucción Técnica 05/2019.

## ANEXO II: MUESTRAS DE LA VALIDACIÓN EXPERIMENTAL

### Ensayo con sulfato de cobre pentahidratado.

TIEMPO	CONDUCTIVIDAD	pH	ABS (600 nm)	CONCENTRACIÓN (g/L)
0:00:00	1,273	5,14	0,725	4,94
0:03:40	1,993	4,96	0,722	4,92
0:07:20	2	4,94	0,709	4,83
0:11:00	2,01	4,9	0,718	4,89
0:14:40	2,01	4,9	0,721	4,91
0:18:20	2,02	4,87	0,720	4,91
0:22:00	2,02	4,87	0,712	4,85
0:25:40	2,02	4,87	0,708	4,83
0:29:20	2,03	4,86	0,711	4,85
0:33:00	2,02	4,86	0,711	4,85
0:36:40	2,03	4,86	0,709	4,83
0:40:20	2,03	4,84	0,714	4,87
0:44:00	2,03	4,84	0,713	4,86
0:47:40	2,03	4,84	0,722	4,92
0:51:20	2,04	4,84	0,723	4,93
0:55:00	2,03	4,83	0,721	4,91
0:58:40	2,04	4,82	0,715	4,87
1:02:20	2,04	4,82	0,722	4,92
1:06:00	2,04	4,82	0,722	4,92
1:09:40	2,04	4,81	0,715	4,87

Tabla A2-1. Resultados ensayo sulfato de cobre.

### Ensayo con índigo carmín.

TIEMPO	CONDUCTIVIDAD	pH	ABS (611 nm)	CONCENTRACIÓN (mg/L)
0:00:00	29	5,98	2,509	56,55
0:03:40	29,1	5,99	2,473	55,76
0:07:20	29,1	5,96	2,201	49,75
0:11:00	29,2	5,95	2,010	45,52
0:14:40	29,2	5,91	1,878	42,61
0:18:20	29,3	5,88	1,772	40,26
0:22:00	29,4	5,88	1,678	38,19
0:25:40	29,4	5,84	1,605	36,57
0:29:20	29,5	5,79	1,539	35,11
0:33:00	29,6	5,78	1,472	33,63

0:36:40	29,6	5,75	1,412	32,31
0:40:20	29,7	5,72	1,369	31,36
0:44:00	29,8	5,7	1,321	30,30
0:47:40	29,8	5,67	1,275	29,28
0:51:20	30	5,62	1,234	28,37
0:55:00	30	5,6	1,198	27,58
0:58:40	30,1	5,58	1,152	26,56
1:02:20	30,2	5,54	1,115	25,74
1:06:00	30,4	5,51	1,078	24,93
1:09:40	30,4	5,51	1,024	23,73
1:13:20	30,5	5,47	0,984	22,85
1:17:00	30,7	5,45	0,937	21,81
1:20:40	30,7	5,43	0,897	20,93
1:24:20	30,8	5,41	0,859	20,09
1:28:00	31	5,37	0,827	19,38
1:31:40	31,1	5,33	0,784	18,43
1:35:20	31,2	5,29	0,746	17,59
1:39:00	31,2	5,29	0,709	16,77
1:42:40	31,5	5,24	0,673	15,97
1:46:20	31,6	5,21	0,635	15,13
1:50:00	31,7	5,2	0,6	14,36
1:53:40	31,8	5,19	0,563	13,54
1:57:20	32	5,16	0,534	12,90
2:01:00	32,1	5,14	0,503	12,22
2:04:40	32,2	5,12	0,472	11,53
2:08:20	32,3	5,09	0,442	10,87
2:12:00	32,5	5,07	0,414	10,25
2:15:40	32,6	5,06	0,387	9,65
2:19:20	32,7	5,05	0,357	8,99
2:23:00	32,9	5,02	0,333	8,46
2:26:40	33	4,98	0,31	7,95
2:30:20	33,1	4,94	0,286	7,42
2:34:00	33,3	4,92	0,26	6,85
2:37:40	33,4	4,91	0,239	6,38
2:41:20	33,6	4,88	0,216	5,87
2:45:00	33,7	4,88	0,196	5,43
2:48:40	33,8	4,87	0,17	4,86
2:52:20	34	4,87	0,15	4,42
2:56:00	34,1	4,85	0,131	4,00
2:59:40	34,3	4,85	0,114	3,62
3:03:20	34,4	4,82	0,097	3,24
3:07:00	34,5	4,8	0,081	2,89
3:10:40	34,5	4,8	0,064	2,51
3:14:20	34,8	4,78	0,054	2,29
3:18:00	35	4,77	0,039	1,96
3:21:40	35	4,75	0,028	1,72

3:25:20	35,2	4,73	0,024	1,63
3:29:00	35,2	4,74	0,015	1,43
3:32:40	35,6	4,71	0,012	1,37
3:36:20	35,8	4,71	0,011	1,34
3:40:00	36	4,71	0,01	1,32
3:43:40	36,2	4,7	0,009	1,30
3:47:20	36,3	4,69	0,01	1,32
3:51:00	36,6	4,68	0,011	1,34
3:54:40	36,7	4,63	0,011	1,34
3:58:20	36,7	4,61	0,01	1,32
4:02:00	37	4,6	0,01	1,32
4:05:40	37	4,57	0,009	1,30
4:09:20	37	4,57	0,009	1,30

**Tabla A2-2. Resultados ensayo índigo carmín.**