



PRODUCCIÓN DE CAPROLACTAMA



UAB
Universitat Autònoma
de Barcelona

e escola
d'enginyeria

Laura Molina Gallego
Pilar Ribatallada Ruiz
Lara Ruiz Massanet
Miren Saez Fernández de Gaceo
Edu Valle Pérez
2013

INDICE

11. DISEÑO DE EQUIPOS DE PROCESO.....	2
11.1. Tanques de almacenamiento	8
11.1.1. Introducción	8
11.1.2. Almacenamiento de Ciclohexanona.....	9
11.1.3. Almacenamiento de Tolueno.....	14
11.1.4. Almacenamiento de Hidrógeno.....	19
11.1.5. Almacenamiento de Amoníaco Anhidro	26
11.1.6. Almacenamiento del Óleum.....	31
11.1.7. Almacenamiento del Ácido Nítrico.....	36
11.1.8. Almacenamiento del Sulfato Amónico	42
11.1.9. Almacenamiento de la Caprolactama.....	46
11.2. Unidades de mezclado.....	50
11.2.1. Mezclador TM-201	50
11.2.2. Mezcladores estáticos (ME-201, ME-202 y ME-203)	59
11.2.3. Eyector (EC-201)	63
11.3. Reactor hidroxilamina R-201	67
11.3.1. Dimensionamiento de la columna	68
11.3.2. Cálculo altura reactor	74
11.3.3. Especificación de las corrientes	75
11.3.4. Sistema de intercambio de calor.....	75
11.3.5. Diseño mecánico del reactor R-201	82
11.3.6. Difusores de hidrogeno	88
11.3.7. Catalizador	88
11.3.8. Recuperación catalizador	90
11.3.9. Dimensiones filtros F-201a y F-201b.....	93
11.4. Reactor oximación.....	94
11.4.1. Introducción	94

11.4.2. Diseño de los reactores R-202, R-203, R-204, R-205 y R-206	103
11.4.3. Diseño del reactor R-207.....	113
11.5. Separadores líquido-líquido	119
11.5.1. Diseño de los separadores SE-201, SE-202, SE-203, SE-204 y SE-205	121
11.5.2. Diseño del separador SE-206	126
11.5.3. Diseño del separador de fases SE-207	130
11.6. Reactor Beckmann	135
11.6.1. Reacción de reordenación de Beckmann.....	135
11.6.2. Diseño reactor	138
11.6.3. Cinética y parámetros cinéticos.....	147
11.6.4. Modelización del reactor	149
11.6.5. Balance de materia del reactor	158
11.6.6. Diseño del reactor.....	159
11.6.7. Cálculo del espesor de aislamiento	170
11.6.8. Cálculo del calor de la reacción	173
11.6.9. Sistema de intercambio de calor.....	175
11.7. Reactor de neutralización (R-211)	176
11.7.1. Reacción de neutralización.....	176
11.7.2. Diseño reactor	176
11.7.3. Cálculo del espesor de aislamiento	189
11.7.4. Cálculo del calor de la reacción	192
11.7.5. Sistema de intercambio de calor.....	195
11.8. Columnas de separación.....	195
11.8.1. Columnas de destilación.....	195
11.8.2. Diseño columna CD-201	197
11.8.3. Diseño columna CD-202.....	208
11.8.4. Diseño columna CD-301	218
11.8.5. Columnas extracción	226
11.8.6. Diseño de la columna E-201	231

11.8.7. Diseño de la columna E-301	235
11.8.8. Diseño de la columna E-302	239
11.9. Cristalización.....	243
11.9.1. Cristalizador	246
11.10. Centrifugación y secado.....	256
11.10.1. Centrífuga.....	256
11.10.2. Secado	257
11.11. Escamadora	259
11.12. Intercambiadores de calor	263
11.12.2. Intercambiador I-201	272
11.12.3. Intercambiador I-202.....	272
11.12.4. Intercambiador I-203	273
11.12.5. Intercambiador I-204.....	273
11.12.6. Intercambiador I-205	273
11.12.7. Intercambiador I-206.....	273
11.12.8. Intercambiador I-207	274
11.12.9. Intercambiador I-208.....	274
11.12.10. Intercambiador I-209	274
11.12.11. Intercambiador I-210.....	275
11.12.12. Intercambiador I-211	275
11.12.13. Intercambiador I-301	275
11.12.14. Intercambiador I-302.....	276
11.12.15. Intercambiador I-303	276
11.12.16. Intercambiador I-304.....	276
11.12.17. Intercambiador I-305	276
11.13. Impulsión de fluidos.....	277
11.13.2. Bombas.....	277
11.13.3. Bombas de vacío	280
11.13.4. Soplantes y ventiladores.....	283

11.13.5. Compresores.....	283
11.14. Impulsión de sólidos.....	284
11.15. Cálculo de tuberías	287
11.16. Torres de refrigeración	289
11.17. Tanques de proceso	296
11.17.1. Tanque para condensador.....	296
11.17.2. Tanque pulmón para columna.....	299
11.17.3. Tanque para vacío.	300

11. DISEÑO DE EQUIPOS DE PROCESO

Si bien existen varias normas que son de aplicación, la Norma internacionalmente más reconocida y de uso más común, es la Sección VIII División 1 “Pressure Vessels” del Código ASME (American Society of Mechanical Engineers). Esta norma cubre el diseño, la selección de materiales, la fabricación, la inspección, las pruebas, los criterios de aprobación y la documentación resultante de las distintas etapas a cumplir.

El criterio de diseño utilizado por la Secc VIII div 1, establece que el espesor de pared de un recipiente a presión, deberá ser tal que las tensiones generadas por las presión, no deben exceder el valor de la tensión admisible del material. Con algunas excepciones, el mínimo espesor permitido para cuerpos y cabezales luego del formado e independientemente de la forma es 1/16 pulg (1.5 mm), excluido el espesor por corrosión.

Los recipientes serán diseñados para las más severas condiciones de presión y temperatura previstas para las condiciones normales de operación que le son requeridas. Consecuentemente, la presión de diseño será la máxima de trabajo admitida por el recipiente sin que se supere la tensión admisible del material en el punto más comprometido.

Para el diseño mecánico de los equipos se debe familiarizarse con los conceptos citados a continuación.

- Presión de operación (P_o) y Presión de Diseño (P)

La presión de operación, por un lado, es la presión de trabajo y es la presión manométrica a la que estará sometido un equipo en condiciones de operación normal.

La presión de diseño, por otro lado, es el valor que debe utilizarse en las ecuaciones para el cálculo de las partes constitutivas de los recipientes sometidos a presión. La presión de diseño se puede determinar mediante la ecuación 11.0.1, que tiene en cuenta la presión hidrostática que ejerce el líquido, al cual se le añade un 15 % del total por motivos de seguridad. La presión hidrostática se calcula según la ecuación 11.0.2 conociendo la densidad de la mezcla a la temperatura de operación y la altura del líquido.

$$P = (P_o + \Delta P) \cdot 1.15 \quad (\text{Ec. 11.0.1})$$

$$\Delta P = \rho \cdot g \cdot h \quad (\text{Ec. 11.0.2})$$

También se suele usar la ecuación 11.0.3 para el cálculo de la presión de diseño.

$$P = 1.1 P_o \quad (\text{Ec. 11.0.3})$$

- Temperatura de operación (T_O) y temperatura de diseño (T)

Siguiendo los mismos criterios que para la presión, se calcula la temperatura de diseño con la ecuación 11.0.4, donde se le añaden 20°C a la temperatura de operación por motivos de seguridad.

$$T = T_O + 20^\circ C \quad (\text{Ec. 11.0.4})$$

- Esfuerzo de Diseño de la Tensión (S)

Es el valor máximo al que podemos someter un material, que forma parte de un recipiente a presión, en condiciones normales de operación. Su valor es aproximadamente el 25% del esfuerzo último a la tensión del material en cuestión, que variará en función del material y la temperatura, como se muestra en la tabla 11.0.1.

Tabla 11.0.1: Valores del esfuerzo de diseño para diferentes temperaturas según el material.

Material	Tensile strength (N/mm ²)	Design stress at temperature °C (N/mm ²)									
		0 to 50	100	150	200	250	300	350	400	450	500
Carbon steel (semi-killed or silicon killed)	360	135	125	115	105	95	85	80	70		
Carbon-manganese steel (semi-killed or silicon killed)	460	180	170	150	140	130	115	105	100		
Carbon-molybdenum steel, 0.5 per cent Mo	450	180	170	145	140	130	120	110	110		
Low alloy steel (Ni, Cr, Mo, V)	550	240	240	240	240	240	235	230	220	190	170
Stainless steel 18Cr/8Ni unstabilised (304)	510	165	145	130	115	110	105	100	100	95	90
Stainless steel 18Cr/8Ni Ti stabilised (321)	540	165	150	140	135	130	130	125	120	120	115
Stainless steel 18Cr/8Ni Mo 2½ per cent (316)	520	175	150	135	120	115	110	105	105	100	95

- Eficiencia de las Soldaduras (E)

Generalmente los equipos constan de varias láminas unidas por soldadura. Se puede definir la eficiencia de las soldaduras como el grado de confiabilidad que se puede tener de ellas. En la tabla 11.0.2 se muestran las eficiencias cada tipo de soldadura según el radiografiado.

Tabla. 11.0.2: Valores de E.

Tipo de soldadura	Grado de examen radiográfico		
	100 %	Puntual	No
Soldadura en "X"	1.00	0.85	0.70
Soldadura en "V" con fondo	0.90	0.80	0.65
Soldadura en "V" sin fondo	--	--	0.60

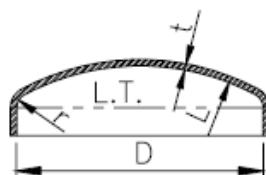
■ Sobreespesor por corrosión, C_1

Se debe prever un sobreespesor suficiente para toda la vida útil planificada para recipientes sometidos a perdida de espesor por corrosión, erosión o abrasión mecánica.

El espesor, para la corrosión, no requiere ser igual en todas las partes del recipiente dependiendo de zonas más propensas. Normalmente este valor oscila entre 1 y 6 mm, en materiales como acero al carbono se aumenta en 1/8 pulgadas, por ejemplo.

■ Factor M

El factor M es un factor adimensional que se aplica a las tapas tóriesféricas de los recipientes y es la relación entre el radio esférico interior, L , y el radio interno, r .

**Figura 11.0.1:** Tapa toriesférica

Una vez estipulada la relación entre L y r se extrae el valor de M de la tabla 11.0.3.

Tabla. 11.0.3: Valores del Factor M.**VALORES DEL FACTOR "M"**

L/r	1.00	1.25	1.50	1.75	2.00	2.25	2.50	2.75
-----	------	------	------	------	------	------	------	------

M	1.00	1.03	1.06	1.08	1.10	1.13	1.15	1.17
---	------	------	------	------	------	------	------	------

L/r	3.00	3.25	3.50	4.00	4.50	5.00	5.50	6.00
-----	------	------	------	------	------	------	------	------

M	1.18	1.20	1.22	1.25	1.28	1.31	1.34	1.36
---	------	------	------	------	------	------	------	------

L/r	6.50	7.00	7.50	8.00	8.50	9.00	9.50	10.0
-----	------	------	------	------	------	------	------	------

M	1.39	1.41	1.44	1.46	1.48	1.50	1.52	1.54
---	------	------	------	------	------	------	------	------

L/r	10.5	11.0	11.5	12.0	13.0	14.0	15.00	16.0
-----	------	------	------	------	------	------	-------	------

M	1.56	1.58	1.60	1.62	1.65	1.69	1.72	1.75
---	------	------	------	------	------	------	------	------

L/r 16.666

■ Cálculo de espesores

Definidos cada uno de los términos, se procede a calcular el espesor del recipiente. Para recipientes cilíndricos se debe aplicar la siguiente fórmula.

$$t_{cilindro} = \frac{P R}{S E - 0.6 P} + C_1 \quad (\text{Ec. 11.0.5})$$

Donde, $t_{cilindro}$ = espesor mínimo de la pared (m)

P = presión interna de diseño (Pa)

R = radio interno del recipiente (m)

S = esfuerzo máximo admisible (Pa)

C_1 = Sobrepesos por corrosión (m)

E = Eficiencia de soldadura

En los cabezales es usual usar planchas de más espesor para compensar la posible reducción de espesor durante el proceso de conformado. Dicho sobrepesos se conoce como tolerancia a la fabricación (C_2) y suele ser el 10 % de espesor obtenido.

Se distinguen varios tipos de cabezales. Para tapas tóriesféricas (figura 11.0.1), la ecuación que se debe aplicar es:

$$t_{cabezal} = \frac{P L M}{2 S E - 0.2 P} + C_1 + C_2 \quad (\text{Ec. 11.0.6})$$

Donde, $t_{cabezal}$ = espesor mínimo del cabezal (m)

P = presión interna de diseño (Pa)

L = radio esférico interior (m)

S = esfuerzo máximo admisible (Pa)

C_1 = Sobreespesor por corrosión (m)

C_2 = Tolerancia a la corrosión (m)

E = Eficiencia de soldadura

■ Cálculo del peso del equipo

El peso del equipo será el resultado de sumar todos sus componentes, y variará en función de la densidad del material. En el caso de un recipiente cilíndrico con tapas toriesféricas las cuaciones adecuadas son las siguientes:

$$M_{cilindro} = \pi H_{cil.} \left(\left(\frac{D_e}{2} \right)^2 - \left(\frac{D_i}{2} \right)^2 \right) \rho_{material} \quad (\text{Ec. 11.0.7})$$

$$M_{cabezal} = \left((0.08089 D_e^3) - (0.08089 D_i^3) \right) \rho_{material} \quad (\text{Ec. 11.0.8})$$

Para conocer el peso del equipo en operación se le debe sumar su contenido;

$$M_{op.} = M_{equip.} + (V_{liq.} \rho_{liq.}) \quad (\text{Ec. 11.0.9})$$

■ Elección del material

Los materiales empleados deben elegirse teniendo en cuenta el uso al que se destinan y siguiendo criterios económicos.

Los criterios más importantes en la elección de un material son:

- Las propiedades mecánicas
- Las propiedades físicas
- La estabilidad a la corrosión
- El precio

En base a estos criterios, el material seleccionado para el diseño de los equipos es el acero inoxidable; la razón principal es su resistencia a la corrosión. El cromo es el principal elemento aleante y el acero inoxidable debe contener por lo menos 11%. El Cromo es un elemento reactivo, pero las aleaciones que contienen Cromo se pasivan, exhibiendo una excelente resistencia a muchos ambientes.

Se dispone de un gran número de aleaciones resistentes a la corrosión, con propiedades mecánicas definidas, variando el costo en forma considerable, siendo los más representativos las aleaciones AISI 304 y AISI 316 que pertenecen al grupo de aceros inoxidables austeníticos.

Este es el grupo más popular de la familia de aceros inoxidable y son aleaciones no magnéticas endurecidas por conformado en frío (en cuyo caso es posible que se vuelvan ligeramente magnéticas) pero no por tratamiento térmico. Su microestructura está constituida fundamentalmente por granos de austenita. La presencia de Ni en estos aceros permite estabilizar la fase austenítica, pues de otro modo la adición única de Cr produciría una microestructura ferrítica a temperatura ambiente.

El acero inoxidable del tipo AISI 304 (19% Cr – 10% Ni) es el más representativo de este grupo de aleaciones. Posee una buena resistencia a la corrosión atmosférica y se emplea de forma significativa en la industria química, alimentaria y médica. Cuando las condiciones de servicio exigen una mayor resistencia a la corrosión por picaduras se emplea el acero inoxidable del tipo AISI 316 (17% Cr – 12% Ni – 2% Mo).

11.1. Tanques de almacenamiento

11.1.1. Introducción

Los tanques de almacenamiento se diseñarán en función de lo especificado en las ITC-MIE-APQ y lo dispuesto en el apartado de “Seguridad e Higiene”. También se tendrá en cuenta la Sección VIII División 1 “Pressure Vessels” del Código ASME (American Society of Mechanical Engineers y el código API 650. Además, para diseñar los tanques de almacenamiento se tendrán en cuenta las siguientes condiciones de trabajo de la planta:

- Stock

Para todos los reactivos que se necesiten para la producción de la caprolactama es necesario especificar la cantidad que habrá almacenada, es decir, el stock. Es necesario prever retrasos en el recibo de materias primas, aumentos en la producción, fallos de seguridad, ... por ello se ha decidido tener un stock de 5 días, tanto para los reactivos como para los productos.

- Venteo

Todo recipiente de almacenamiento deberá disponer de sistemas de venteo para prevenir la deformación del mismo como consecuencia de llenados, vaciados o cambios de temperatura de ambiente.

Los venteos de los recipientes que almacenen líquidos de clase B1, así como los de clase B2, C y D que estén almacenados a temperatura superior a su punto de inflamación estarán equipados con un sistema que evite la penetración de chispas o llamas (apagallamas, cierre hidráulico, inertización garantizada siempre, etc.).

Los información sobre el venteo se recoge en las diferentes ITC-MIE-APQ.

- Cubetos de retención

Se han de diseñar los cubetos en los que irán depositados los recipientes de almacenamiento, que servirán para contener posibles derrames. Debido a las características de los compuestos algunos podrán colocarse en el mismo cubeto, y otros no. Para ello se seguirán las pautas de las diferentes ITC-MIE-APQ.

En todos los cubetos los recipientes no deben estar dispuestos en más de dos filas. Es preciso que cada fila de recipientes tenga adyacente una calle o vía de acceso que permita la intervención de la brigada de lucha contra incendios.

El fondo del cubeto tendrá una pendiente de forma que todo el producto derramado escurra rápidamente hacia una zona del cubeto lo más alejada posible de la proyección de los recipientes,

11.1.2. Almacenamiento de Ciclohexanona

- Capacidad de almacenamiento

La necesidad de ciclohexanona de la planta nos la indica la corriente 228, que es de 5682.19 kg/h, y si se hace el cálculo para un día:

$$\dot{M}_{CH} = 5682.19 \text{ kg/h} \cdot 24 \text{ h} = 138124 \text{ kg/día} \quad (\text{Ec. 11.1.1.})$$

$$V_{CH} = 138124 \text{ kg/día} \div 947.8 \text{ kg/m}^3 = 145.73 \text{ m}^3/\text{día} \quad (\text{Ec. 11.1.2.})$$

Como el stock es de cinco días la capacidad de almacenaje en la planta deberá ser de 728.66 m³. Este compuesto llegará a la planta en camiones del tipo cisterna de un volumen aproximado de 25 m³. Por tanto, diariamente habrá una entrada de:

$$N_{camiones} = \frac{145.73 \text{ m}^3/\text{día}}{25 \text{ m}^3} = 5.8 \text{ camiones} \sim 6 \text{ camiones} \quad (\text{Ec. 11.1.3.})$$

En cuanto al número de tanques, hay que tener en cuenta que cuantos más tanques hay en el almacén mayor número de dispositivos de control se necesitarán y la inversión en equipos también será mayor. Por tanto, se ha decidido que el volumen de los tanques sea alto, de 180 m³, y por tanto el número de tanques será:

$$V_{tanque} = \frac{728.66 \text{ m}^3}{180 \text{ m}^3 \cdot 80\%} = 5.06 \text{ tanques} \sim 5 \text{ tanques} \quad (\text{Ec. 11.1.4.})$$

- Condiciones de almacenamiento según normativa

Tabla 11.1.1. Propiedades de la Ciclohexanona.

Parámetro	Valor
T _{inflamación} (°C)	44
P _{ebullición} (°C)	156

Como se ha comentado en el apartado de “Seguridad e Higiene”, la ciclohexanona está comprendida dentro del “Grupo B2” según la ITC-MIE-APQ1 debido a que su punto de inflamación es igual o superior a 38 °C e inferior a 55°C.

Por otro lado establece que los tanques atmosféricos no se usarán para almacenar líquidos a su temperatura de ebullición o superior, pero como en este caso se almacenará a una temperatura muy inferior a la de ebullición se usarán tanques atmosféricos.

- Dimensiones

Los tanques serán recipientes cilíndricos en posición vertical con fondo toriesférico en el extremo superior y una base plana en el inferior. El cálculo de las dimensiones del tanque se hará siguiendo las siguientes expresiones:

$$V_{tanque} = V_{cilindro} + V_{fondo} \quad (\text{Ec. 11.1.5.})$$

$$V_{cilindro} = \pi \cdot \frac{D^2}{4} \cdot H_{cilindro} \quad (\text{Ec. 11.1.6.})$$

$$V_{fondo} = 0.08089 \cdot D^3 \quad (\text{Ec. 11.1.7.})$$

Para la relación entre la altura y el diámetro del tanque se ha tomado un valor típico:

$$H_{cilindro} = 1.5 D \quad (\text{Ec. 11.1.8.})$$

Y la altura total del tanque será la suma de la altura del cilindro y la del fondo superior:

$$H_{equipo} = H_{cilindro} + 0.169 \cdot D \quad (\text{Ec. 11.1.9.})$$

Una vez obtenidas todas las expresiones para el cálculo de dimensiones se expondrán los cálculos en la siguiente tabla:

Tabla 11.1.2. Resumen dimensiones tanques almacenamiento de la Ciclohexanona.

Parámetro	Valor
V_{tanque} , (m^3)	180
D , (m)	5.23
$H_{cilindro}$, (m)	7.84
$H_{líquido}$, (m)	6.71
H_{equipo} , (m)	8.73

- Diseño mecánico

Para realizar el diseño mecánico de los tanques se calcularán los espesores de los mismos. Los tanques se construirán con acero inoxidable 304 por lo expresado en las notas. Para ello se tendrán en cuenta las ecuaciones presentadas en las notas introductorias:

$$t_{cilindro} = \frac{P R}{S E - 0.6 P} + C_1 \quad (\text{Ec. 11.0.5})$$

$$t_{cabezal} = \frac{P L M}{2 S E - 0.2 P} + C_1 + C_2 \quad (\text{Ec. 11.0.6})$$

La presión y temperatura de operación serán 1 atm y 25°C respectivamente. La presión manométrica interna de un tanque atmosférico es de 0.15 bar.

Según la norma API respecto a los tanques atmosféricos da una relación para los diámetros y espesores, y en el caso de diámetros de valores medio da un espesor para las planchas que conforman el tanque de 5mm de espesor. El espesor de las láminas del fondo superior será de 6mm.

En la siguiente tabla se resumirán los diferentes parámetros:

Tabla 11.1.3. Resumen espesores tanques almacenamiento de Ciclohexanona.

Parámetro	Valor
$P_{\text{diseño}}, (\text{Pa})$	15198.75
$T_{\text{diseño}}, (\text{°C})$	45
$S, (\text{Pa})$	165000000
$E, (\text{m})$	0.85
$R, (\text{m})$	2.61
$t_{\text{cilindro}}, (\text{m})$	0.00028
$t_{\text{total cilindro}} (\text{mm})$	2.28
$D_e, (\text{m})$	5.23
$R, (\text{m})$	0.52
$L (\text{m})$	5.23
M	1.54
$t_{\text{cabezal}}, (\text{mm})$	0.00044
$t_{\text{total cabezal}} (\text{mm})$	2.68
$t_{\text{lamina}} (\text{mm})$	8.8

- Peso del equipo

Se calcularán el peso del equipo vacío y el peso del sistema en operación. Para ello se tendrán en cuenta las expresiones de las notas introductorias:

$$M_{cilindro} = \pi H_{cil.} \left(\left(\frac{D_e}{2} \right)^2 - \left(\frac{D_i}{2} \right)^2 \right) \rho_{material} \quad (\text{Ec. 11.0.7})$$

$$M_{cabezal} = \left((0.08089 D_e^3) - (0.08089 D_i^3) \right) \rho_{material} \quad (\text{Ec. 11.0.8})$$

$$M_{op.} = M_{equip.} + (V_{liq.} \rho_{liq.}) \quad (\text{Ec. 11.0.9})$$

La capacidad del líquido son 150 m^3 , es decir, el 80% del volumen del tanque. La densidad, por otro lado, será 947.8 kg/m^3 . En la siguiente tabla se resumen los datos obtenidos:

Tabla 11.1.4. Resumen datos peso de los equipos almacenamiento de Ciclohexanona.

Parámetro	Valor
$D_e, (\text{m})$	5.24
$D_i, (\text{m})$	5.23
$\rho_{acero}, (\text{kg/m}^3)$	7930
$\rho_{líquido}, (\text{kg/m}^3)$	947.8
$V_{líquido}, (\text{m}^3)$	150
$M_{cilindro}, (\text{kg})$	3578.55
$M_{cabezal}, (\text{kg})$	368.81
$M_{lamina} (\text{kg})$	1502.59
$M_{operación}, (\text{kg})$	147619.95

- Venteo

Como se ha dicho en las notas introductorias es necesario diseñar el venteo de los tanques para evitar las deformaciones en los mismos. Los venteos tendrán como mínimo un tamaño igual al mayor de las tuberías de llenado o vaciado y en ningún caso inferiores a 35 mm de diámetro interior.

El venteo está relacionado con la superficie húmeda del recipiente que puede estar expuesta a un fuego exterior. Dicha superficie se calculará sobre las bases de un 55 por 100 de la superficie total de una esfera, o de un 75 por 100 del área total de un recipiente horizontal y los primeros

10 m por encima del suelo de un recipiente vertical, se descontara la parte de superficie que esté en contacto con el suelo.

En este caso:

$$A = \pi \cdot D \cdot H_{cilindro} = 129.06 \text{ m}^2 \quad (\text{Ec. 11.1.10.})$$

El calor recibido en caso de fuego externo, Q, será el siguiente, donde el Factor F = 1:

$$Q = 139.7 \cdot F \cdot A^{0.82} \cdot 10^3 = 139.7 \cdot 1 \cdot 129.06^{0.82} \cdot 10^3 = 7517096.55 \text{ kJ/h} \quad (\text{Ec. 11.1.11.})$$

Una vez obtenido el calor recibido se puede proceder al cálculo del venteo total para líquidos estables en el caso de almacenamientos a presión atmosférica, donde L es el calor latente de vaporización en KJ/kg (extraído de las tablas de la bibliografía) y M es el peso molecular:

$$Q_{venteo} = \frac{4.414 \cdot Q}{L \cdot \sqrt{M}} = \frac{4.414 \cdot 7517096.55}{459.30 \cdot \sqrt{98.14}} = 7290.69 \text{ m}^3/\text{h} \quad (\text{Ec. 11.1.12.})$$

■ Cubetos de retención

La distancia en proyección horizontal entre la pared del recipiente y el borde interior inferior del cubeto será, como mínimo, de 1 metro.

Cuando un cubeto contenga varios recipientes la capacidad del cubeto será la capacidad global de los recipientes, considerando que no existe ningún recipiente en su interior. No obstante, la capacidad total podrá reducirse si se almacenan sustancias de la clase B, de manera que se almacenará el 10 por 100 de la capacidad calculada.

Las paredes de los cubetos deberán ser de materiales no combustibles, estancas y resistir la altura total del líquido a cubeto lleno. En general, las paredes del cubeto deben tener una altura máxima de 1,8 metros, con respecto al nivel interior, para lograr una buena ventilación.

El diseño del cubeto se presenta en el apartado de “Almacenamiento de Tolueno” ya que se almacenan en un mismo cubeto.

11.1.3. Almacenamiento de Tolueno

- Capacidad de almacenamiento

El tolueno se necesita en dos áreas diferentes de la planta, por un lado como disolvente en la operación de extracción de la oximación y por otro lado en la zona de purificación de la caprolactama. Como en ambas zonas es una sustancia inerte y se recircula, se necesita muy poca cantidad, que será la que se pierda durante el proceso y sea necesario reemplazar. La cantidad total de tolueno será la suma de las corriente 229 y la corriente 273:

$$\dot{M}_{tolueno} = 8.3 \text{ kg/h} + 2.86 \text{ kg/h} = 11.16 \text{ kg/h} \quad (\text{Ec. 11.1.13.})$$

$$V_{tolueno} = 267.84 \text{ kg/día} \div 874.61 \text{ kg/m}^3 = 0.31 \text{ m}^3/\text{día} \quad (\text{Ec. 11.1.14.})$$

Se ha pensado que como la cantidad es muy pequeña se puede establecer especialmente para este compuesto un stock más alto. Como los camiones cisterna tienen una capacidad de 25m^3 y llegarán llenos, se ha decidido que el tanque de almacenamiento tenga un volumen capaz de almacenar 25 m^3 . Como el llenado de los tanques es del 80%:

$$V_{tanque} = 25 \text{ m}^3 \cdot \frac{100}{80}\% = 31.25 \text{ m}^3 \sim 30 \text{ m}^3 \quad (\text{Ec. 11.1.15.})$$

De esta forma el stock para el tolueno será el siguiente:

$$Stock_{tolueno} = \frac{25 \text{ m}^3}{0.31 \text{ m}^3/\text{día}} = 80.64 \text{ días} \quad (\text{Ec. 11.1.16.})$$

- Condiciones del almacenamiento según normativa

Tabla 11.4.5. Propiedades del Tolueno.

Parámetro	Valor
$T_{inflamación}$ (°C)	4
$P_{ebullición}$ (°C)	111

El tolueno está comprendido dentro del “Grupo B1” según la ITC-MIE-APQ1 ya que su punto de inflamación es inferior a 38 °C.

En el caso del tolueno también es posible almacenarlo en tanques atmosféricos debido a su punto de ebullición.

- Dimensiones

El tanque será un recipiente cilíndrico en posición vertical con un fondo toriesférico en el extremo superior y una lama en el inferior. El cálculo de las dimensiones del tanque se hará siguiendo las siguientes expresiones ya mencionadas en el primer apartado de almacenamiento:

$$V_{tanque} = V_{cilindro} + V_{fondo} \quad (\text{Ec. 11.1.5.})$$

$$V_{cilindro} = \pi \cdot \frac{D^2}{4} \cdot H_{cilindro} \quad (\text{Ec. 11.1.6.})$$

$$V_{fondo} = 0.08089 \cdot D^3 \quad (\text{Ec. 11.1.7.})$$

$$H_{cilindro} = 1.5 D \quad (\text{Ec. 11.1.8.})$$

Y la altura total del tanque será la suma de la altura del cilindro y la del fondo superior:

$$H_{equipo} = H_{cilindro} + 0.169 \cdot D \quad (\text{Ec. 11.1.9.})$$

Una vez obtenidas todas las expresiones para el cálculo de dimensiones se expondrán los cálculos en la siguiente tabla:

Tabla 11.1.6. Resumen dimensiones tanques almacenamiento del Tolueno.

Parámetro	Valor
V_{tanque} , (m^3)	30
D , (m)	2.88
$H_{cilindro}$, (m)	4.32
$H_{líquido}$, (m)	3.69
H_{equipo} , (m)	4.80

- Diseño mecánico

Para el cálculo del espesor del tanque se tendrán en cuenta las expresiones de las notas introductorias:

$$t_{cilindro} = \frac{P R}{S E - 0.6 P} + C_1 \quad (\text{Ec. 11.0.5})$$

$$t_{cabeza} = \frac{P L M}{2 S E - 0.2 P} + C_1 + C_2 \quad (\text{Ec. 11.0.6})$$

La presión y temperatura de operación serán 1 atm y 25°C respectivamente, y la presión interna del tanque atmosférico será de 0.15 bar. En la siguiente tabla se resumirán los diferentes parámetros:

Tabla 11.1.7. Resumen espesores tanques almacenamiento del Tolueno.

Parámetro	Valor
$P_{\text{diseño}}, (\text{Pa})$	15198.75
$T_{\text{diseño}}, (\text{°C})$	45
$S, (\text{Pa})$	165000000
$E, (\text{m})$	0.85
$R, (\text{m})$	1.44
$t_{\text{cilindro}}, (\text{m})$	0.00016
$t_{\text{total cilindro}} (\text{mm})$	2.16
$D_e, (\text{m})$	2.885
$R, (\text{m})$	0.29
$L (\text{m})$	2.88
M	1.54
$t_{\text{cabeza}}, (\text{mm})$	0.00024
$t_{\text{total cabezal}} (\text{mm})$	2.20
$t_{\text{lamina}} (\text{mm})$	8.8

▪ Peso del equipo

Se calcularán el peso del equipo vacío y el peso en operación. Para ello se tendrán en cuenta las expresiones de las notas introductorias:

$$M_{\text{cilindro}} = \pi H_{\text{cil.}} \left(\left(\frac{D_e}{2} \right)^2 - \left(\frac{D_i}{2} \right)^2 \right) \rho_{\text{material}} \quad (\text{Ec. 11.0.7})$$

$$M_{\text{cabeza}} = \left((0.08089 D_e^3) - (0.08089 D_i^3) \right) \rho_{\text{material}} \quad (\text{Ec. 11.0.8})$$

$$M_{op.} = M_{equip.} + (V_{liq.} \rho_{liq}) \quad (\text{Ec. 11.0.9})$$

La capacidad del líquido son 25 m^3 . La densidad, por otro lado, será 861.74 kg/m^3 . En la siguiente tabla se resumen los datos obtenidos:

Tabla 11.1.8. Resumen datos peso de los equipos almacenamiento del Tolueno.

Parámetro	Valor
$D_e, (\text{m})$	2.885
$D_i, (\text{m})$	2.878
$\rho_{acero}, (\text{kg/m}^3)$	7930
$\rho_{líquido}, (\text{kg/m}^3)$	861.74
$V_{líquido}, (\text{m}^3)$	25
$M_{cilindro}, (\text{kg})$	1084.37
$M_{cabezal}, (\text{kg})$	111.82
$M_{lamina} (\text{kg})$	456.06
$M_{operación}, (\text{kg})$	23195.75

■ Venteo

Como se ha dicho en las notas introductorias es necesario diseñar el venteo de los tanques para evitar las deformaciones en los mismos. Los venteos tendrán como mínimo un tamaño igual al mayor de las tuberías de llenado o vaciado y en ningún caso inferiores a 35 mm de diámetro interior.

En el caso del tolueno por estar almacenado a temperatura superior a su punto de inflamación el tanque estará equipado con un sistema que evite la penetración de chispas o llamas.

El venteo está relacionado con la superficie húmeda del recipiente que puede estar expuesta a un fuego exterior. Dicha superficie se calculará sobre las bases de un 55 por 100 de la superficie total de una esfera, o de un 75 por 100 del área total de un recipiente horizontal y los primeros 10 m por encima del suelo de un recipiente vertical, se descontará la parte de superficie que esté en contacto con el suelo.

En este caso:

$$A = \pi \cdot D \cdot H_{cilindro} = 39.15 \text{ m}^2 \quad (\text{Ec. 11.1.17.})$$

El calor recibido en caso de fuego externo, Q , será el siguiente, donde el Factor $F = 1$:

$$Q = 139.7 \cdot F \cdot A^{0.82} \cdot 10^3 = 139.7 \cdot 1 \cdot 39.15^{0.82} \cdot 10^3 = 2826418.42 \text{ kJ/h} \text{ (Ec. 11.1.18.)}$$

Una vez obtenido el calor recibido se puede proceder al cálculo del venteo total para líquidos estables en el caso de almacenamientos a presión atmosférica, donde L es el calor latente de vaporización en KJ/kg (extraído de las tablas de la bibliografía) y M es el peso molecular:

$$Q_{venteo} = \frac{4.414 \cdot Q}{L \cdot \sqrt{M}} = \frac{4.414 \cdot 2826418.42}{413.62 \cdot \sqrt{92.1}} = 3142.95 \text{ m}^3/\text{h} \text{ de aire (Ec. 11.1.19.)}$$

- Cubetos de retención

Como se ha comentado en el apartado de almacenamiento de la ciclohexanona, un mismo cubeto servirá para el almacenamiento de ambos compuestos. Para conocer el volumen total del cubeto se tomará el mayor volumen de entre:

1. 10% del volumen de la capacidad total de todos los tanques

$$Q_1 = [5 * 180 \text{ m}^3 + 30 \text{ m}^3] \cdot \frac{10}{100} = 93 \text{ m}^3 \text{ (Ec. 11.1.20.)}$$

2. 100% de la capacidad del mayor de los tanques

$$Q_2 = 180 \text{ m}^3 \text{ (Ec. 11.1.21.)}$$

Como se puede observar la mayor capacidad volumétrica nos da la segunda vía, por tanto, el volumen del cubeto será de 180 m³, aunque el recipiente se llena hasta el 80% se ha tomado el 100% del volumen como sobredimensionamiento.

Por otro lado, se tendrán en cuenta las distancias entre los recipientes. Según la “Tabla II-5” de la normativa las distancias entre recipientes de la clase B se calcularán a partir de la expresión siguiente:

$$Distancia = 0.5 \cdot D = 0.5 \cdot 5.23 = 2.62 \text{ m} \text{ (Ec. 11.1.22.)}$$

Dado que los recipientes deben colocarse como máximo en dos hileras se ha decidido que en una primera hilera se coloquen 3 tanques con una distancia entre ellos de 2.6 m y en otra hilera se coloquen dos tanques de ciclohexanona y el tanque de tolueno, separados por la misma

distancia. Entre las dos filas habrá un pasillo para mayor accesibilidad. La distancia entre los tanques y la pared será de 1.5m.

En total la longitud y anchura del recipiente serán:

$$L_{cubeto} = 2 \cdot 2.62 + 2 \cdot 1.5 + 3 \cdot 5.23 = 23.93 \text{ m} \sim 24 \text{ m} \quad (\text{Ec. 11.1.23.})$$

$$W_{cubeto} = 2 \cdot 1.5 + 2.62 + 2 \cdot 5.23 = 16.08 \text{ m} \sim 16 \text{ m} \quad (\text{Ec. 11.1.24.})$$

Por tanto, el área total del cubeto será:

$$A_{cubeto} = 24 \text{ m} \cdot 16 \text{ m} = 384 \text{ m}^2 \quad (\text{Ec. 11.1.25.})$$

Para conocer el área útil, en cambio, hay que tener en cuenta el área de los tanques:

$$A_{cubeto, \text{útil}} = 384 \text{ m}^2 - \left(5 \cdot \pi \frac{5.23^2}{4} + \pi \frac{2.885^2}{4} \right) \text{ m}^2 = 270 \text{ m}^2 \quad (\text{Ec. 11.1.26.})$$

Como se puede observar según las dimensiones el cubeto es capaz de albergar mayor cantidad que la capacidad del tanque más grande. Se ha decidido que la altura sea:

$$H_{cubeto} = 1.30 \text{ m} \quad (\text{Ec. 11.1.27.})$$

11.1.4. Almacenamiento de Hidrógeno

- Capacidad de almacenamiento

El hidrógeno se utiliza en la producción de hidroxilamina fosfato. Entra en su forma gaseosa y reacciona con el ácido fosfórico y los nitratos para producirla. El gas que se requiere viene dado por la corriente 204:

$$\dot{M}_{hidrógeno} = 362.87 \text{ kg/h} \quad (\text{Ec. 11.1.28.})$$

Como se ha comentado en las notas introductorias el stock será de 5 días, por tanto:

$$C_{hidrógeno} = 362.87 \text{ kg/h} \cdot 5 \text{ días} = 1814.35 \text{ kg} \quad (\text{Ec. 11.1.29.})$$

Teniendo en cuenta que su densidad en estado líquido es de 70.78 kg/m^3 , la capacidad de almacenamiento será:

$$C_{hidrógeno,vol.} = 1814.35 \text{ kg} \cdot \frac{1 \text{ m}^3}{70.78 \text{ kg}} = 25.63 \text{ m}^3 \quad (\text{Ec. 11.1.30.})$$

Si el volumen de cada tanque es de 13 m^3 entonces el número de tanques necesarios será:

$$N_{tanques} = \frac{25.63 \text{ m}^3}{13 \text{ m}^3/tanque} = 1.97 \text{ tanques} \sim 2 \text{ tanques} \quad (\text{Ec. 11.1.31.})$$

▪ Condiciones almacenamiento

Existen varias formas de almacenar el hidrógeno: gas comprimido, gas licuado, hidruros metálicos, ... Se han estudiado dos de las formas más comunes, que son en forma de gas comprimido a baja presión y en forma líquida. La mayor desventaja que presenta la primera forma de almacenaje es el gran volumen que necesita, y el segundo caso necesita de mucha potencia para mantener el gas licuado e importantes sistemas de aislamiento.

Se ha optado por almacenar el gas en su forma licuada. Además, en la bibliografía el “Ullmann’s Enc. Of Industrial Chemistry” comenta en cuanto al almacenaje de hidrógeno que cuando el tiempo es mayor de 30 horas la forma más económica es el almacenamiento en líquido.

Según “Ullmann’s Enc. Of Industrial Chemistry” las condiciones de operación del almacenaje de hidrógeno líquido son a presión de 0.15 MPa y 21K . Por otro lado, la energía específica de capacidad de almacenaje supera los 50 kWh/kW .

Uno de los mecanismos más extendidos es el de aislar los tanques con pared doble y llenar este espacio con perlita, que es una roca volcánica. Para tanques de gran tamaño las pérdidas son del rango de 0.1% diario sobre lo almacenado. Si no es posible capturar el hidrógeno hay que purgarlo. El proceso de purga a la atmósfera tiene pocos riesgos de seguridad ya que se difunde rápidamente en el aire.

A medida que el diámetro del tanque aumenta el volumen aumenta más rápidamente que el área de modo que los tanques grandes tienen proporcionalmente menos transferencia de calor que los tanques pequeños, reduciendo la evaporación flash.

El tanque será un recipiente cilíndrico horizontal con una relación de H/D pequeña. El esquema de almacenamiento de gases licuados es el siguiente:

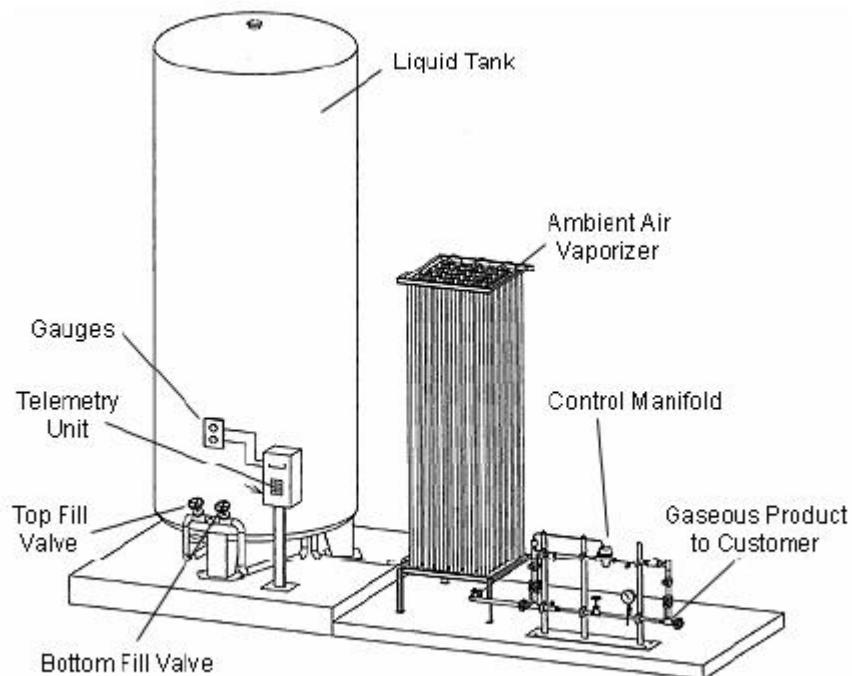


Figura 11.1.1. Esquema típico de almacenamiento criogénico.

El líquido se mantiene almacenado en tanques especialmente aislados. Consta de un recipiente interior de acero inoxidable para soportar bajas temperaturas, y uno exterior de acero al carbono, aislados entre sí por una combinación de alto vacío y material aislante. El líquido sale del recipiente y atraviesa la zona de evaporación mediante tubos que están en contacto con la atmósfera. De esta forma se gasifica y aumenta su temperatura. Después mediante impulsión se recircula al proceso.

▪ Aislamiento

Se ha decidido utilizar como aislante la perlita criogénica. El aislamiento criogénico o de baja temperatura con perlita expandida presenta un nivel muy bajo de conductividad térmica gracias a un amplio rango de densidades y la densidad recomendada es de 48 a 72 Kg / m³ (3 a 4 lb / ft³).

El aislamiento criogénico con perlita expandida presenta muchas ventajas respecto a otros sistemas:

- Bajo coste
- Instalación y manejo de poca dificultad
- No deforma el recipiente que debe aislar
- Gracias a que es incombustible cumple con las regulaciones de incendio.

El aislamiento criogénico con perlita expandida se realiza en una gran variedad de recipientes de almacenamiento. La mayoría son construidos con una doble pared y una corona circundante rellena de perlita expandida.

■ Dimensiones

Los recipientes que albergarán el hidrógeno tendrán una relación de altura/diámetro menor que los anteriores:

$$L_{cilindro} = 1.2 D \quad (\text{Ec. 11.1.32.})$$

Por lo demás, las ecuaciones para el cálculo de las dimensiones serán las mismas:

$$V_{tanque} = V_{cilindro} + 2 \cdot V_{fondo} \quad (\text{Ec. 11.1.5.})$$

$$V_{cilindro} = \pi \cdot \frac{D^2}{4} \cdot L_{cilindro} \quad (\text{Ec. 11.1.6.})$$

$$V_{fondo} = 2 \cdot 0.08089 \cdot D^3 \quad (\text{Ec. 11.1.7.})$$

Y la longitud total del tanque será la suma de la longitud del cilindro y la de los dos fondos:

$$L_{equipo} = L_{cilindro} + 2 \cdot 0.169 \cdot D \quad (\text{Ec. 11.1.9.})$$

Una vez obtenidas todas las expresiones para el cálculo de dimensiones se expondrán los cálculos en la siguiente tabla:

Tabla 11.1.9. Resumen dimensiones tanques almacenamiento del Hidrógeno.

Parámetro	Valor
V_{tanque} , (m ³)	13
D, (m)	2.275
H _{cilindro} , (m)	2.73
H _{equipo} , (m)	3.11
AT, distancia doble pared (mm)	50

- Diseño mecánico

Para el cálculo del espesor del tanque se tendrán en cuenta las expresiones de las notas introductorias:

$$t_{cilindro} = \frac{P R}{S E - 0.6 P} + C_1 \quad (\text{Ec. 11.0.5})$$

$$t_{cabeza} = \frac{P L M}{2 S E - 0.2 P} + C_1 + C_2 \quad (\text{Ec. 11.0.6})$$

La presión y temperatura de operación serán 0.15 MPa y 21 K. En la siguiente tabla se resumirán los diferentes parámetros:

Tabla 11.1.10. Resumen espesores tanques almacenamiento del Hidrógeno.

Parámetro	Valor
P _{diseño} , (Pa)	165000
T _{diseño} , (°C)	-252.15
S (Pa)	165000000
E (m)	0.85
R, (m)	1.14
t _{cilindro} , (m)	0.00134
t _{Total-cilindro} , (mm)	3.34
D _e , (mm)	2.278
R, (m)	0.23
L (m)	2.28
M	1.54
t _{cabeza} , (mm)	0.00206
t _{total-cabeza} (mm)	2.20

- Peso del equipo

Se calcularán el peso del equipo vacío y el peso en operación. Según la ITC-MIE-AP10 en su apartado para la elección de material se ha elegido el tipo “acero austénico al cromo-níquel” porque permite trabajar hasta una temperatura de -270 °C.

Se tendrán en cuenta las expresiones de las notas introductorias:

$$M_{cilindro} = \pi H_{cil.} \left(\left(\frac{D_e}{2} \right)^2 - \left(\frac{D_i}{2} \right)^2 \right) \rho_{material} \quad (\text{Ec. 11.0.7})$$

$$M_{cabezal} = \left((0.08089 D_e^3) - (0.08089 D_i^3) \right) \rho_{material} \quad (\text{Ec. 11.0.8})$$

$$M_{op.} = M_{equip.} + (V_{liq.} \rho_{liq.}) \quad (\text{Ec. 11.0.9})$$

La densidad, por otro lado, será 70.78 kg/m³. En la siguiente tabla se resumen los datos obtenidos:

Tabla 11.1.11. Resumen datos peso de los equipos almacenamiento Hidrógeno.

Parámetro	Valor
D _e , (m)	2.278
D _i , (m)	2.275
ρ _{acero} , (kg/m ³)	7930
ρ _{líquido} , (kg/m ³)	70.78
Capacidad (m ³)	13
M _{cilindro} , (kg)	258.49
M _{cabezal} , (kg)	33.30
M _{operación} , (kg)	1529.70

- Equipos de seguridad y control

La ITC-MIE-AP10, referente a depósitos criogénicos, da varias pautas para garantizar la seguridad en el parque de tanques. El recipiente interior debe estar protegido por dos válvulas de seguridad, colocadas en la fase gas y en comunicación permanente con el interior del recipiente. La salida de estos elementos debe estar dirigida de forma que no dañe los elementos estructurales del depósito o a las personas o cosas que puedan estar próximas, ni debe crear condiciones peligrosas ambientales.

Una de las válvulas debe estar tarada a la máxima presión de trabajo y ha de estar diseñada para evitar que la presión sobrepase el 110 por 100 de la máxima presión de trabajo.

Las válvulas de seguridad y discos de rotura deben estar instalados de forma que estén en comunicación permanente con la cámara de gas del depósito en el punto más alto.

Las tuberías a las que se conecta el sistema de seguridad deben tener la sección suficiente para dar paso al gas exigido a dicho sistema y en ningún caso inferior a 18 milímetros de diámetro (3/4").

Los sistemas de venteo de las válvulas de seguridad y discos de rotura deben evitar reducir el caudal exigido al sistema, así como la acumulación de materias extrañas. Las válvulas de seguridad para gases inflamables estarán provistas de apagallamas y efectuarán las descargas en puntos donde no se cree atmósfera explosiva. Está prohibido el uso de válvulas de peso muerto o contrapeso

Los tramos de tubería comprendidos entre dos válvulas de cierre deben estar protegidos por un sistema de alivio de presión que evite la rotura de la misma en caso de que quede líquido criogénico o gas frío atrapado entre ambas válvulas.

Estos dispositivos deben tener un tramo de tubería de longitud mínima de 10 centímetros que los separe de la zona fría para evitar que queden bloqueados por el hielo. La presión de tarado de estos dispositivos será inferior a la presión nominal de trabajo de la tubería protegida.

- Diseño del Cubeto

La clasificación del almacenamiento se realiza de dos maneras:

1. Tamaño: Depósito B (de 5000 a 2000 l)
2. Gas contenido: III. Inflamable (Hidrógeno)

La distancia entre recipientes debe ser la semisuma entre los diámetros, es decir:

$$Dist. = 0.5 D = 1.139 \text{ m} \sim 1.2 \text{ m} \quad (\text{Ec. 11.1.33.})$$

En este caso como en el mismo cubeto se almacenan varios recipientes el volumen del cubeto será el del contenido lleno del depósito de mayor capacidad en el caso de inflamables en el caso de que se hayan tomado todas las medidas de seguridad indicadas. Si no es así, el volumen del cubeto deberá ser la suma de todo el líquido contenido en los depósitos si son inflamables. Por tanto, el volumen será:

$$V_{cubeto} = 2 \cdot 13 \text{ m}^3 = 26 \text{ m}^3 \quad (\text{Ec. 11.0.9}) \quad (\text{Ec. 11.1.34.})$$

Se ha tomado una distancia de 1.5 metros de la pared del recipiente a la pared del cubeto.

En total la longitud y anchura del recipiente serán:

$$L_{cubeto} = 1.2 + 2 \cdot 1.5 + 2 \cdot 2.28 = 8.76 \text{ m} \sim 9 \text{ m} \quad (\text{Ec. 11.1.35.})$$

$$W_{cubeto} = 2 \cdot 1.5 + 3.5 = 6.5 \text{ m} \sim 6.5 \text{ m} \quad (\text{Ec. 11.1.36.})$$

Por tanto, el área total del cubeto será:

$$A_{cubeto} = 9 \text{ m} \cdot 6.5 \text{ m} = 58.50 \text{ m}^2 \quad (\text{Ec. 11.1.36.})$$

Para conocer el área útil, en cambio, hay que tener en cuenta el área de los tanques, que son cilíndricos y verticales:

$$A_{cubeto, \text{útil}} = 58.50 \text{ m}^2 - 2 \cdot 2.28 \text{ m}^2 = 53.94 \text{ m}^2 \quad (\text{Ec. 11.1.37.})$$

Como se puede observar según las dimensiones el cubeto es capaz de albergar mayor cantidad que la capacidad del tanque más grande. Se ha decidido que la altura sea:

$$H_{cubeto} = 1.30 \text{ m} \quad (\text{Ec. 11.1.38.})$$

11.1.5. Almacenamiento de Amoníaco Anhidro

- Capacidad de almacenamiento

El amoníaco es necesario en dos zonas del proceso. Una de ellas es la adición de amoníaco en el R.207 de la oximación para conseguir que el pH de la reacción aumente a 4.5 para conseguir una conversión del 100%. La segunda es la adición del amoníaco en la neutralización de la caprolactama sulfonada después de los reactores de Beckmann. Por tanto, el caudal total de amoníaco se especifica en la corriente 234:

$$\dot{M}_{amoníaco} = 3042.64 \text{ kg/h} \quad (\text{Ec. 11.1.39.})$$

Como se ha comentado en las notas introductorias el stock será de 5 días, por tanto:

$$C_{amoníaco} = 3042.64 \frac{kg}{h} \cdot 5 \text{ días} = 15213.2 \text{ kg} \quad (\text{Ec. 11.1.40.})$$

Teniendo en cuenta que su densidad en estado líquido es de 0.6819 kg/l a -33.35 °C y 1 atm, la capacidad de almacenamiento será:

$$C_{amoníaco,vol.} = 15213.2 \text{ kg} \cdot \frac{1 \text{ m}^3}{681.9 \text{ kg}} = 22.31 \text{ m}^3 \quad (\text{Ec. 11.1.41.})$$

El grado de llenado del tanque para almacenamientos refrigerados según la normativa es de 0.64, expresado en kilogramos de amoníaco anhidro por litro de volumen del tanque o recipiente a presión:

$$C_{amoníaco,kg.} = \frac{0.64 \text{ kg NH}_3}{1 \text{ l}} \cdot 24000 \text{ l/tanque} = 15360 \text{ kg NH}_3/\text{tanque} \quad (\text{Ec. 11.1.42.})$$

Por tanto, se colocará un tanque de almacenamiento de amoníaco de 24 m³.

- Condiciones de almacenamiento

Según la ITC-MIE-APQ4 el almacenamiento de amoníaco se puede hacer en tres formas diferentes: refrigerado, semirrefrigerado y no refrigerado. En este caso se ha optado por la primera opción, la de refrigerado. Para ello el amoníaco se almacenará en estado líquido a una temperatura de menos 33°C y a presión atmosférica.

El material de los componentes del tanque o recipiente a presión en contacto con amoníaco anhidro y de los demás componentes unidos directamente a los mismos, será acero de límite elástico inferior a 490 N/mm² (50 kg/mm²) y buenas características de soldabilidad, ductilidad y tenacidad

Según esta instrucción técnica el código de diseño utilizado para el almacenamiento refrigerado será “Api Standard 620 Appendix R”.

- Dimensiones

Se ha optado por utilizar tanques cilíndricos aislados de una sola pared. Para conocer sus dimensiones se seguirán las siguientes expresiones:

$$V_{tanque} = V_{cilindro} + 2 \cdot V_{fondo} \quad (\text{Ec. 11.1.5.})$$

$$V_{cilindro} = \pi \cdot \frac{D^2}{4} \cdot L_{cilindro} \quad (\text{Ec. 11.1.6.})$$

$$V_{fondo} = 2 \cdot 0.08089 \cdot D^3 \quad (\text{Ec. 11.1.7.})$$

$$L_{cilindro} = 1.2 D \quad (\text{Ec. 11.1.X.})$$

Y la altura total del tanque será la suma de la altura del cilindro y la de los dos fondos:

$$L_{equipo} = L_{cilindro} + 2 \cdot 0.169 \cdot D \quad (\text{Ec. 11.1.9.})$$

Una vez obtenidas todas las expresiones para el cálculo de dimensiones se expondrán los cálculos en la siguiente tabla:

Tabla 11.1.12. Resumen dimensiones tanques almacenamiento del Amoníaco anhídrido.

Parámetro	Valor
$V_{tanque}, (\text{m}^3)$	24
$D, (\text{m})$	2.79
$L_{cilindro}, (\text{m})$	3.35
$L_{equipo}, (\text{m})$	4.29

- Diseño mecánico

Según la normativa API en su apéndice para tanques refrigerados el espesor para los componentes primarios del equipo, en este caso, la carcasa, se encuentra entre 3/16-2 in. Se ha optado por ponerle un espesor de 1.5 in.

La temperatura y presión de diseño serán de .33.35 °C y 1 atm.

El material elegido es acero de límite elástico inferior a 490 N/mm² (50 kg/mm²). En cuanto al sobreespesor según ITC-MIE-APQ-4 será, como mínimo, 1 milímetro de sobreespesor de corrosión para tanques y recipientes a presión.

Por tanto,

$$t_{equipo} = 38 \text{ mm} + 2 \text{ mm} = 40 \text{ mm} \quad (\text{Ec. 11.1.43})$$

- Peso del equipo

Se calcularán el peso del equipo vacío y el peso en operación. Como se ha comentado antes, el llenado del tanque es de 0.64 kg de amoníaco por litro de tanque, por tanto, se almacenarán 15360 kg de amoníaco en el tanque

Se tendrán en cuenta las expresiones de las notas introductorias:

$$M_{cilindro} = \pi H_{cil.} \left(\left(\frac{D_e}{2} \right)^2 - \left(\frac{D_i}{2} \right)^2 \right) \rho_{material} \quad (\text{Ec. 11.0.7})$$

$$M_{cabezal} = \left((0.08089 D_e^3) - (0.08089 D_i^3) \right) \rho_{material} \quad (\text{Ec. 11.0.8})$$

$$M_{op.} = M_{equip.} + (V_{liq.} \rho_{liq.}) \quad (\text{Ec. 11.0.9})$$

En la siguiente tabla se pueden observar los datos obtenidos:

Tabla 11.1.13. Resumen datos peso de los equipos almacenamiento del Amoníaco anhídrido.

Parámetro	Valor
D _e , (m)	2.831
D _i , (m)	2.791
ρ _{acero} , (kg/m ³)	7930
Capacidad (kg)	15360
M _{cilindro} , (kg)	4689.89
M _{cabezal} , (kg)	608.12
M _{operación} , (kg)	21266.12

- Equipos de seguridad y control

LA ITC-MIE-APQ-4 establece varias normas en cuanto a los elementos de seguridad de los almacenes de amoníaco anhídrido:

Todas las conexiones de tanques y recipientes a presión, excepto las de válvulas de seguridad, tendrán válvulas de cierre instaladas lo más cerca posible del punto de conexión. Además, las

conexiones utilizadas para trasiego de líquido situadas por debajo del máximo nivel de llenado dispondrán de válvulas de bloqueo con accionamiento a distancia o de retención en conexiones de llenado o de cierre por exceso de caudal.

El tanque tendrá una sola válvula de seguridad por tener una capacidad menor a los 100m³. Los tanques dispondrán también, como mínimo, de dos válvulas de seguridad de vacío, pudiéndose utilizar el tipo de válvula doble de presión y vacío.

En cuanto a los indicadores de nivel cada tanque o recipiente a presión estará equipado con un indicador permanente que permita controlar el nivel del líquido contenido. Además, dispondrá, como mínimo, de un dispositivo de nivel máximo o de un segundo indicador de nivel independiente del anterior y de distinto tipo con señalización óptica y acústica.

En los tanques se dispondrán alarmas independientes de alta y baja presión, con señalización óptica y acústica.

Los tanques y recipientes a presión tendrán, como mínimo, dos tomas de tierra, que se ajustarán a lo establecido en el Reglamento electrotécnico de baja tensión.

■ Diseño del Cubeto

En un mismo cubeto podrán almacenarse varios tanques de amoníaco anhídrido. Las paredes de los cubetos podrán ser de tierra, acero, hormigón u obra de fábrica, serán estancas y deberán resistir, como mínimo, la presión correspondiente a la altura de líquido. Las paredes de tierra de altura igual o superior a 1 metro deberán ser compactadas y tendrán en la parte más alta una anchura mínima de 50 cm. La pendiente de la pared de tierra será coincidente con el ángulo de reposo del material con que esté construida.

Se dispondrán los medios necesarios para drenar el agua de lluvia que pueda quedar embalsada en el cubeto, la superficie tendrá una pendiente mínima del 1 por 100 hacia el pozo de drenaje.

Los cubetos estarán rodeados, en una cuarta parte de su perímetro, como mínimo, por vías de acceso que tendrán 2,5 metros de anchura mínima y la altura libre precisa para circulación y maniobra de la maquinaria de mantenimiento.

La capacidad del cubeto para tanques refrigerados será suficiente para retener el líquido que se calcule en el proyecto que no se evaporará instantáneamente en caso de colapso del tanque o recipiente a presión de mayor capacidad. Por ello, se ha calculado que su capacidad en riesgo máximo será:

$$V_{cubeto} = 24 \text{ m}^3 \quad (\text{Ec. 11.1.44.})$$

En total la longitud y anchura del recipiente serán:

$$L_{cubeto} = 2 \cdot 1.5 + 2.831 = 5.831 \text{ m} \sim 6 \text{ m} \quad (\text{Ec. 11.1.45.})$$

$$W_{cubeto} = 2 \cdot 1.5 + 4.29 = 7.29 \text{ m} \sim 7.5 \text{ m} \quad (\text{Ec. 11.1.46.})$$

Por tanto, el área total del cubeto será:

$$A_{cubeto} = 6 \text{ m} \cdot 7.5 \text{ m} = 45 \text{ m}^2 \quad (\text{Ec. 11.1.47.})$$

Para conocer el área útil, en cambio, hay que tener en cuenta el área de los tanques, que son cilíndricos y horizontales:

$$A_{cubeto, \text{útil}} = 45 \text{ m}^2 - (2.831 \cdot 4.29) \text{ m}^2 = 32.86 \text{ m}^2 \quad (\text{Ec. 11.1.48.})$$

Como se puede observar según las dimensiones el cubeto es capaz de albergar mayor cantidad que la capacidad del tanque. Se ha decidido que la altura sea:

$$H_{cubeto} = 1.30 \text{ m} \quad (\text{Ec. 11.1.49.})$$

11.1.6. Almacenamiento del Óleum

- Capacidad de almacenamiento

La necesidad de óleum de la planta nos la indica la corriente 245, que es de 8279.31 kg/h, y si se hace el cálculo para un día:

$$\dot{M}_{Óleum} = 8279.31 \text{ kg/h} \cdot 24 \text{ h} = 198703.44 \text{ kg/día} \quad (\text{Ec. 11.1.50.})$$

$$V_{Óleum} = 198703.44 \text{ kg/día} \div 1890 \text{ kg/m}^3 = 105.13 \text{ m}^3/\text{día} \quad (\text{Ec. 11.1.51.})$$

Como el stock es de cinco días la capacidad de almacenaje en la planta deberá ser de 525.67 m³. Este compuesto llegará a la planta en camiones del tipo cisterna de un volumen aproximado de 25 m³. Por tanto, diariamente habrá una entrada de:

$$N_{camiones} = \frac{105.13 \text{ m}^3/\text{día}}{25 \text{ m}^3} = 4.2 \text{ camiones} \sim 4 \text{ camiones} \quad (\text{Ec. 11.1.52.})$$

En cuanto al número de tanques, hay que tener en cuenta que cuantos más tanques hay en el almacén mayor dispositivos de control se necesitarán y la inversión en equipos también será mayor. Por tanto, se ha decidido que el número de tanques sea de tres:

$$V_{tanque} = \frac{525.67 \text{ m}^3}{3} \cdot \frac{100}{80} = 220 \text{ m}^3 \quad (\text{Ec. 11.1.53.})$$

- **Condiciones almacenamiento según normativa**

Según la ITC-MIE-APQ-6 de “Almacenamiento de líquidos corrosivos” el óleum se clasifica en “Corrosivos clase (a)”, que se refiere a los muy corrosivos.

Se ha elegido usar recipientes atmosféricos.

- **Dimensiones**

Los tanques serán recipientes cilíndricos en posición vertical con fondo toriesférico en el extremo superior y una base plana en el inferior. El cálculo de las dimensiones del tanque se hará siguiendo las siguientes expresiones:

$$V_{tanque} = V_{cilindro} + V_{fondo} \quad (\text{Ec. 11.1.5.})$$

$$V_{cilindro} = \pi \cdot \frac{D^2}{4} \cdot H_{cilindro} \quad (\text{Ec. 11.1.6.})$$

$$V_{fondo} = 0.08089 \cdot D^3 \quad (\text{Ec. 11.1.7.})$$

Para la relación entre la altura y el diámetro del tanque se ha tomado un valor típico:

$$H_{cilindro} = 1.2 D \quad (\text{Ec. 11.1.8.})$$

Y la altura total del tanque será la suma de la altura del cilindro y la de el fondo superior:

$$H_{equipo} = H_{cilindro} + 0.169 \cdot D \quad (\text{Ec. 11.1.9.})$$

Una vez obtenidas todas las expresiones para el cálculo de dimensiones se expondrán los cálculos en la siguiente tabla:

Tabla 11.1.14. Resumen dimensiones tanques almacenamiento del Óleum.

Parámetro	Valor
V_{tanque} , (m ³)	220
D, (m)	5.99
H _{cilindro} , (m)	7.19
H _{líquido} , (m)	6.24
H _{equipo} , (m)	8.20

■ Diseño mecánico

Para realizar el diseño mecánico de los tanques se calcularán los espesores de los mismos. Para ello se tendrán en cuenta las ecuaciones presentadas en las notas introductorias:

$$t_{cilindro} = \frac{P R}{S E - 0.6 P} + C_1 \quad (\text{Ec. 11.0.5})$$

$$t_{cabezal} = \frac{P L M}{2 S E - 0.2 P} + C_1 + C_2 \quad (\text{Ec. 11.0.6})$$

La presión y temperatura de operación serán 1 atm y 25°C respectivamente. La presión manométrica interna de un tanque atmosférico es de 0.15 bar. El material utilizado será AISI 316 porque presenta una buena resistencia contra la corrosión. En la siguiente tabla se resumirán los diferentes parámetros:

Tabla 11.1.15. Resumen espesores tanques almacenamiento del Óleum.

Parámetro	Valor
P _{diseño} , (Pa)	15198.75
T _{diseño} , (°C)	45
S, (Pa)	175000000
E, (m)	0.85
R, (m)	2.99
t _{cilindro} , (m)	0.00031
t _{total cilindro} (mm)	2.31
D _e , (m)	5.993
R, (m)	0.60
L (m)	5.99
M	1.54
t _{cabezal} , (mm)	0.00047

Tabla 11.1.15. (Continuación)

Parámetro	Valor
$t_{total\ cabezal}$ (mm)	2.20
t_{lamina} (mm)	8.8

Las paredes del recipiente y sus tuberías se protegerán contra la corrosión exterior. Podrá utilizarse alguno de los métodos siguientes:

- Uso de pinturas o recubrimientos.
- Protección catódica.
- Empleo de materiales resistentes a la corrosión.

■ Peso del equipo

Se calcularán el peso del equipo vacío y el peso del sistema en operación. Para ello se tendrán en cuenta las expresiones de las notas introductorias:

$$M_{cilindro} = \pi H_{cil.} \left(\left(\frac{D_e}{2} \right)^2 - \left(\frac{D_i}{2} \right)^2 \right) \rho_{material} \quad (\text{Ec. 11.0.7})$$

$$M_{cabezal} = \left((0.08089 D_e^3) - (0.08089 D_i^3) \right) \rho_{material} \quad (\text{Ec. 11.0.8})$$

$$M_{op.} = M_{equip.} + (V_{liq.} \rho_{liq.}) \quad (\text{Ec. 11.0.9})$$

La capacidad del líquido son 175 m^3 , es decir, el 80% del volumen del tanque. La densidad, por otro lado, será 1890 kg/m^3 . En la siguiente tabla se resumen los datos obtenidos:

Tabla 11.1.16. Resumen datos peso de los equipos almacenamiento del Óleum.

Parámetro	Valor
D_e , (m)	5.993
D_i , (m)	5.991
ρ_{acero} , (kg/m^3)	7930
$\rho_{líquido}$, (kg/m^3)	1890
$V_{líquido}$, (m^3)	175
$M_{cilindro}$, (kg)	1237.25
$M_{cabezal}$, (kg)	159.31
M_{lamina} (kg)	1968.37
$M_{operación}$, (kg)	334114.93

- Venteo

Todo recipiente deberá disponer de sistemas de venteo o alivio de presión para prevenir la formación de vacío o presión interna, de tal modo que se evite la deformación del techo o de las paredes como consecuencia de las variaciones de presión producidas por efecto de los llenados, vaciados o cambios de temperatura.

Los venteos normales de un tanque atmosférico tendrán un tamaño igual al mayor de las tuberías de llenado o vaciado y, en ningún caso, inferior a 35 milímetros de diámetro interior.

Cuando un producto, por efecto de la acción de la humedad del aire, aumente su acción corrosiva, se tendrá en cuenta este efecto para disponer de un sistema que lo evite o corrija, salvo que se haya previsto tal posibilidad en el diseño.

Igualmente deberá evitarse en lo posible la emisión a la atmósfera de vapores perjudiciales de líquidos corrosivos y, en todo caso, controlar sus efectos

En este caso:

$$A = \pi \cdot D \cdot H_{cilindro} = 135.37 \text{ m}^2 \quad (\text{Ec. 11.1.54.})$$

El calor recibido en caso de fuego externo, Q , será el siguiente, donde el Factor $F = 1$:

$$Q = 139.7 \cdot F \cdot A^{0.82} \cdot 10^3 = 139.7 \cdot 1 \cdot 135.37^{0.82} \cdot 10^3 = 7817084.34 \text{ kJ/h} \quad (\text{Ec. 11.1.55.})$$

Una vez obtenido el calor recibido se puede proceder al cálculo del venteo total para líquidos estables en el caso de almacenamientos a presión atmosférica, donde L es el calor latente de vaporización en KJ/kg (extraído de las tablas de la bibliografía) y M es el peso molecular:

$$Q_{venteo} = \frac{4.414 \cdot Q}{L \cdot \sqrt{M}} = \frac{4.414 \cdot 7817084.34}{533.90 \cdot \sqrt{98.1}} = 658.79 \text{ m}^3/\text{h} \quad (\text{Ec. 11.1.56.})$$

- Cubetos de retención

La distancia mínima horizontal entre la pared mojada del recipiente y el borde interior de la coronación del cubeto, será igual o superior a 1 m. En este caso se ha tomado una distancia de 1.5m.

La capacidad útil del cubeto será, como mínimo, igual a la capacidad del recipiente mayor. El fondo del cubeto tendrá una pendiente mínima del 1 por 100, de forma que todo el producto derramado escurra rápidamente hacia el punto de recogida y posterior tratamiento de efluentes:

$$V_{cubeto} = 175 \text{ m}^3 \quad (\text{Ec. 11.1.57.})$$

La distancia entre los recipientes será:

$$D_{dist.recip.} = 0.5 \cdot D = 0.5 \cdot 5.993 = 3 \text{ m} \quad (\text{Ec. 11.1.58.})$$

En total la longitud y anchura del recipiente serán:

$$L_{cubeto} = 2 \cdot 3 + 2 \cdot 1.5 + 3 \cdot 5.993 = 26.98 \text{ m} \sim 27 \text{ m} \quad (\text{Ec. 11.1.59.})$$

$$W_{cubeto} = 2 \cdot 1.5 + 5.993 = 8.993 \text{ m} \sim 9 \text{ m} \quad (\text{Ec. 11.1.60.})$$

Por tanto, el área total del cubeto será:

$$A_{cubeto} = 9 \text{ m} \cdot 27 \text{ m} = 243 \text{ m}^2 \quad (\text{Ec. 11.1.61.})$$

Para conocer el área útil, en cambio, hay que tener en cuenta el área de los tanques:

$$A_{cubeto, \text{útil}} = 243 \text{ m}^2 - \left(3 \cdot \pi \frac{5.993^2}{4} \right) \text{ m}^2 = 158.37 \text{ m}^2 \quad (\text{Ec. 11.1.62.})$$

De esta forma, la altura del cubeto será, teniendo en cuenta el un sobredimensionamiento de 15%:

$$H_{cubeto} = \frac{175 \text{ m}^3}{158.37 \text{ m}^2} \cdot \frac{115}{100} = 1.26 \text{ m} \sim 1.30 \text{ m} \quad (\text{Ec. 11.1.63.})$$

11.1.7. Almacenamiento del Ácido Nítrico

- Capacidad de almacenamiento

La necesidad de ácido nítrico de la planta nos la indica la corriente 204, que es de 3780.77 kg/h, y si se hace el cálculo para un día:

$$\dot{M}_{ac.nitrico} = 6301.28 \text{ kg/h} \cdot 24 \text{ h} = 90738.48 \text{ kg/día} \quad (\text{Ec. 11.1.64.})$$

$$\dot{V}_{ac.nitrico} = 90738.48 \text{ kg/día} \div 1300 \text{ kg/m}^3 = 60.49 \text{ m}^3/\text{día} \quad (\text{Ec. 11.1.65.})$$

Como el stock es de cinco días la capacidad de almacenaje en la planta deberá ser de 302.46 m^3 . Este compuesto llegará a la planta en camiones del tipo cisterna de un volumen aproximado de 25 m^3 . Por tanto, diariamente habrá una entrada de:

$$N_{camiones} = \frac{60.49 \text{ m}^3/\text{día}}{25 \text{ m}^3} = 2.41 \text{ camiones} \sim 3 \text{ camiones} \quad (\text{Ec. 11.1.66.})$$

En cuanto al número de tanques, hay que tener en cuenta que cuantos más tanques hay en el almacén mayor dispositivos de control se necesitarán y la inversión en equipos también será mayor. Por tanto, se ha decidido que el número de tanques sea dos:

$$V_{tanque} = \frac{302.46 \text{ m}^3}{2} \cdot \frac{100}{80} = 189.04 \text{ m}^3 \sim 190 \text{ m}^3 \quad (\text{Ec. 11.1.67.})$$

- **Condiciones almacenamiento según normativa**

Según la ITC-MIE-APQ-6 de “Almacenamiento de líquidos corrosivos” el ácido nítrico se clasifica en “Corrosivos clase (a)”, que se refiere a los muy corrosivos.

Se ha elegido usar recipientes atmosféricos.

- **Dimensiones**

Los tanques serán recipientes cilíndricos en posición vertical con fondo tóriesférico en el extremo superior y una base plana en el inferior. El cálculo de las dimensiones del tanque se hará siguiendo las siguientes expresiones:

$$V_{tanque} = V_{cilindro} + V_{fondo} \quad (\text{Ec. 11.1.5.})$$

$$V_{cilindro} = \pi \cdot \frac{D^2}{4} \cdot H_{cilindro} \quad (\text{Ec. 11.1.6.})$$

$$V_{fondo} = 0.08089 \cdot D^3 \quad (\text{Ec. 11.1.7.})$$

Para la relación entre la altura y el diámetro del tanque se ha tomado un valor típico:

$$H_{cilindro} = 1.2 D \quad (\text{Ec. 11.1.8.})$$

Y la altura total del tanque será la suma de la altura del cilindro y la del fondo superior:

$$H_{equipo} = H_{cilindro} + 0.169 \cdot D \quad (\text{Ec. 11.1.9.})$$

Una vez obtenidas todas las expresiones para el cálculo de dimensiones se expondrán los cálculos en la siguiente tabla:

Tabla 11.1.17. Resumen dimensiones tanques almacenamiento del Ácido nítrico.

Parámetro	Valor
V_{tanque} , (m ³)	190
D , (m)	5.70
$H_{cilindro}$, (m)	6.85
$H_{líquido}$, (m)	5.95
H_{equipo} , (m)	7.81

▪ Diseño mecánico

Para realizar el diseño mecánico de los tanques se calcularán los espesores de los mismos. Para ello se tendrán en cuenta las ecuaciones presentadas en las notas introductorias:

$$t_{cilindro} = \frac{P R}{S E - 0.6 P} + C_1 \quad (\text{Ec. 11.0.5})$$

$$t_{cabeza} = \frac{P L M}{2 S E - 0.2 P} + C_1 + C_2 \quad (\text{Ec. 11.0.6})$$

La presión y temperatura de operación serán 1 atm y 25°C respectivamente. La presión manométrica interna de un tanque atmosférico es de 0.15 bar. El material utilizado será AISI 316 porque presenta una buena resistencia contra la corrosión. En la siguiente tabla se resumirán los diferentes parámetros:

Tabla 11.1.18. Resumen espesores tanques almacenamiento del Ácido Nítrico.

Parámetro	Valor
$P_{diseño}$, (Pa)	15198.75
$T_{diseño}$, (°C)	45
S , (Pa)	175000000
E , (m)	0.85
R , (m)	2.85
$t_{cilindro}$, (m)	0.00029
$t_{total\ cilindro}$ (mm)	2.29
D_e , (m)	5.707
R , (m)	0.57
L (m)	5.71
M	1.54
$t_{cabezal}$, (mm)	0.00045
$t_{total\ cabezal}$ (mm)	2.20
t_{lamina} (mm)	8.8

Las paredes del recipiente y sus tuberías se protegerán contra la corrosión exterior. Podrá utilizarse alguno de los métodos siguientes:

- a. Uso de pinturas o recubrimientos.
 - b. Protección catódica.
 - c. Empleo de materiales resistentes a la corrosión.
- Peso del equipo

Se calcularán el peso del equipo vacío y el peso del sistema en operación. Para ello se tendrán en cuenta las expresiones de las notas introductorias:

$$M_{cilindro} = \pi H_{cil.} \left(\left(\frac{D_e}{2} \right)^2 - \left(\frac{D_i}{2} \right)^2 \right) \rho_{material} \quad (\text{Ec. 11.0.7})$$

$$M_{cabezal} = \left((0.08089 D_e^3) - (0.08089 D_i^3) \right) \rho_{material} \quad (\text{Ec. 11.0.8})$$

$$M_{op.} = M_{equip.} + (V_{liq.} \rho_{liq}) \quad (\text{Ec. 11.0.9})$$

La capacidad del líquido son 151 m^3 . La densidad, por otro lado, será 1300 kg/m^3 . En la siguiente tabla se resumen los datos obtenidos:

Tabla 11.1.19. Resumen datos peso de los equipos almacenamiento del Ácido nítrico.

Parámetro	Valor
$D_e, (\text{m})$	5.707
$D_i, (\text{m})$	5.705
$\rho_{\text{acerro}}, (\text{kg/m}^3)$	7930
$\rho_{\text{líquido}}, (\text{kg/m}^3)$	1300
$V_{\text{líquido}}, (\text{m}^3)$	151
$M_{\text{cilindro}}, (\text{kg})$	1114.95
$M_{\text{cabezal}}, (\text{kg})$	143.57
M_{lamina} (kg)	1785.15
$M_{\text{operación}}, (\text{kg})$	229543.67

■ Venteo

Todo recipiente deberá disponer de sistemas de venteo o alivio de presión para prevenir la formación de vacío o presión interna, de tal modo que se evite la deformación del techo o de las paredes como consecuencia de las variaciones de presión producidas por efecto de los llenados, vaciados o cambios de temperatura.

Los venteos normales de un tanque atmosférico tendrán un tamaño igual al mayor de las tuberías de llenado o vaciado y, en ningún caso, inferior a 35 milímetros de diámetro interior.

Cuando un producto, por efecto de la acción de la humedad del aire, aumente su acción corrosiva, se tendrá en cuenta este efecto para disponer de un sistema que lo evite o corrija, salvo que se haya previsto tal posibilidad en el diseño.

Igualmente deberá evitarse en lo posible la emisión a la atmósfera de vapores perjudiciales de líquidos corrosivos y, en todo caso, controlar sus efectos

En este caso:

$$A = \pi \cdot D \cdot H_{\text{cilindro}} = 122.81 \text{ m}^2 \quad (\text{Ec. 11.1.68.})$$

El calor recibido en caso de fuego externo, Q , será el siguiente, donde el Factor $F = 1$:

$$Q = 139.7 \cdot F \cdot A^{0.82} \cdot 10^3 = 139.7 \cdot 1 \cdot 122.81^{0.82} \cdot 10^3 = 7217188.79 \text{ kJ/h} \quad (\text{Ec. 11.1.69.})$$

Una vez obtenido el calor recibido se puede proceder al cálculo del venteo total para líquidos estables en el caso de almacenamientos a presión atmosférica, donde L es el calor latente de vaporización en KJ/kg (extraído de las tablas de la bibliografía) y M es el peso molecular:

$$Q_{venteo} = \frac{4.414 \cdot Q}{L \cdot \sqrt{M}} = \frac{4.414 \cdot 7217188.79}{533.90 \cdot \sqrt{63}} = 7517.44 \text{ m}^3/\text{h} \quad (\text{Ec. 11.1.70.})$$

■ Cubetos de retención

El ácido nítrico no se puede almacenar junto con el óleum porque tiene una concentración de 30% de agua, y el óleum reacciona muy violentamente con agua.

La distancia mínima horizontal entre la pared mojada del recipiente y el borde interior de la coronación del cubeto, será igual o superior a 1 m. En este caso se ha tomado una distancia de 1.5m.

La capacidad útil del cubeto será, como mínimo, igual a la capacidad del recipiente mayor.

El fondo del cubeto tendrá una pendiente mínima del 1 por 100, de forma que todo el producto derramado escurra rápidamente hacia el punto de recogida y posterior tratamiento de efluentes

$$V_{cubeto} = 151 \text{ m}^3 \quad (\text{Ec. 11.1.71.})$$

La distancia entre los recipientes será:

$$D_{dist.recip.} = 0.5 \cdot D = 0.5 \cdot 5.7 = 2.85 \text{ m} \quad (\text{Ec. 11.1.72.})$$

En total la longitud y anchura del recipiente serán:

$$L_{cubeto} = 2.85 + 2 \cdot 1.5 + 2 \cdot 5.7 = 17.25 \text{ m} \sim 17 \text{ m} \quad (\text{Ec. 11.1.73.})$$

$$W_{cubeto} = 2 \cdot 1.5 + 5.7 = 8.7 \text{ m} \sim 9 \text{ m} \quad (\text{Ec. 11.1.74.})$$

Por tanto, el área total del cubeto será:

$$A_{cubeto} = 9 \text{ m} \cdot 17 \text{ m} = 153 \text{ m}^2 \quad (\text{Ec. 11.1.75.})$$

Para conocer el área útil, en cambio, hay que tener en cuenta el área de los tanques:

$$A_{cubeto,util} = 153 \text{ m}^2 - \left(2 \cdot \pi \frac{5.7^2}{4} \right) \text{ m}^2 = 101.96 \text{ m}^2 \quad (\text{Ec. 11.1.76.})$$

De esta forma, la altura del cubeto será, teniendo en cuenta el un sobredimensionamiento de 15%:

$$H_{cubeto} = \frac{151 \text{ m}^2}{101.96 \text{ m}^2} \cdot \frac{115}{100} = 1.70 \text{ m} \quad (\text{Ec. 11.1.77.})$$

11.1.8. Almacenamiento del Sulfato Amónico

- Capacidad de almacenamiento

Al final del proceso se recogen los subproductos, en este caso el sulfato amónico. Se recoge en forma sólida a temperatura ambiente. La producción diaria es:

$$\dot{M}_{sulfato \ amónico} = 11658 \text{ kg/h} \cdot 24 \text{ h} = 279792 \text{ kg/día} \quad (\text{Ec. 11.1.78.})$$

El producto será recogido en camiones con capacidad de 25000 kg. El sulfato de amonio se guardará en big-bags de 2000 kg, por tanto:

$$N_{camiones} = \frac{279792 \text{ kg/día}}{25000 \frac{\text{kg}}{\text{bolsa}}} = 11.19 \text{ camiones/día} \sim 11 \text{ camiones/día} \quad (\text{Ec. 11.1.79.})$$

$$N_{bolsas} = \frac{279792 \text{ kg/día}}{2000 \frac{\text{kg}}{\text{bolsa}}} = 139.90 \text{ bolsas/día} \sim 140 \text{ bolsas/día} \quad (\text{Ec. 11.1.80.})$$

En este caso se ha decidido tener un stock del sulfato de amonio de 3 días, ya que no es el producto principal que se quiere vender y las cantidades a almacenar son muy grandes y ocuparía mucho espacio, la capacidad sería de 839376kg. Un tercio de la capacidad de almacenamiento se hará en big-bags ya que es la forma en la que se distribuye, y el resto en silos.

Conociendo la densidad del sulfato de amonio se calcula su volumen para conocer la cantidad de silos necesarios:

$$\dot{V}_{sulfato \ amónico} = \frac{559584 \text{ kg}}{1769 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3}} = 316 \text{ m}^3 \quad (\text{Ec. 11.1.81.})$$

Se ha escogido un volumen de silo de 200 m³:

$$\dot{N}_{silos} = \frac{316 \text{ m}^3}{200 \text{ m}^3 \cdot \frac{80}{100}} = 1.97 \text{ silos} \sim 2 \text{ silos} \quad (\text{Ec. 11.1.82.})$$

▪ Dimensiones

Las expresiones para el volumen del silo son las siguientes, tomando en cuenta un valor típico para la relación entre altura y diámetro:

$$H_{cilindro} = 1.5 D$$

$$H_{cono} = \frac{D_{tanque}}{2 \cdot \tan \alpha} \xrightarrow{\alpha=45^\circ} \frac{D_{silo}}{2} \quad (\text{Ec. 11.1.83.})$$

El volumen del tanque será la suma del volumen cilíndrico y los cónicos. El cabezal superior será de fondo plano.

$$V_{equipo} = V_{cilindro} + V_{cono} \quad (\text{Ec. 11.1.84.})$$

$$V_{cilindro} = \pi \frac{D^2}{4} H_{cilindro} \quad (\text{Ec. 11.1.85.})$$

$$V_{cono} = \pi \frac{D^2}{12} H_{cono} \quad (\text{Ec. 11.1.86.})$$

Una vez obtenidas todas las expresiones para el cálculo de dimensiones se expondrán los cálculos en la siguiente tabla:

Tabla 11.1.20. Resumen dimensiones silo almacenamiento Sulfato amónico.

Parámetro	Valor
V _{tanque} , (m ³)	200
D _{silo} , (m)	5.35
H _{cilindro} , (m)	8.02
H _{cono} , (m)	2.67
V _{cilindro} , (m)	180.29
V _{cono} , (m)	20.01
H _{equipo} , (m)	10.69

- Diseño mecánico

Para realizar el diseño mecánico de los tanques se calcularán los espesores de los mismos. Para ello se tendrán en cuenta las ecuaciones presentadas en las notas introductorias:

$$t_{cilindro} = \frac{P R}{S E - 0.6 P} + C_1 \quad (\text{Ec. 11.0.5})$$

$$t_{cabeza} = \frac{P L M}{2 S E - 0.2 P} + C_1 + C_2 \quad (\text{Ec. 11.0.6})$$

La altura del sólido en la parte cilíndrica será:

$$H_{cilindro} = \frac{(200 \text{ m}^2 \cdot 0.8)}{\pi \frac{D^2}{4}} = 7.12 \text{ m} \quad (\text{Ec. 11.1.87.})$$

La temperatura de operación es de 25 °C y la presión es de 1 atm. Las condiciones de diseño se calcularán de la siguiente manera:

$$\Delta P = \rho \cdot g \cdot h = 1769 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3} \cdot 9.8 \cdot 7.12 = 123433.74 \text{ Pa} \quad (\text{Ec. 11.0.2.})$$

$$P_{diseño} = (101325 \text{ Pa} + 123433.74 \text{ Pa}) \cdot 1.15 = 258472.56 \text{ Pa} \quad (\text{Ec. 11.0.1})$$

$$T_{diseño} = 25 \text{ °C} + 20 \text{ °C} = 45 \text{ °C}$$

El material utilizado será acero inoxidable AISI 316:

Tabla 11.1.21. Resumen espesores silo almacenamiento Sulfato amónico.

Parámetro	Valor
$P_{diseño}$, (Pa)	258472.56
$T_{diseño}$, (°C)	45
S , (Pa)	175000000
E , (m)	0.85
R , (m)	2.67
$t_{cilindro}$, (m)	0.00046
$t_{total cilindro}$ (mm)	6.64

Tabla 11.1.21. (Continuación)

Parámetro	Valor
D_e , (m)	5.36
r , (m)	0.53
L (m)	5.36
M	1.54
$t_{cabezal}$, (mm)	0.00072
$t_{total\ cabezal}$ (mm)	10.09

▪ Peso del equipo

La expresión para el cálculo del peso del cilindro es la mostrada en las notas introductorias:

$$M_{cilindro} = \pi H_{cil.} \left(\left(\frac{D_e}{2} \right)^2 - \left(\frac{D_i}{2} \right)^2 \right) \rho_{material}$$

El peso para el fondo cónico será:

$$M_{cono} = \pi \frac{D^2}{4} \sqrt{\left(\frac{D^2}{4} + H_{cono}^2 \right)^2} \cdot 6.64 \text{ mm} \cdot \rho_{material} \quad (\text{Ec. 11.1.88.})$$

El peso para el cabezal plano será:

$$M_{cabezal.plano} = \pi \frac{D^2}{4} \cdot 10.09 \text{ mm} \cdot \rho_{material} \quad (\text{Ec. 11.1.89.})$$

Por otro lado, el peso del sólido en cada tanque es de:

$$M_{sólido} = 160 \text{ m}^3 \cdot 1769 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3} \quad (\text{Ec. 11.1.90.})$$

En la siguiente tabla se muestra el resumen de los datos obtenidos:

Tabla 11.1.22. Resumen pesos silo almacenamiento Sulfato amónico.

Parámetro	Valor
D_e , (m)	5.36
D_i , (m)	5.35
ρ_{acero} , (kg/m ³)	7930
$M_{sólido}$, (kg)	283040
$M_{cilindro}$, (kg)	9493.21
$M_{cabezal}$, (kg)	1619.55
M_{cono} (kg)	1798.71
$M_{operación}$, (kg)	295951.47

11.1.9. Almacenamiento de la Caprolactama

- Capacidad de almacenamiento

La Caprolactama es el producto de intereses para la venta. La producción diaria es de:

$$\dot{M}_{caprolactama} = 6480.26 \text{ kg/h} \cdot 24 \text{ h} = 155526.24 \text{ kg/día} \quad (\text{Ec. 11.1.91.})$$

Como el stock es de 5 días en el almacén habrá un total de 777631.2 kg de caprolactama.

Según las especificaciones del proyecto la caprolactama se guardará en big-bags de 800 kg. Por tanto el número de big-bags diario será:

$$\dot{M}_{caprolactama} = \frac{155526.24 \text{ kg}}{800 \frac{\text{kg}}{\text{bolsa}}} = 194.41 \text{ bolsas/día} \sim 195 \text{ bolsas/día} \quad (\text{Ec. 11.1.92.})$$

El producto será recogido en camiones con capacidad de 25000 kg, y por tanto en cada camión podrán cargarse hasta 31 bolsas de 800kg de caprolactama.

Conociendo la densidad de la caprolactama se calcula su volumen para conocer la cantidad de silos necesarios:

$$\dot{V}_{caprolactama} = \frac{777631.2 \text{ kg}}{1230 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3}} = 632.22 \text{ m}^3 \quad (\text{Ec. 11.1.93.})$$

Se ha escogido un volumen de silo de 200 m³:

$$\dot{N}_{silos} = \frac{769.93 \text{ m}^3}{200 \text{ m}^3 \cdot \frac{80}{100}} = 3.95 \text{ silos} \sim 3 \text{ silos} \quad (\text{Ec. 11.1.94.})$$

Parte de la caprolactama se almacenará en bolsas de 800kg y por tanto con 3 silos será suficiente.

Como se puede observar el dimensionamiento de los tanques de caprolactama serán iguales que los de sulfato amónico. Aunque la cantidad másica almacenada del sulfato amónico sea menor debido a su densidad es un volumen parecido al de la caprolactama, y por tanto, ambos compuestos se almacenarán en los mismos tanques de 200 m³.

- Dimensiones

A continuación se expondrán solo las dimensiones del tanque, que son iguales a los del apartado anterior:

Tabla 11.1.23. Resumen dimensiones silo almacenamiento de la Caprolactama.

Parámetro	Valor
V _{tanque} , (m ³)	200
D _{silo} , (m)	5.35
H _{cilindro} , (m)	8.02
H _{cono} , (m)	2.67
V _{cilindro} , (m)	180.29
V _{cono} , (m)	20.01
H _{equipo} , (m)	10.69

- Diseño mecánico

En el cálculo del espesor hay que tener en cuenta que el tanque contiene caprolactama, y por tanto, la presión que ejerce el sólido será diferente por la diferencia de densidades:

Para realizar el diseño mecánico de los tanques se calcularán los espesores de los mismos. Para ello se tendrán en cuenta las ecuaciones presentadas en las notas introductorias:

$$t_{cilindro} = \frac{P R}{S E - 0.6 P} + C_1 \quad (\text{Ec. 11.0.5})$$

$$t_{cabeza} = \frac{P L M}{2 S E - 0.2 P} + C_1 + C_2 \quad (\text{Ec. 11.0.6})$$

La altura del sólido en la parte cilíndrica será:

$$H_{cilindro} = \frac{(200 \text{ m}^2 \cdot 0.8)}{\pi \frac{D^2}{4}} = 7.12 \text{ m}$$

La temperatura de operación es de 25 °C y la presión es de 1 atm. Las condiciones de diseño se calcularán de la siguiente manera:

$$\Delta P = \rho \cdot g \cdot h = 1010 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3} \cdot 9.8 \cdot 7.12 = 70545.67 \text{ Pa} \quad (\text{Ec.11.0.2.})$$

$$P_{diseño} = (101325 \text{ Pa} + 123433.74 \text{ Pa}) \cdot 1.15 = 258472.56 \text{ Pa} \quad (\text{Ec. 11.0.1})$$

El espesor que nos daría el cálculo teniendo en cuenta esta presión de diseño sería de 0.00035, que es algo menor que en el caso del sulfato amónico. Como se hará el pedido de un tipo de tanque se tomarán las medidas de los espesores de los tanques específicos para el almacenaje de sulfato amónico ya que es más restrictivo.

Tabla 11.1.24. Resumen espesores silo almacenamiento de la Caprolactama.

Parámetro	Valor
P _{diseño} , (Pa)	197651.27
T _{diseño} , (°C)	45
S, (Pa)	175000000
E, (m)	0.85
R, (m)	2.67
t _{cilindro} , (m)	0.00046
t _{total cilindro} (mm)	6.64
D _e , (m)	5.36
r, (m)	0.53
L (m)	5.36
M	1.54
t _{cabezal} , (mm)	0.00072
t _{total cabezal} (mm)	10.09

- Peso del equipo

Debido a la diferencia de densidades cambiará el peso del equipo en operación:

Tabla 11.1.25. Resumen pesos silo almacenamiento de la Caprolactama.

Parámetro	Valor
D_e , (m)	5.36
D_i , (m)	5.35
ρ_{acero} , (kg/m ³)	7930
$M_{sólido}$, (kg)	283040
$M_{cilindro}$, (kg)	9493.21
$M_{cabezal}$, (kg)	1619.55
M_{lamina} (kg)	1798.71
$M_{operación}$, (kg)	174511.47

- Dimensiones almacén productos

El almacén de productos tendrá las dimensiones suficientes para albergar la caprolactama y el sulfato de amonio en sus silos y tendrá una serie de estanterías para colocar las big-bags.

Los silos se colocarán en hileras, una para la caprolactama y otra para el sulfúrico. La distancia entre los recipientes será de 3m. Entre una hilera y otra habrá espacio suficiente para el llenado de las bolsas y el paso de las carretillas montacargas, en este caso se ha estipulado que sea de 10 m. La distancia a las paredes será de 2m.

Por tanto, las dimensiones de la nave que alberga los silos serán:

$$W_{anchura} = 33.18 \quad (\text{Ec. 11.1.95.})$$

$$W_{longitud} = 68.76 \quad (\text{Ec. 11.1.96.})$$

Por otro lado, se tendrá en cuenta que una parte de la nave estará destinada a contener las estanterías con los big-bags.

11.2. Unidades de mezclado

Las unidades de mezclado constituyen una parte muy importante dentro de cualquier proceso de producción ya que tienen muchas ventajas:

- Producen una composición homogénea, importante para procesos en los que participan reacciones químicas.
- Es un sistema adecuado para calentar corrientes antes de entrar al proceso y para que ésta sea homogénea.
- Pueden ayudar a evitar colapsos en el proceso y mantener una producción constante.

En este caso la planta de producción de caprolactama contará con varias unidades de mezclado, una en la zona de oximación, tres en la reordenación de Beckmann y un último en la zona del neutralizador.

11.2.1. Mezclador TM-201

Es necesario que la zona de oximación esté dotada de un tanque de mezcla ya que en la mayoría de bibliografía estudiada lo mejor es que la ciclohexanona entre en la reacción extractiva ya disuelta en el tolueno.

Por ello, se colocará un tanque agitado para disolver y homogeneizar la corriente de entrada 228. La presión de operación será la misma que la zona de oximación, presión atmosférica.

La corriente 230 entra a una temperatura de alrededor de 70°C y la corriente 229 a temperatura ambiente, que se ha supuesto de unos 25 °C. La corriente de salida 228 saldrá del tanque y pasará por un intercambiador de calor para que a la entrada de la oximación tenga una temperatura de 70°C.

Las corrientes de entrada al mezclador se muestran en la siguiente figura:

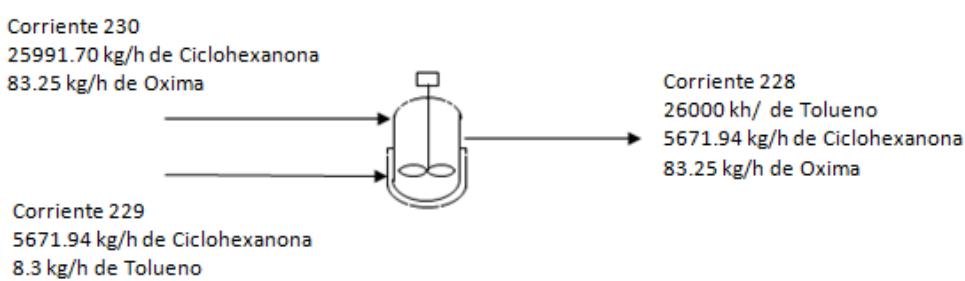


Figura 11.2.1. Balance de materia tanque de mezcla TM-202.

Como se puede observar llega al tanque por la corriente 230 un flujo másico de tolueno de 25991.70 kg/h que se va recirculando constantemente en el circuito de oximación. Como en la extracción hay pérdidas es necesario que en la corriente 229 entre 8.3 kg/h de tolueno para compensar.

Se ha decidido que el tiempo de residencia del tanque sea de 10 minutos, para así asegurar que a la salida del tanque tanto la composición como la temperatura de la corriente 228 sean homogéneas.

- Dimensiones del tanque de mezcla

En primer lugar es necesario calcular el volumen del tanque. Para ello se muestran a continuación los valores del flujo volumétrico:

Tabla 11.2.1. Resumen de flujos y densidad del sistema.

	Flujo másico (kg/h)	% (kg/kg _{total})	Densidad (kg/m ³)	Flujo vol. (m ³ /h)
Tolueno	26000	0.82	821.43	31.65
Ciclohexanona	5682.56	0.18	947.80	6.07
Oxima	83.25	0.00	1021.68	0.08
Total	31838.44	1	844.80	37.81

El volumen del tanque será el siguiente:

$$10 \text{ min} = \frac{V \text{ m}^3}{37.81 \text{ m}^3/\text{h}} \Rightarrow V = 6.30 \text{ m}^3 \quad (\text{Ec. 11.2.1.})$$

El tanque estará compuesto por un cuerpo cilíndrico, dos fondos tóriesféricos y un agitador. Se ha tomado un valor típico para la relación entre el diámetro y la altura del cilindro:

$$H = 1.2 D_{cilindro} \quad (\text{Ec. 11.2.2.})$$

La expresión del volumen será la siguiente:

$$V_{total} = V_{cil.} + 2 V_{fondo} \quad (\text{Ec. 11.2.3.})$$

$$6.30 \text{ m}^3 \cdot 120\% = \pi \frac{D^2}{4} H_{cil.} + 2(0.08089 D^3) \quad (\text{Ec. 11.2.4.})$$

Teniendo en cuenta la ecuación 3.3.1 se despeja la incógnita de la altura del tanque, y por tanto, obtenemos el diámetro, cuyo valor se expondrá en la tabla 11.2.2.

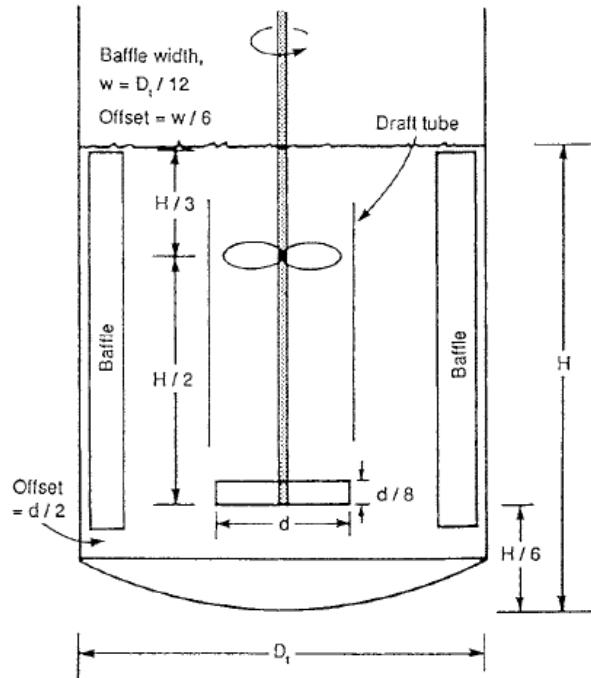


Figura 11.2.2. Proporciones de dimensionamiento de un tanque agitado.

Por otro lado, se ha decidido que el llenado del tanque sea de un valor de seguridad estándar, en este caso del 80 %.

Así, la altura que ocupará el líquido en el tanque será el resultado de despejar la ecuación 11.2.4. y la suma de la altura de la base tóriesférica:

$$6.30 \text{ m}^3 = \pi \frac{D^2}{4} H_{liq'} + 0.08089 D^3 \quad (\text{Ec. 11.2.5.})$$

$$H_{liq} = H_{liq'} + 0.169D \quad (\text{Ec. 11.2.6.})$$

Una vez que se conoce la altura del líquido se puede conocer el resto de distancias referentes al agitador. Las diferentes bibliografías consultadas dan una proporción de los diámetros del tanque y el agitador de alrededor de 3:1, y por tanto es la que se utilizará.

En la siguiente tabla se han resumido las dimensiones del tanque:

Tabla. 11.2.2. Dimensiones del tanque.

Parámetro	Valor
D _i , diámetro interior (m)	1.89
H _{cil} , altura (m)	2.27
H _{liq.} , altura líquido (m)	2.37
H, altura equipo (m)	2.91
W, anchura bafle (m)	0.16
O ₁ , offset superior (m)	0.03
O ₂ offset inferior (m)	0.31
h, altura agitador (m)	0.40
d, diámetro agitador (m)	0.63
w, anchura del agitador (m)	0.08

- Diseño mecánico del tanque agitado

El diseño mecánico del reactor se basa en el cálculo de los espesores. Para ello hay que tener en cuenta las expresiones extraídas del código ASME y el de sobreespesor debido a la corrosión.

Para cuerpos cilíndricos la expresión será la siguiente:

$$t = \frac{P R}{S E - 0.6 P} + C_1 + C_2 \quad (\text{Ec. 11.0.5.})$$

Para tapas tóriesféricas:

$$t = \frac{P L M}{2 S E - 0.2 P} + C_1 + C_2 \quad (\text{Ec. 11.0.6.})$$

El material elegido para construir el tanque es el acero inoxidable AISI 304L, ya que proporciona un buen margen contra la corrosividad y es ampliamente usado en la industria. El valor de del esfuerzo de diseño (S) se extrae de la siguiente figura:

Material	Tensile strength (N/mm ²)	Design stress at temperature °C (N/mm ²)									
		0 to 50	100	150	200	250	300	350	400	450	500
Carbon steel (semi-killed or silicon killed)	360	135	125	115	105	95	85	80	70		
Carbon-manganese steel (semi-killed or silicon killed)	460	180	170	150	140	130	115	105	100		
Carbon-molybdenum steel, 0.5 per cent Mo	450	180	170	145	140	130	120	110	110		
Low alloy steel (Ni, Cr, Mo, V)	550	240	240	240	240	240	235	230	220	190	170
Stainless steel 18Cr/8Ni unstabilised (304)	510	165	145	130	115	110	105	100	100	95	90
Stainless steel 18Cr/8Ni Ti stabilised (321)	540	165	150	140	135	130	130	125	120	120	115
Stainless steel 18Cr/8Ni Mo 2½ per cent (316)	520	175	150	135	120	115	110	105	105	100	95

Figura 11.2.3. Valor de S para diferentes materiales y temperaturas.

El valor de eficiencia de las soldaduras (E) se ha determinado que será un valor medio de 0.85 para soldaduras parciales.

La presión de diseño se determina de la siguiente forma, teniendo en cuenta que el tanque trabaja a vacío:

$$P_{\text{diseño}} = P_{\text{operación}} \cdot 1.1 \quad (\text{Ec. 11.0.3.})$$

Una vez especificado los diferentes valores necesarios para el cálculo de espesor se han resumido los datos en la siguiente tabla:

Tabla. 11.2.3 Parámetros espesores

Parámetro	Valor
T _{diseño} , Temperatura de diseño (°C)	80
S (atm)	1554.40
P, presión de diseño (atm)	1.1
R, radio recipiente (mm)	945
t _{cil} , espesor del cilindro (mm)	0.79
t ₁ , espesor del cilindro (con C ₁ y C ₂) (mm)	3.06
L = 10 R, M = 1.54	1890
t _{fondo} , espesor del fondo (mm)	6.05
t ₂ , espesor fondo (con C ₁ y C ₂) (mm)	8.86

- Peso del tanque

Para el cálculo del peso del tanque se tendrá en cuenta que el equipo está compuesto por un cuerpo cilíndrico, dos fondos toriesféricos y un agitador.

Las ecuaciones necesarias para calcular el peso son:

$$M_{cil.} = \pi H_{cil.} \left(\left(\frac{D_o}{2} \right)^2 - \left(\frac{D_i}{2} \right)^2 \right) \rho_{material} \quad (\text{Ec. 11.0.7.})$$

$$M_{fondo} = \left((0.08089 D_o^3) - (0.08089 D_i^3) \right) \rho_{material} \quad (\text{Ec. 11.0.8.})$$

$$M_{op.} = M_{equip.} + (V_{liq.} \rho_{líquido}) \quad (\text{Ec. 11.0.9.})$$

Los valores obtenidos se resumen en la siguiente tabla:

Tabla. 11.2.4. Parámetros peso

Parámetro	Valor
D_o , diámetro externo (m)	1.90
$\rho_{material}$, densidad material (kg/m^3)	7930
$V_{liq.}$, capacidad líquido (m^3)	6.30
$\rho_{líquido}$, densidad líquido (kg/m^3)	844.80
$M_{cil.}$, Peso cuerpo (kg)	535.83
$M_{cil.}$, Peso fondo (kg)	69.10
$M_{op.}$, Peso operación (kg)	5996.27

- Diseño de la agitación

Como ya se ha comentado, la agitación en este equipo es muy importante para asegurar una transferencia de masa y de temperatura.

En este caso se trata de un sistema de viscosidad baja según la clasificación de la bibliografía (Coulson and Richardson's Chemical Engineering) ya los líquidos tienen viscosidades por debajo de 10 Nm.s/m^2 . También se especifica que la velocidad de agitación suele estar entre 10 y 25 Hz, y por ello se ha elegido una velocidad de 15 Hz.

Para conocer la velocidad y potencia de la agitación es necesario calcular el número de Reynolds para tanques agitados con la siguiente expresión:

$$N^{\circ} Reynolds = \frac{N \cdot \rho_L \cdot d^2}{\mu_L} \quad (\text{Ec. 11.2.8.})$$

Se ha elegido que el agitador sea de tipo marinero con tres aspas, ya que son los más frecuentemente usados y adecuados para sistemas de viscosidades bajas, como el que se muestra a continuación:

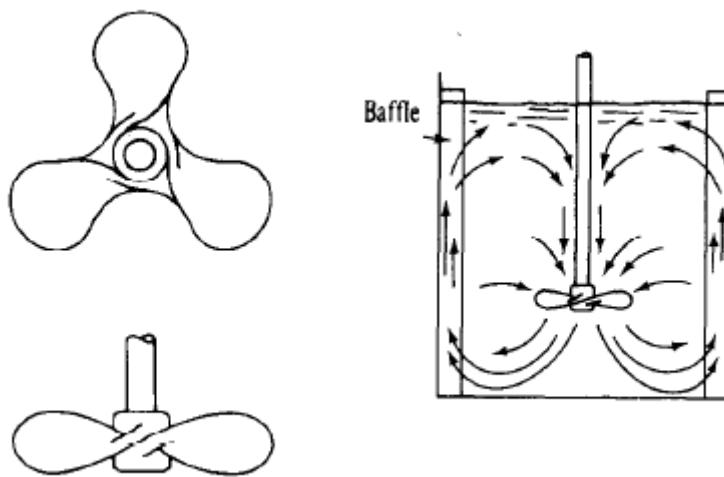


Figura 11.2.4. Esquema de agitador tipo marinero de tres aspas y su agitación.

Una vez obtenido el número de Reynolds se ha utilizado una figura extraída de “Perry’s Chemical Engineers Handbook” para hallar el número de potencia. La curva correspondiente a este agitador es la curva (a), y por tanto, el valor de número de potencia será de 0.35. A continuación se muestra la gráfica utilizada:

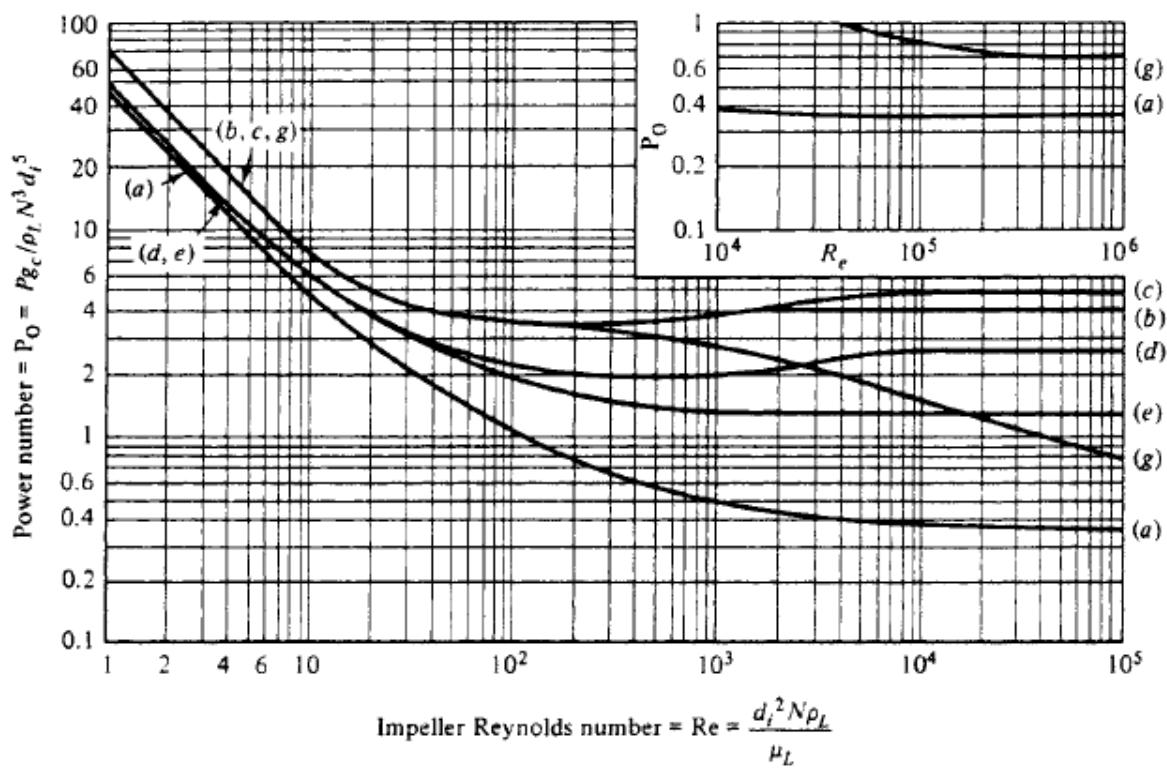


Figura 11.2.5. N° de potencia en base al N° de Reynolds y tipo de agitador.

La expresión para calcular la potencia es la siguiente:

$$P = N_p \cdot \rho_L \cdot N^3 \cdot D^5 \quad (\text{Ec. 11.2.9.})$$

En la siguiente tabla se han resumido los diferentes parámetros que definen la agitación:

Tabla 11.2.5. Parámetros de la agitación

Parámetro	Valor
$\rho_{\text{liq.}}$, Densidad fluido (kg/m^3)	844.80
$\mu_{\text{liq.}}$, Viscosidad fluido (kg/ms)	0.00083
d, Diámetro agitador (m)	0.63
N, Velocidad agitación (Hz)	15
N_{Re} , Número de Reynolds	6059658.80
N_p , Número de potencia	0.35
P, potencia agitación (kW)	99.04

- Balance de energía

Cada corriente de entrada circula a una temperatura diferente y en el tanque de mezcla este calor se redistribuye. Por tanto, es necesario conocer la temperatura de la corriente de salida puesto que después entrará en un intercambiador de calor para que alcance la temperatura de operación de la oximación, 70°C.

Para ello se ha tenido en cuenta que:

$$Q_{\text{entrada}} = Q_{\text{salida}} \quad (\text{Ec. 11.2.10})$$

$$Q = \dot{m} \cdot C_p \cdot T \quad (\text{Ec. 11.2.16}) \quad (\text{Ec. 11.2.11})$$

Conociendo el flujo de calor que entra al tanque y los flujos máicos de entrada y de salida se puede despejar la temperatura de salida. En la siguiente tabla se expresan los datos obtenidos:

Tabla 11.2.6. Calor de las corrientes del mezclador

Corr. 229	kg/h	kcal/h	T (°C)
Tolueno	8.3	78.85	
Ciclohexanona	5682.94	83922.02	25
Corr. 230			
Tolueno	25991.7	691379.22	
Oxima	83.25	2457.58	70
Corr. 228			
Tolueno	26000	579041.78	
Ciclohexano	5682.94	196738.29	
Oxima	83.25	2057.61	58.61

Por tanto, en el intercambiador que habrá antes de la entrada de los reactores de oximación se calentará la corriente 228 de 58.61 °C a 70°C.

- Aislante térmico del tanque

Mediante el programa informático Insulan que proporciona la empresa Calorcol se calcula el espesor del aislamiento teniendo en cuenta que el material que se utiliza para aislar es lana mineral de roca de 80 kg/m³.

La temperatura deseada de aislamiento será de 30°C, la temperatura ambiente 25°C, la velocidad superficial del aire 1 m/s y la temperatura de trabajo del equipo se escoge la de diseño. El

programa también requiere el material de construcción del equipo, se escoge acero inoxidable, tanto para la superficie exterior como para la superficie desnuda.

A continuación se muestran los valores proporcionados por el programa Insulan correspondientes a las características del aislamiento, el aislamiento nos proporciona dos ventajas a la planta, la primera es de carácter operacional ya que reduce el gasto energético y mantiene el equipo en condiciones óptimas, la segunda y no menos importante es evitar posibles daños físicos como quemaduras a trabajadores de planta.

Tabla 11.2.7. Espesor del aislamiento.

Parámetro	Valor
Temperatura de la superficie aislada (°C)	30
Espesor del aislamiento (pulg)	0.5
Eficacia del aislante (%)	81

11.2.2. Mezcladores estáticos (ME-201, ME-202 y ME-203)

Un mezclador estático es un equipo diseñado para conseguir la mezcla de dos fluidos. Normalmente estos equipos se utilizan para mezclar dos líquidos, ya sean miscibles o inmiscibles, pero también pueden ser utilizados para dispersar un gas en un líquido.

La estructura del mezclador consiste en un cuerpo o carcasa cilíndrica y una serie de placas desviadoras en su interior. Sus tamaños en la industria pueden variar desde 6 mm a 6 metros de diámetro. Además, también se pueden encontrar de una gran variedad de materiales, entre los cuales se encuentran el acero inoxidable, el polipropileno, el teflón y el poliacetal.

El funcionamiento básico de los mezcladores estáticos está basado en dos principios, que son la división de flujo y la mezcla radial. La división de flujo depende del número de elementos internos del mezclador, ya que en cada uno de ellos el flujo se divide en dos, de manera que cada vez se aumenta la estratificación y se tienen más canales. Cada elemento interno divide la corriente en dos, la hace girar 180° y la descarga en otro elemento que está colocado formando un ángulo de 90° con el anterior. Este segundo elemento realiza el mismo proceso y así sucesivamente. El número de elemento internos necesarios se determina mediante el Reynolds del fluido de proceso, y aumenta cuando este parámetro disminuye. La mezcla radial se crea debido a la circulación rotacional del equipo, que consigue eliminar gradientes de temperatura, viscosidad y composición. En la *Figura 11.2.6.* se puede visualizar, para hacer más entendible, el efecto de estos dos principios.

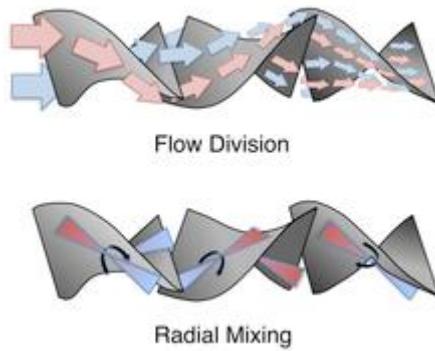


Figura 11.2.6: Principios de mezcla de un mezclador estático

Se ha elegido este tipo de equipo de mezcla debido a que la distancia necesaria para conseguir una homogeneidad completa se ve muy reducida. Estos mezcladores permiten una buena transferencia de masa y trabajan bien con materias muy viscosas. Además, son fáciles de instalar y económicos de mantener y no requieren una gran energía.

Los tres mezcladores estáticos necesarios para la sección de reacción de Beckmann se han comprado a la empresa *Sulzer*. Se ha elegido el tipo SMI debido a que son ideales para la mezcla de dos líquidos en régimen turbulento. Su geometría ha sido diseñada con simulaciones en CFD de manera que los elementos de mezcla consiguen asegurar una mezcla eficiente en toda la sección transversal de la tubería gracias a su giro en sentido contrario y a su creación de vórtices.

Otras de las propiedades del mezclador estático SMI es que presenta una estructura abierta que elimina el riesgo de bloqueo, además de presentar un tamaño reducido y pocas pérdidas de presión. Su diseño se puede observar en la Figura 11.2.7.:



Figura 11.2.7: Mezclador estático SMI

Las especificaciones técnicas de los tres mezcladores estáticos se muestran en la Tabla 11.2.7., donde se puede observar que los diversos equipos presentan diferentes dimensiones, debido a las necesidades del proceso. La relación h/D de 50 que se ha elegido se encuentra entre el rango bibliográfico mostrado para mezclas de dos caudales de fluidos muy diferentes (50-100·D) y se ha elegido el valor mínimo porque no se trata de una mezcla muy viscosa (Coulson and Richardson, 4th edition).

Tabla 11.2.8: Especificaciones técnicas ME-201, ME-202 y ME-203

	ME-201	ME-202	ME-203
Diámetro (mm)	50	35	30
Longitud (m)	$50 \cdot D = 2.5$	$50 \cdot D = 1.75$	$50 \cdot D = 1.5$
Material	AISI 316L	AISI 316L	AISI 316L
Bridas	acc. to DIN 2501, ANSI B 16.5	acc. to DIN 2501, ANSI B 16.5	acc. to DIN 2501, ANSI B 16.5

Para la determinación del diámetro de los mezcladores estáticos se ha fijado una velocidad por estos de 30 m/s, para mantener las mismas condiciones de flujo turbulento que se tienen en los microreactores. Se han utilizado los valores conocidos de caudal volumétrico de cada uno de los mezcladores y las *Ecuaciones 11.2.17 y 11.2.18* y se ha sobredimensionado el valor final de diámetro obtenido.

$$A = \frac{Q_v}{v} \quad (\text{Ec. 11.2.12})$$

$$A = \pi \cdot r^2 \quad (\text{Ec. 11.2.13})$$

En la *Tabla 11.2.8* se muestran los parámetros intermedios del cálculo y el valor final del diámetro para cada uno de los equipos.

Tabla 11.2.9: Parámetros para el cálculo del diámetro de los mezcladores estáticos.

	ME-201	ME-202	ME-203
Q_v (m³/h)	194,94	83,92	61,15
Q_v (m³/s)	0,054	0,023	0,017
v (m/s)	30	30	30
A (m²)	0,0018	0,00078	0,00057
r (m)	0,024	0,016	0,013
D (mm)	47,94	31,45	26,85

Seguidamente, en las *Figuras 11.2.8, 11.2.9 y 11.2.10* se presentan tres esquemas simplificados del balance de materia en los mezcladores estáticos ME-201, ME-202 y ME-203.

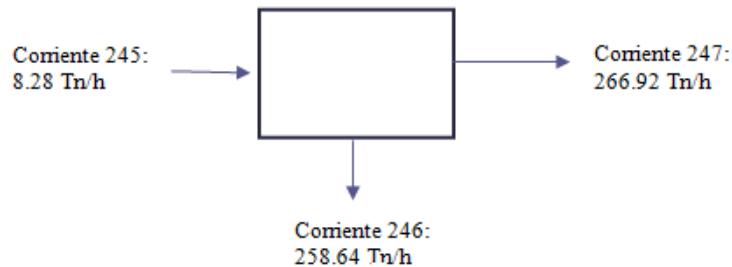


Figura 11.2.8: Esquema simplificado del balance de materia del ME-201

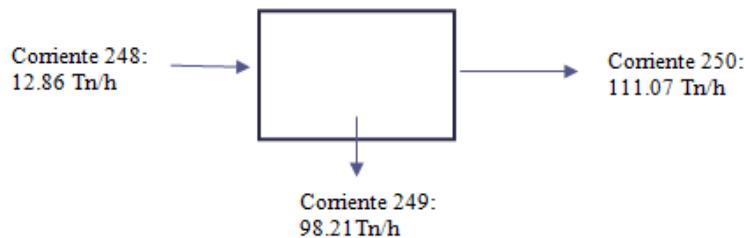


Figura 11.2.9: Esquema simplificado del balance de materia del ME-202

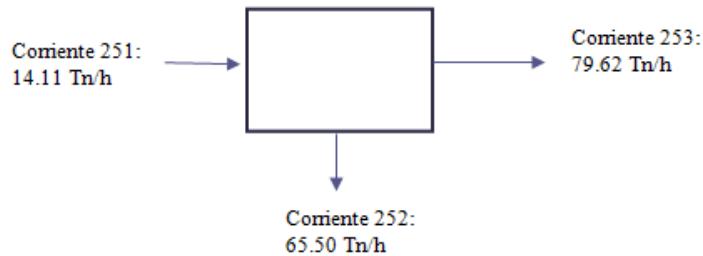


Figura 11.2.10: Esquema simplificado del balance de materia del ME-203

11.2.3. Eyector (EC-201)

Un eyector es una bomba sin partes móviles o elementos rotativos. Su funcionamiento está basado en el uso de un fluido impulsor, es decir, un chorro de un fluido a alta velocidad, para aspirar el fluido que se quiere bombear, de manera que ambos se mezclan y se descargan mezclados. El principio básico de funcionamiento de los eyectores es que convierten la energía potencial del fluido motriz o impulsor en energía cinética, es decir, convierten la presión en velocidad en unas tuberías diseñadas específicamente para ello. Debido al efecto Venturi la presión de descarga es muy baja, produciéndose una succión del fluido aspirado en la cámara de mezcla. Y seguidamente, la mezcla del fluido impulsor y el fluido aspirado es introducida a un difusor, donde se transforma la velocidad en presión, de manera que se obtiene una descarga a una presión intermedia entre la de los dos fluidos.

En la Figura 11.2.11. se muestra un esquema simplificado de la operación de un eyector o exhauster, según se llama cuando el fluido de succión es un gas.

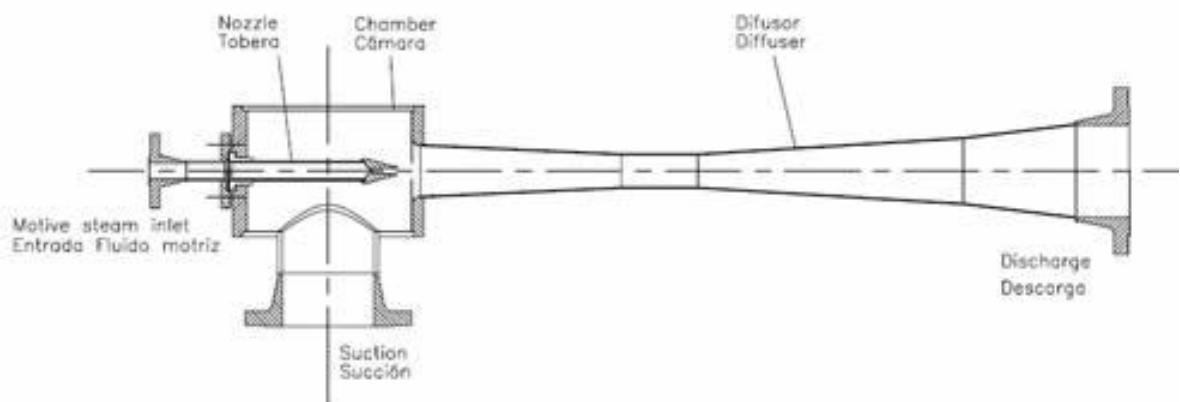


Figura 11.2.11. Esquema simplificado del funcionamiento de un eyector

De entre las ventajas que presentan estos equipos es importante destacar que son equipos estáticos que no utilizan ninguna pieza rotativa, además requieren un mantenimiento mínimo y son fáciles de utilizar. Otra de las ventajas es que pueden fabricarse en cualquier tamaño y de cualquier material, de manera que se pueden utilizar en cualquier zona o con cualquier tipo de reactivo.

No obstante se ha de elegir bien el tipo de eyector utilizado según su presión y temperatura de succión, la presión de descarga requerida, la capacidad requerida y la mínima presión de vapor disponible para el funcionamiento del eyector. Además, también se ha de tener en cuenta la naturaleza de la carga, sobretodo en el momento de decidir el material necesario, ya que se han de tener en cuenta los reactivos que puedan ser corrosivos. En este caso se trata de un eyector

para generar una mezcla entre agua y amoníaco, de manera que se ha de tener en cuenta que el amoníaco es una sustancia corrosiva y muy peligrosa, que al disolverse en agua desprende calor.

Se decide comprar este equipo a la empresa española *Diprax*, que está especializada en automatismos. De entre los diferentes tipos de eyectores de vacío disponible se elige la serie estándar *K-3B* que presenta un tamaño y un coste reducido pero que permite trabajar con un caudal de aire aspirado de hasta 120 NL/min, valor muy cercano a los 110 NL/min de amoníaco requeridos.

Además, se elige como material para su construcción sulfuro de polifenileno (PPS) debido a que presenta una excelente resistencia química, una gran estabilidad térmica y dimensional y es resistente al fuego. Además, resulta ser extremadamente inerte frente a solventes orgánicos, sales inorgánicas y bases, de manera que es muy resistente a la corrosión. En las Figuras 11.2.12 y 11.2.13. se presentan las especificaciones del eyector elegido, facilitadas por la empresa.

REFERENCIACIÓN
HOW TO ORDER

Referencia Reference	Código Code	Descripción Description
K-3B	EVK3B	Eyector de vacío estandar Standard vacuum ejector
K-3B/AQ	EVK3BAQ	Eyector de vacío de alto caudal High vacuum flow vacuum ejector

RECAMBIOS
SPARE PARTS

Referencia Reference	Código Code	Descripción Description
RL-1/2"	SILRL1/2	Silenciador de 72 db, rosca R 1/2". Ver pag. 203 Silencer silent. thread R 1/2" 72db. See pag. 203

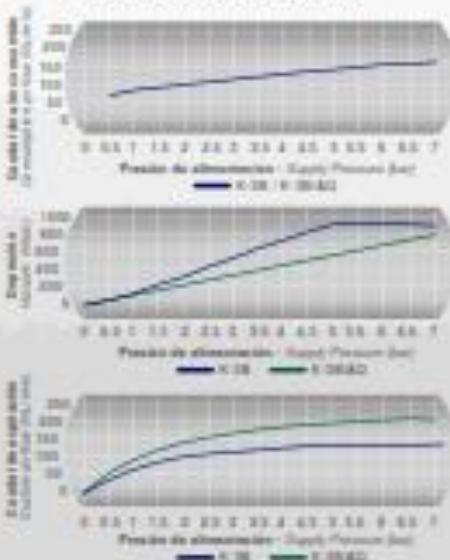
ACCESORIOS
ACCESSORIES

Referencia Reference	Código Code	Descripción Description
FN-1/2"	PILFN1/2	Filtro de vacío para la aspiración. Ver pag. 202 Vacuum suction filter. See pag. 202
FNU-1/2"	PILFNU1/2	Filtro de vacío para la aspiración. Ver pag. 202 Vacuum suction filter. See pag. 202

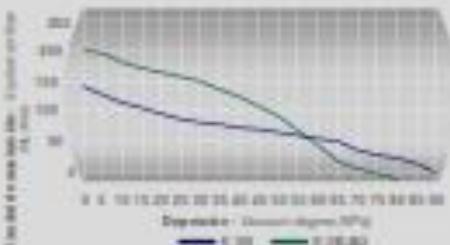
Figura 11.2.12. Especificaciones técnicas del eyector K-3B



GRAFICA DE COMPORTAMIENTO
BEHAVIOUR GRAPHIC



CAUDAL DE ASPIRACIÓN VS DEPRESIÓN
SUCTION AIR FLOW VS VACUUM DEGREE



TIEMPO DE EVACUACIÓN
EVACUATING TIME

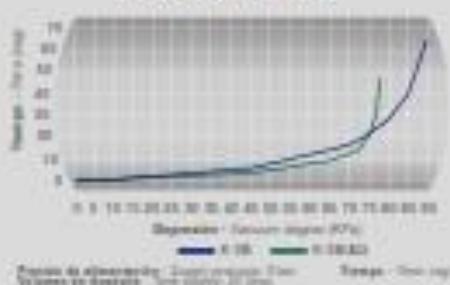
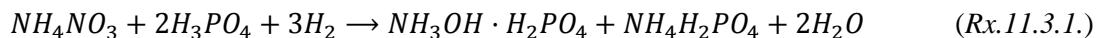


Figura 11.2.13.. Especificaciones técnicas del eyector K-3B

11.3. Reactor hidroxilamina R-201

La hidroxilamina se prepara reduciendo iones nitrato con hidrógeno gas en presencia de un metal catalítico, paladio sobre carbón. La hidroxilamina pura es inestable, cuando se calienta se descompone automáticamente, dando lugar a una posible explosión. Por esta razón la hidroxilamina se prepara en forma de sal, hidroxilamina sulfato o fosfato. En este caso se ha escogido la sal de fosfato ya que se reduce la producción de subproducto de sulfato de amonio. El reactor consta de la zona de reacción, zona de refrigeración y un distribuidor de gas. La solución acuosa que contiene iones nitrato es alimentada al reactor. El hidrógeno gas fresco se introduce mediante el distribuidor de gas por la parte inferior y entra al interior del reactor donde reduce el amonio nitrato para formar hidroxilamina fosfato. El hidrógeno que no ha reaccionado se mezcla con hidrógeno fresco y es recirculado hacia el distribuidor de gas y reintroducido al reactor. La corriente acuosa inorgánica contiene hidroxilamina fosfato, ácido fosfórico, nitrato de amonio y ácido monoamónico fosfórico.

La reacción que se lleva a cabo es la reacción Rx.11.3.1.:



Según *Carberry i Varma* (página 669) la reacción entre nitratos e hidrógeno para formar sales de hidroxilamina se produce en un reactor Slurry catalizado por un metal noble (Pd) sobre carbón. La hidrogenación se lleva a cabo en un reactor de columna de burbujeo. El catalizador se encuentra en constante recirculación y se puede usar durante un año o más sin regenerar.

Los distribuidores dispersan el hidrógeno. La mezcla se debe al aumento de las burbujas, por lo que no se dispone de una agitación mecánica. La acción de las burbujas proporciona una agitación aproximadamente equivalente a la agitación mecánica. El medio de reacción es una suspensión de catalizador en el medio líquido en el cual el gas es burbujeado, este tipo de reactor trifásico se conoce como reactor 'slurry'.

Desde un punto de vista mecánico, un reactor de columna de burbujeo es un recipiente cilíndrico vertical con la rejilla de distribución en la parte inferior. La rejilla de rociado es una matriz de tubos paralelos conectados a un colector o varios brazos radiales en un patrón de araña o círculos concéntricos con agujeros cada pocos centímetros.

Esta corriente de salida del reactor que contiene el catalizador en suspensión es filtrada para obtener la corriente inorgánica con hidroxilamina fosfato libre de catalizador en suspensión. El catalizador se devuelve al reactor previamente mezclado con la solución acuosa de entrada al reactor.

Debido a los requerimientos de calor se ha diseñado un reactor multitubular por los que circulará agua de refrigeración por el exterior de estos. En la Figura.11.3.1. se muestra un esquema simplificado del tipo de reactor utilizado para la producción de hidroxilamina.

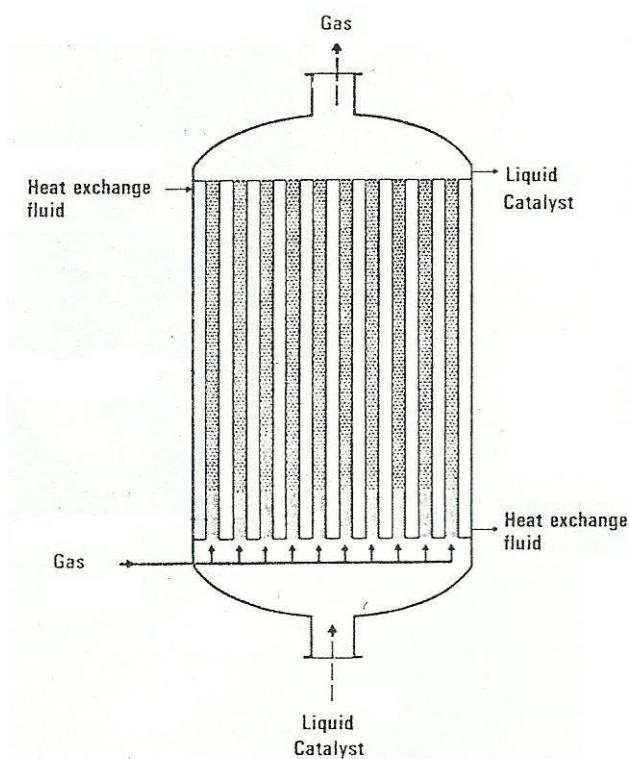


Figura.11.3.1. Reactor multitubular trifásico.

11.3.1. Dimensionamiento de la columna

Se ha realizado el diseño de un reactor continuo de columna de burbujeo para la producción de 189 Tn/día de hidroxilamina fosfato mediante la reducción de una solución acuosa de nitrato de amonio-fosfato, empleando un catalizador de 2% paladio-carbón.

Tras hacer una búsqueda bibliográfica del proceso en cuestión y ver que las condiciones de reacción son muy parecidas en todas las fuentes (experimentales y didácticas) se usan los datos de proceso descritas por *Carberry, J. J. y Varma, A.*

- Datos del proceso:

Temperatura = 70°C

Presión = 5 atm

Velocidad superficial gas = 1.5 cm/s (parte superior)

Concentración NH_4NO_3 alimentación = 20 % (masa)

Conversión deseada NH_4NO_3 a hidroxilamina = 80 %

Requerimiento de hidrógeno = 10% exceso de los requerimientos teóricos

Coeficiente Henry para hidrógeno, $H = 4.63 \cdot 10^7 \text{ g/cm}^3 \text{ solución}$

Catalizador = 2% paladio en carbón

Concentración de paladio activo, $C_{\text{Pd}} = 1 \cdot 10^{-3} \text{ g/cm}^3 \text{ solución}$

Dimensión catalizador = $8 \cdot 10^{-3} \text{ cm}$

Densidad catalizador = 0.6 g/cm^3

Difusividad hidrógeno disuelto = $5.24 \cdot 10^{-5} \text{ cm}^2/\text{s}$

- Producción de hidroxilamina fosfato = $\frac{189 \cdot 10^6}{24 \cdot 3600 \cdot 131} = 16.7 \text{ mol/s}$
- NH_4NO_3 requerido a la entrada = $\frac{16.7}{0.8} = 21 \text{ mol/s} = 1680 \text{ g/s}$
- Concentración NH_4NO_3 a la entrada = 20 % (masa)
- Caudal másico total entrada = $\frac{1680}{0.2} = 8400 \text{ g/s}$
- Hidrógeno requerido = $16.7 \cdot 3 = 50 \text{ mol/s}$
- 10% más de hidrógeno del requerido = $50 \cdot 1.1 = 55 \text{ mol/s}$
- Caudal volumétrico hidrógeno parte superior = $0.1 \cdot 50 \cdot 0.082 \cdot (273 + 70) \cdot 10^3 \frac{1}{5} = 28126 \text{ cm}^3/\text{s}$
- Velocidad superficial del gas en la parte superior; $vG = 1.5 \text{ cm/s}$

Se ha escogido una velocidad del gas de 1.5 cm/s porque está dentro del rango para flujos homogéneos en columnas de burbujeo. Este rango se puede observar representado en la Figura.11.3.2.

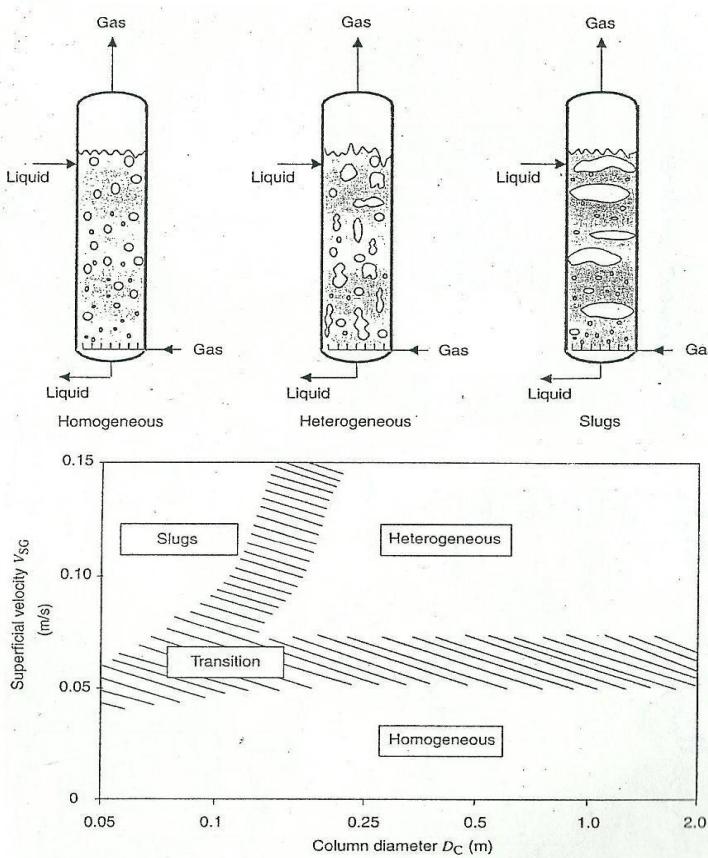


Figure 4.3 Hydrodynamic regimes for bubble columns (low-viscosity medium).

Figura.11.3.2. Régimen flujo de columnas de burbujeo. (Fuente: 'Chemical Reactors. From design to operation', J.P. Euzen, P.Trambouze).

Tal como se explica en el apartado de energía (apartado 11.3.4.) el reactor escogido es un reactor multitubular con tubos de 2pulg. Todo el caudal de entrada se repartirá entre los diferentes tubos. En el apartado de energía (11.3.4.) se especifica todas características de la columna y de los tubos

- Determinación de la etapa controlante de la reacción

Las etapas relacionadas con la reacción entre el hidrógeno y el nitrato de amonio son:

- A. Transferencia del hidrógeno al líquido.
- B. Transferencia del hidrógeno y el nitrato de amonio del líquido a la superficie del catalizador.
- C. Reacción del hidrógeno y el nitrato de amonio en la superficie del catalizador.

Se ha estudiado la importancia de las diferentes resistencias en la parte superior de la columna. Para simplificar el sistema se han considerado las siguientes simplificaciones:

1. La fracción de gas y los coeficientes de transferencia de materia son uniformes a lo largo del reactor.
2. La presión de vapor de agua en la solución es insignificante.
3. Las partículas de catalizador están dispersas homogéneamente.
4. La fase acuosa está perfectamente mezclada.

- A. Transferencia del hidrógeno al líquido

Si esta es la etapa controlante, la velocidad de absorción del hidrógeno viene dada por la ecuación Ec.11.3.1.:

$$R'_A = k_L \bar{a} [A^*], \quad \text{donde } [\bar{a}] = \text{cm}^2/\text{cm}^3 \text{ solución} \quad (\text{Ec.11.3.1.})$$

Correlación de Rooij et al. (1977) para velocidades de gas entre 1 y 10 cm/s:

$$k_L = 2 \cdot 10^{-2} \frac{\text{cm}}{\text{s}}$$

$$d_B = \frac{k_L}{0.9} = 2.22 \cdot 10^{-2} \text{ cm}$$

$$\varepsilon_G = \frac{1.5 \nu_G}{30 + 2 \nu_G} = 0.0682$$

$$\text{Área interfacial efectiva: } \bar{a} = \frac{6 \cdot \varepsilon_G}{d_B (1 - \varepsilon_G)} = \frac{6 \cdot 0.0242}{2.22 \cdot 10^{-2} (1 - 0.0242)} = 19.76 \text{ cm}^2/\text{cm}^3 \text{ solución}$$

$$R'_A = 2 \cdot 10^{-2} \cdot 6.7 \cdot 10 \cdot 4.63 \cdot 10^{-7} = 9.15 \cdot 10^{-7} \text{ mol}/(\text{cm}^3 \text{ solución}) \text{ s}$$

- B. Transferencia del hidrógeno del líquido al catalizador

Para el cálculo del coeficiente de transferencia de masa sólido-líquido se tiene la ecuación Ec.11.3.2. (Sano et al. (1974)):

$$Sh = \frac{k_{SL} d_p}{D_A} = \left[2 + 0.4 \left(\frac{E \cdot d_p^4}{\nu^3} \right)^{\frac{1}{4}} Sc^{\frac{1}{3}} \right] \phi_c \quad (\text{Ec.11.3.2.})$$

Donde,

E = velocidad de disipación de energía por unidad de masa de líquido = $\nu_G \cdot g$

$$E = 1.5 \cdot 981 = 1471.5 \text{ cm}^2/\text{s}^3$$

$$d_p = \text{diámetro del catalizador} = 8 \cdot 10^{-3} \text{ cm}$$

ϕ_c = factor de esfericidad; se supone que las partículas son totalmente esféricas por ello se toma un valor de 1.

$$\nu = \text{viscosidad cinemática} = 4.2 \cdot 10^{-2} \text{ cm}^2/\text{s}$$

$$Sc = \frac{\nu}{D} = 801.53$$

Sustituyendo en la ecuación Ec.11.3.2., se obtiene: $Sh = 3.98$; $k_{SL} = 2.61 \cdot 10^{-2} \text{ cm/s}$

Concentración de catalizador:

$$w = \frac{1 \cdot 10^{-3} \text{ g Pd/cm}^3 \text{ sol}}{2 \text{ g Pd/100 g cat}} = 0.05 \text{ g/cm}^3 \text{ sol}$$

Área interfacial efectiva sólido-líquido:

$$\bar{a}_p = \frac{6w}{\rho d_p} = \frac{6 \cdot 0.05}{0.6 \cdot 8 \cdot 10^{-3}} = 62.5 \text{ cm}^2/\text{cm}^3 \text{ solución}$$

$$k_{SL} \bar{a}_p = 1.631 \text{ s}^{-1}$$

Si esta es la etapa controlante la velocidad R'_A viene dada por:

$$R'_A = k_{SL} \bar{a}_p [A^*] = 1.437 \cdot 10 \cdot 4.63 \cdot 10^{-7} = 3.78 \cdot 10^{-6} \text{ mol/(cm}^3 \text{ solución)} \cdot \text{s}$$

- C. Reacción del hidrógeno y amonio nitrato en la superficie del catalizador

La ecuación Ec.11.3.3. es una ecuación empírica (Rooij et al. (1977)) para la velocidad de reacción de hidrógeno en solución acuosa $\text{NH}_4\text{NO}_3\text{-H}_3\text{PO}_4$:

$$R'_A = k a_c C_{Pd} [A^*]^{0.34} \quad (\text{Ec.11.3.3.})$$

Donde

a_c = actividad relativa del catalizador, se asume igual a 0.8

C_{Pd} = concentración de paladio activo = $1 \cdot 10^{-3}$ g Pd/cm³ solución

k es la constante de velocidad de reacción y viene dada por la ecuación (Ec.11.3.4.)

$$k = 1.696 \cdot 10^4 \exp\left(\frac{-7674 \cdot T}{R}\right) = 0.218 \frac{\text{mol}^{0.66} \text{ cm}^{1.02}}{(\text{g Pd}) \cdot \text{s}} \quad (\text{Ec.11.3.4.})$$

Sustituyendo en la ecuación Ec.11.3.4. se obtiene: $k = 0.218 \frac{mol^{0.66} cm^{1.02}}{(g Pd) \cdot s}$

$$R'_A = 0.218 \cdot 0.8 \cdot 1 \cdot 10^{-3} (5 \cdot 4.63 \cdot 10^{-7})^{0.34} = 2.12 \cdot 10^{-6} mol/(cm^3 solución) \cdot s$$

De las velocidades individuales se observa que en la parte superior de la columna, las tres etapas contribuyen a la resistencia. Cuando las tres etapas contribuyen a la resistencia, la velocidad de disolución del hidrógeno en el líquido viene dada por la ecuación Ec.11.3.5.:

$$R'_A = k_L \bar{a} ([A^*] - [A_0]) \quad (\text{Ec.11.3.5.})$$

La velocidad de transferencia del hidrógeno del líquido a la superficie del catalizador viene dada por la ecuación Ec.11.3.6.:

$$R'_A = k_{SL} \bar{a}_p ([A_0] - [A_s]) \quad (\text{Ec.11.3.6.})$$

La velocidad de reacción de nitrato de amonio e hidrógeno en la superficie del catalizador viene dada por la ecuación Ec.11.3.7.:

$$R'_A = k a_c C_{Pd} [A_s]^{0.34} \quad (\text{Ec.11.3.7.})$$

Como se asume mezcla perfecta, los valores de $[A_0]$ y $[A_s]$ se mantienen constantes. Igualando las ecuaciones anteriores, se obtiene la ecuación Ec.11.3.8.:

$$[A_0] = \frac{R'_A}{k_{SL} \bar{a}_p} + \left(\frac{R'_A}{k a_c C_{Pd}} \right)^{1/0.34} \quad (\text{Ec.11.3.8.})$$

$$R'_A = \frac{G_i - G_0}{Sh_t(1 - \varepsilon)}$$

Donde h_t es la altura de dispersión. Sustituyendo en la ecuación anterior se obtiene la ecuación Ec.11.3.9.:

$$[A_0] = \frac{G_i - G_0}{Sh_t(1 - \varepsilon) k_{SL} \bar{a}_p} + \left(\frac{G_i - G_0}{Sh_t(1 - \varepsilon) k a_c C_{Pd}} \right)^{1/0.34} \quad (\text{Ec.11.3.9.})$$

El balance de materia respecto al hidrógeno en un diferencial de altura dh_d , se obtiene la ecuación diferencial ordinaria Ec.11.3.10.:

$$\frac{dG}{dh_d} = R'_A \cdot S \cdot (1 - \varepsilon) = k_L \bar{a} ([A^*] - [A_0]) S (1 - \varepsilon) \quad (\text{Ec.11.3.10.})$$

$$\text{Donde } [A^*] = H(P_T + \psi h_d), \psi = \frac{dP}{dh_d} = \frac{(1-\varepsilon_G)\rho}{1033}$$

Reorganizando la ecuación diferencial, Ec.11.3.10., se obtiene la ecuación simplificada Ec.11.3.11.:

$$\frac{dG}{dh_G} = \alpha + \beta h \quad (\text{Ec.11.3.11.})$$

$$\alpha = k_L \bar{a} S (1 - \varepsilon_G) \{ H P_T - [A_0] \} \quad (\text{Ec.11.3.12.})$$

$$\beta = k_L \bar{a} S H \psi (1 - \varepsilon_G) \quad (\text{Ec.11.3.13.})$$

Las condiciones de contorno son:

- En la parte superior: $h=0, G=G_0=50$
- En la parte inferior: $h=h_t, G=G_i=55$

Integrando la ecuación diferencial simplificada, Ec.11.3.11., se obtiene la ecuación Ec.11.3.14.

$$G_i - G_0 = \alpha h_t + \frac{\beta h_t^2}{2} \quad o \quad h_t = \frac{-\alpha + \sqrt{\alpha^2 + 2\beta(G_i - G_0)}}{\beta} \quad (\text{Ec.11.3.14.})$$

11.3.2. Cálculo altura reactor

Para el cálculo de la altura del reactor h_t se realiza un proceso iterativo:

1. Suposición de la altura de la columna y se calcula $[A_0]$.
2. Se calcula el calor de $k_L \bar{a}$ con un valor promedio de v_G .
3. Conociendo $[A_0]$ y $k_L \bar{a}$, se calcula el valor de α y β .
4. Se calcula h_t .
5. Si el valor de la altura calculado es diferente al supuesto, en la siguiente iteración se escoge un valor intermedio.

Realizando el proceso iterativo para el sistema descrito, se obtiene que la altura del reactor en cuestión es de 393.97 cm.

Altura de zona de reacción: $H_{\text{reacción}} = 4\text{m}$

11.3.3. Especificación de las corrientes

En la Tabla.11.3.1. es muestran representados los valores los caudales másicos de las corrientes de entrada y salida del reactor.

La corriente acuosa inorgánica que contiene los iones nitrato (corriente 206) se ha especificado para que tenga una composición del 20% másico en nitrato de amonio y 40% en ácido fosfórico. Estos valores son valores bibliográficos recomendados para la solución acuosa inorgánica.

Tabla.11.3.1. Caudales másicos [kg/h] de las corrientes involucradas en el reactor R-201.

		Corr. 201	Corr. 202	Corr. 203	Corr. 206	Corr. 210
Fosfato de hidroxilamina	NH₃OH·H₂PO₄	-	-	-	-	7861.52
Nitrato amónico	NH₄NO₃	-	-	-	6003.26	1200.65
Ac. Fosfórico	H₃PO₄	-	-	-	12935.38	1175.94
Hidrógeno (g)	H₂	362.87	399.16	36.29	-	-
Fosfato de amonio	NH₄H₂PO₄	-	-	-	-	6901.55
Agua	H₂O	-	-	-	11061.36	13223.2
Ac. Nítrico	HNO₃	-	-	-	-	-
TOTAL		362.87	399.16	36.29	30000.00	30362.86

11.3.4. Sistema de intercambio de calor

El intercambiador de calor extraerá el calor del sistema necesario para mantener el reactor a la temperatura de reacción, 70°C.

Se realiza un balance de energía calorífica en estado estacionario, Ec.11.3.15., donde se tiene en cuenta que para alcanzar la temperatura de reacción los reactivos van a consumir parte de la energía generada por la reacción. El calor que es necesario extraer del sistema mediante el intercambiador de calor será el calor generado por la reacción menos el calor consumido por los reactivos para alcanzar la temperatura de reacción.

$$\sum_j n_{jE} \cdot [\bar{C}_{pj} \cdot (T_s - T_E)] + \xi \cdot \Delta H_{REF}^\circ + \xi \cdot \Delta \bar{C}_p \cdot (T_s - T_{REF}) = q = U \cdot A \cdot DTML \quad (\text{Ec.11.3.15.})$$

Donde ξ es el grado de avance de la reacción y se calcula como se muestra en la ecuación Ec.11.3.16.

$$\xi = -\frac{n_{kE}}{v_k} \chi_k = 60 \text{ kmol/h} \quad (\text{Ec.11.3.16.})$$

En la Tabla.11.3.2. se encuentran representados los datos termodinámicos del sistema acuoso que se tiene en el reactor. Estos valores son datos bibliográficos del *CRC Handbook of Chemistry and Physics, David R. Lide*. Todos los valores están referidos a condiciones estándar, 25°C y 100kPa.

Tabla.11.3.2. Propiedades termodinámicas ‘Handbook of Chemistry and Physics’ (páginas 864 y 931).

Compuesto	$\Delta_f H^\circ$ [kJ/mol]	Cp [J/mol°K]
$\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$	-1428.8	
H_2O	-285.5	75.3
H_2	0	28.8
H_3PO_4	-1271.1	145
H_3NO	-114.2	46.47
HPO_4^{2-}	-1292.1	

Según los coeficientes estequiométricos de la reacción (Rx.11.3.1.), v_i , y los calores de formación de los componentes que se muestran en la Tabla.11.3.2. se ha calculado el calor estándar de reacción según la ecuación Ec.11.3.17.

$$\Delta_R H^\circ = \sum_{i=0}^n v_i \Delta_f H^\circ \quad (\text{Ec.11.3.17.})$$

El valor de calor estándar de reacción es: $\Delta_R H^\circ = -498300 \text{ kJ/kmol}$

En la Tabla.11.3.3. se pueden observar los valores de los términos de la parte izquierda de la ecuación Ec.11.3.15. para el cálculo del calor de intercambio, q. Las temperaturas de sistema son de 70°C para la temperatura de entrada al reactor del fluido de proceso (T_E), 25°C para la temperatura de referencia T_{ref} y 70°C para la temperatura del reactor.

Tabla.11.3.3. Valores para el cálculo del calor de reacción.

Parámetro	Valor
$\Delta_R H^\circ$ [kJ/kmol]	-498300
$\sum n_{j,E} \cdot C_{p,j} \cdot (T_s - T_E)$ [kJ/h]	0
Ξ [kmol/h]	60
$\Delta C_p \cdot (T_s - T_{ref})$ [kJ/kmol]	-14338

- Calor a intercambiar

Sustituyendo los valores de la Tabla.11.3.3. en la ecuación Ec.11.3.15. se obtiene que el calor a intercambiar es:

$$q = -8544 \text{ kW}$$

El área total de intercambio de calor, A, se calcula con la parte derecha de la expresión de la ecuación Ec.11.3.18.

$$q = A \cdot U \cdot DTML \quad (\text{Ec.11.3.18.})$$

- Cálculo de DTML

$$DTML = \frac{(T_1 - T_R) - (T_2 - T_R)}{\ln \frac{(T_1 - T_R)}{(T_2 - T_R)}} \quad (\text{Ec.11.3.19.})$$

Sustituyendo en la ecuación Ec.11.3.19. los valores de las temperaturas, temperatura del reactor $T_R = 70^\circ\text{C}$, temperatura de entrada del agua de refrigeración $T_1 = 30^\circ\text{C}$ y temperatura de salida del agua de refrigeración $T_2 = 40^\circ\text{C}$, se obtiene:

$$DTML = -34.76^\circ\text{C}$$

- Coeficiente global, U

Bibliográficamente (*Applied Process Design for Chemical and Petrochemical Plants Vol.3, página 94*) se observa que el coeficiente global U para agua como fluido de refrigeración y disoluciones acuosas inorgánicas diluidas puede tener un valor estimado como máximo de $700 \text{ W/m}^2 \text{ }^\circ\text{C}$. El fluido de proceso es una mezcla de dos fases. El gas presenta una transmisión

de calor mucho menor que la fase acuosa, como máximo se puede estimar el valor global de transferencia como $400W/m^2\text{°C}$. Se realiza el diseño con el valor más desfavorable, el del gas.

- Cálculo área total de intercambio, A

Sustituyendo estos valores en la ecuación Ec.11.3.18. se obtiene el área necesaria para intercambiar el calor del sistema q, Ec.11.3.20.

$$A = \frac{-8543972.5J/s}{-37.12\text{°C} \cdot 400W/m^2\text{°C}} = 614.49m^2 \quad (\text{Ec.11.3.20})$$

Para este reactor donde el calor de reacción es importante y es necesaria un área de transferencia elevada se han descartado los sistemas típicos de intercambio de calor, camisa, doble caña y serpentín. Las alternativas son realizar un intercambio de calor externo o disminuir el caudal a tratar. La primera alternativa se descarta ya que el catalizador está en suspensión en la solución y se ha creído una mala alternativa recircular parte de la solución para realizar un intercambio de calor, porque el bombeo mecánico de esta suspensión podría alterar las propiedades de dimensión del catalizador. La alternativa que se ha considerado más acertada ha sido realizar un reactor multitubular. Con este tipo de reactor se aumenta el área de transferencia. Conociendo que la relación área de transferencia/volumen disponible es de $4/D$, se sabe que con un reactor de 1.5m (que es el diámetro de reactor necesario) se tiene un área de transferencia disponible por volumen de $2.7m^2/m^3$. En comparación con un multitubular con tubos de 2pulg se aumenta el área a $66.3m^2/m^3$.

El fluido de proceso circula por tubos ya que es el fluido con una temperatura mayor, por carcasa circulará el agua de refrigeración. La configuración de los tubos es de un paso por tubos del producto y de un paso de carcasa del agua de refrigeración, la cual se aumentará la velocidad mediante la colocación de deflectores.

- Selección de las características de los tubos

Se escogen tubos de 2pulg ya que es la medida más recomendada para tubos de intercambio de calor. Se escoge el mayor porque los tubos más amplios son más fáciles de limpiar por métodos mecánicos. A continuación se indica las características de los tubos (*Mc. Cabe, Apéndice 7, página 1074*).

- Diámetro interior: $D_i = 4.526 \text{ cm}$
- Diámetro externo: $D_E = 4.803 \text{ cm}$
- Espesor: $\Delta x = 0.277 \text{ cm}$
- Longitud: $L = 4m$
- Longitud total: $L = 4.05m$
-

Para realizar la conexión de los tubos, se suma a la longitud 2.5 cm por cada lado.

- Distribución de tubos

Se escoge una distribución de tubos de *pitch* triangular. El *pitch* es la distancia entre los centros de dos tubos consecutivos.

El *pitch* recomendado es de 1.25 veces el diámetro externo del tubo según el método de Kern.

$$pitch = 1.25D_E = 60.04mm$$

- Cálculo número de tubos

Primero se calcula el área de intercambio de un tubo (Ec.11.3.21.) a partir del diámetro externo de los tubos y la longitud.

$$A_t = \pi D_E L = 0.604m^2 \quad (\text{Ec.11.3.21.})$$

Conociendo el área total de intercambio necesaria y A_t se calcula el número de tubos, N_t .

$$N_t = \frac{A_{total}}{A_t} = 1019 \quad (\text{Ec.11.3.22.})$$

- Cálculo del diámetro de carcasa

Para el cálculo del diámetro de la carcasa se tiene que sumar al diámetro haz de los tubos (bundle diameter, D_b) (Ec.11.3.23.), el espacio entre éste y la pared externa de la carcasa.

$$D_b = D_E \left(\frac{N_t}{K_1} \right)^{1/n_1} \quad (\text{Ec.11.3.23.})$$

K_1 y n_1 son función del pitch escogido y del número de pasos por tubo. Para pitch triangular y un paso por tubos $K_1=0.319$ y $n_1=2.142$.

Sustituyendo estos valores en la ecuación Ec.11.3.23. se obtiene el valor del diámetro de haz de tubos D_b .

$$D_b = 2078\text{mm}$$

La determinación del espacio entre el haz de tubos y la pared externa de la carcasa depende de la configuración de la carcasa. En este caso se escoge un valor de 38mm. Con este valor ya se puede calcular el diámetro de carcasa D_s , ecuación Ec.11.3.24.

$$D_s = 38 + D_b = 2116\text{mm} \text{ (Ec.11.3.24.)}$$

- Velocidad de circulación por tubos (v_t)

Primero es necesario el área de paso del fluido por un solo tubo, $A_{paso1tubo}$, Ec.11.3.24.

$$A_{paso1tubo} = \frac{\pi}{4} D_i^2 = 1.61 \cdot 10^{-3}\text{m}^2 \text{ (Ec.11.3.25.)}$$

La velocidad de paso del fluido por tubos, v_t , se calcula a partir de la ecuación Ec.11.3.25.

$$v_t = \frac{m_t}{\rho_t A_{paso1tubo} N_{tp}} \text{ (Ec.11.3.26.)}$$

$$v_t = \frac{8.4\text{kg/s}}{1.22 \cdot 10^3\text{kg/m}^3 \cdot 2.16 \cdot 10^{-3}\text{m}^2 \cdot 1} = 0.0042\text{m/s}$$

- Determinación del número de pantallas deflectoras y separación entre ellas

Para determinar las características geométricas de las pantallas deflectoras se determinan los dos parámetros siguientes:

- a. La altura libre de la pantalla (*baffle cut*), espacio que queda entre la pantalla y la carcasa, por donde circula el fluido refrigerante. Este parámetro se expresa como un porcentaje que oscila entre 10 y 25 % del diámetro de carcasa.

$$baffle\ cut = 0.25D_s = 529\text{ mm}$$

- b. El espacio entre pantallas (l_B) que oscila entre 0.3 y 0.5 veces el diámetro de carcasa.

$$l_B = 0.5D_s = 1058\text{mm}$$

Definiendo estos dos parámetros se calcula el número de pantallas deflectoras, Ec.11.3.27

$$n^{\circ} \text{deflectores} = \left(\frac{L}{l_B} \right) - 1 = 3 \quad (\text{Ec.11.3.27.})$$

- Sección paso del fluido de proceso

$$A_{\text{pas}_t} = N_t \frac{A_{\text{pas 1tubo}}}{n_{\text{pt}}}$$

$$A_{\text{pas}_t} = 1.64\text{m}^2$$

- Cálculo velocidad fluido de carcasa

Primero se calcula el área transversal de la carcasa A_{ST} , Ec.11.3.27.

$$A_{ST} = \frac{l_B D_s (\text{pitch} - D_E)}{\text{pitch} \cdot n_{ps}} \quad (\text{Ec.11.3.29.})$$

$$A_{ST} = 0.447\text{m}^2$$

Para el intercambio de calor del sistema, q , se usa agua de refrigeración con un salto térmico de 10°C, temperatura de entrada de 30°C y temperatura de salida de 40°C. Para el cálculo de la cantidad de agua requerida para el intercambio de calor, m_{H_2O} , se usa la ecuación Ec.11.3.30.

$$q = m_{H_2O} C_{p,H_2O} \Delta T \quad (\text{Ec.11.3.30.})$$

Sustituyendo en la ecuación Ec.11.3.28. y conociendo que la capacidad calorífica del agua es $c_{p,H_2O} = 4.184\text{kJ/kg}^{\circ}\text{C}$: $m_{H_2O} = 204.2\text{ kg/s}$

El cálculo de la velocidad del fluido de carcasa se calcula con la ecuación Ec.11.3.31.

$$v_s = \frac{m_{H_2O}}{A_{ST} \rho_{H_2O}} \quad (\text{Ec.11.3.31.})$$

$$v_s = 0.46 \text{ m/s}$$

Se ha comprobado que este valor es correcto estando comprendido entre los valores típicos de 0.3 y 1 m/s.

11.3.5. Diseño mecánico del reactor R-201

El diseño mecánico se ha realizado según la bibliografía, *Manual de recipientes a presión, Eugene F. Megyesy*, que sigue el procedimiento del código ASME (Code for Pressure Vessels).

- Cálculo espesor pared cilíndrica
 - Presión de diseño (Ec.11.0.3.): $P = 5 \cdot 1.1 = 5.5 \text{ atm}$
 - Elección material carcasa reactor: Acero inoxidable AISI 316. La solución de reacción tiene un pH ácido.
 - Temperatura máxima de diseño (Ec.11.0.4): $T_{max} = T_{op} + 20 = 90^\circ\text{C}$

El cálculo del espesor del reactor de la costura longitudinal. Para un equipo cilíndrico la ecuación a utilizar es la ecuación Ec.11.3.32.:

$$t = \frac{P \cdot D_S}{2 \cdot S \cdot E - 1.2P} + C_1 \quad (\text{Ec.11.3.32.})$$

Siguiendo las especificaciones que se indican en la introducción del apartado 11 se escogen los siguientes valores de los coeficientes:

- Valor esfuerzo de diseño del material, S. Haciendo una media ponderada de los valores representados en la Tabla.11.0.1., a la temperatura de diseño.

$$S = 127 \text{ N/mm}^2 = 1253.39 \text{ atm}$$

- Eficiencia de soldadura, E. Se supone que la junta es examinada por zonas (puntual) y que la soldadura es hecha por doble cordón de soldadura depositada sobre las superficies interior y exterior de la pieza (en 'X'). Según la Tabla.11.0.2.:

$$E = 0.85$$

- Sobreespesor por corrosión, C₁.

$$C_1 = 1 \text{ mm}$$

Sustituyendo estos valores en la ecuación Ec.11.3.25. se obtiene un valor de espesor, t:

$$t = \frac{5.5 \text{ atm} \cdot 2116 \text{ mm}}{2 \cdot 1253.39 \text{ atm} \cdot 0.85 - 1.2 \cdot 5.5 \text{ atm}} + 1 \text{ mm} = 6.48 \text{ mm}$$

El valor de espesor se sobredimensiona un 10%: $t = 5.19mm \cdot 1.1 = 7.13mm$

Cálculo diámetro exterior cilindro: $D_{ext} = 2.12m + 2 \cdot 7.13 \cdot 10^{-3}m = 2.13m$

- Cálculo espesor y dimensiones cabezales

El cabezal elegido es el cabezal ASME bridado y alabeado. El material escogido y los parámetros para el cálculo del espesor son los mismos que para el caso de las paredes cilíndricas.

Para el cálculo del espesor del cabezal hemisférico, t , se usa la ecuación Ec.11.3.33.:

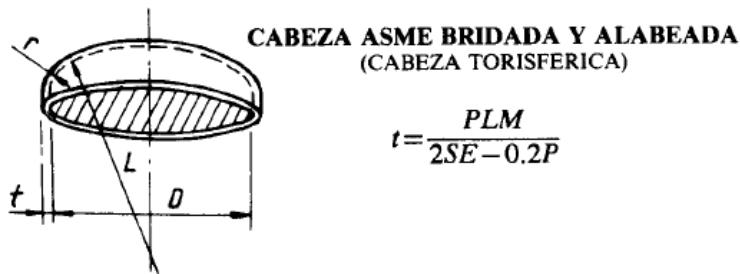


Figura.11.3.3. Cabezal torisférico (Eugene F.Megyesy, página 20)

El factor M es un coeficiente que depende de la relación L/r tal como se muestra en Tabla.11.0.3. Se escoge una relación L/r de 10 y que el radio del casquillo L es igual al diámetro. De la Tabla.11.0.3. se observa que el factor M es de 1.54

Sustituyendo los valores en la ecuación Ec.11.3.31. y sumando el sobreespesor, se calcula el espesor de los cabezales.

$$L = 2.13m$$

$$r = 0.1 \cdot L = 0.213$$

$$t = \frac{5.5atm \cdot 2116mm \cdot 1.54}{2 \cdot 1253.39 atm \cdot 0.85 - 0.2 \cdot 5.5atm} + 1mm = 9.42mm$$

El valor de espesor se sobredimensiona un 10%: $t = 9.42 \cdot 1.1 = 10.36mm$

La altura del cabezal, $H_{cabezal}$, se calcula como la suma de la altura de la parte esférica, h_1 , y la parte recta, h_2 . La altura de la parte esférica se calcula con la ecuación Ec.11.3.34 y la parte recta con la ecuación Ec.11.3.35.

$$h_1 = 0.1935 D - 0.455 t \quad (\text{Ec.11.3.34.})$$

$$h_1 = 0.4m$$

$$h_2 \geq 3.5t \quad (\text{Ec.11.3.35.})$$

$$h_2 = 0.036m$$

La altura del cabezal $H_{cabezal}$ es:

$$H_{cabezal} = 0.436m$$

El volumen de los cabezales toriesféricos se obtiene con la siguiente ecuación Ec.11.3.36. (L.Brownell, E.Yong).

$$V_i = 0.084672 D_i^2 = 0.379m^3$$

$$V_e = 0.084672 D_e^2 = 0.383 m^3 \quad (\text{Ec.11.3.36.})$$

$$V_{cabezal} = V_e - V_i = 0.004m^3$$

- Altura y área total reactor

Para la altura total del reactor, a la altura de los tubos le sumamos la altura de los cabezales obteniendo una altura total de reactor de:

$$H_{total} = L + 2 \cdot H_{cabezal}$$

$$H_{total} = 4.05 + 2 \cdot (0.436) = 4.92 m$$

Para el cálculo del área lateral del reactor:

$$\text{Área}_{cuerpo} = \pi \cdot D_S \cdot L$$

$$\text{Área}_{cuerpo} = \pi \cdot 2.12 \cdot 4.05 = 26.97m^2$$

- Peso reactor vacío

El peso total del reactor vacío se establece con la suma del peso del cuerpo cilíndrico, el peso de los cabezales y el peso de los tubos.

$$P_{cuerpo} = \text{Área anular} \cdot L \cdot \rho_{inox}$$

$$P_{cuerpo} = \frac{\pi}{4} \cdot (D_{ext}^2 - D_i^2) \cdot L \cdot \rho_{inox}$$

La densidad del acero inoxidable AISI 316 es: $\rho_{inox} = 7.96 \text{ g/cm}^3$

Sustituyendo los valores conocidos:

$$P_{cuerpo} = 1505 \text{ kg}$$

Para conocer el peso total del reactor vacío se tiene que sumar al peso del cuerpo, el peso de los cabezales y los tubos vacíos:

$$P_{cabezal} = V_{cabezal} \cdot \rho_{inox}$$

$$P_{cabezal} = 31.84 \text{ kg}$$

El peso de los tubos vacíos:

$$P_{tubos} = N_t \frac{\pi}{4} (D_{ext}^2 - D_i^2) L \rho_{inox}$$

$$P_{tubos} = 6667 \text{ kg}$$

El peso total del reactor vacío:

$$P_{reactor} = P_{cuerpo} + 2 \cdot P_{cabezal} + P_{tubos} = 8235.7 \text{ kg}$$

- Peso del reactor lleno

Se calcula el peso del reactor lleno de agua:

$$P_{reactor, lleno} = P_{reactor} + P_{agua}$$

$$P_{agua} = V_{reactor} \cdot \rho_{agua}$$

$$V_{reactor} = V_{i, cilindro} + 2 \cdot V_{i, cabezal}$$

$$V_{reactor} = \frac{\pi}{4} D_i^2 \cdot H_{reacción} + 2 \cdot V_i = 15 m^3$$

$$P_{agua} = 15 m^3 \cdot \frac{1000 kg}{m^3} = 15000 kg$$

$$P_{reactor, lleno} = 23236 kg$$

Reactor lleno de fluido proceso:

$$P = 15 m^3 \cdot \frac{1220 kg}{m^3} + 8235.7 kg = 34771.4 kg$$

- Cálculo del espesor del aislante

Para el cálculo del espesor del aislante se ha realizado con el software *Insulan Cálculo de aislamientos de Calorcol*.

Para el aislamiento de las pérdidas de calor del reactor se escoge manta aislante de lana mineral de roca de 140 kg/m³.

Los datos de diseño del aislante son:

- Temperatura interior: se escoge la temperatura máxima de diseño, 90°C.
- Temperatura superficie aislamiento: 45°C.
- Temperatura ambiente: 25°C.
- Velocidad del aire: 1m/s.

Como se puede observar en el informe subministrado por Calorcol, el espesor recomendado es de 0.5 pulgadas tanto en las superficie horizontal y vertical.

En la Figura.11.3.4. se muestra el informe generado por Calorcol.



CALORCOL S.A.

INFORME TÉCNICO - TRANSFERENCIA DE CALOR PARA SUPERFICIES PLANAS (CALOR)

PRODUCTO: MANTAS AISLANTES DE 140 kg/m³ FECHA: 05/05/2013

Empresa que realiza el estudio: Calorcol S.A.

Cálculos hechos para: Simio

Trabajo: Aislamiento reactor R-201

DATOS DE ENTRADA

Producto	Mantas Aislantes de 140 kg/m³
Temperatura Interior	°C 90.0
Temperatura Superficie Aislam. supuesta	°C 45.0
Temperatura Ambiente	°C 25.0
Velocidad del Aire	mi/h 2.24
Material Superficie Aislamiento	ACERO INOXIDABLE NUEVO LIMPIO
Emisividad Superficie Aislamiento	0.13
Material Superficie Desnuda	ACERO INOXIDABLE
Emisividad Superficie Desnuda	0.3

SUPERFICIE PLANA HORIZONTAL CARA HACIA ARRIBA

		EXACTO	RECOMENDADO
Temperatura de la Superficie	°C 37.44	43.56	
Temperatura Media	°C 146.7	152.2	
Coeficiente de Conductividad Térmica	BTU plg/pie² h °F 0.29	0.29	
Conductancia de la película de aire	BTU/pie² h °F 1.5	1.47	
ESPESOR DEL AISLAMIENTO	plg 0.82	0.5	
Pérdida de Calor por Radiación	BTU/pie² h 3.33	5.12	
Pérdida de Calor por Convección	BTU/pie² h 30.23	50.04	
Pérdida de Calor Total	BTU/pie² h 33.56	55.17	
Pérdida de Calor Superficie Desnuda	BTU/pie² h 293.44	293.44	
Eficiencia del Aislamiento	% 88.56	81.2	

SUPERFICIE PLANA VERTICAL

		EXACTO	RECOMENDADO
Temperatura de la Superficie	°C 39.81	46.36	
Temperatura Media	°C 148.83	154.72	
Coeficiente de Conductividad Térmica	BTU plg/pie² h °F 0.29	0.3	
Conductancia de la película de aire	BTU/pie² h °F 1.26	1.21	
ESPESOR DEL AISLAMIENTO	plg 0.79	0.5	
Pérdida de Calor por Radiación	BTU/pie² h 4.01	5.98	
Pérdida de Calor por Convección	BTU/pie² h 29.55	46.87	
Pérdida de Calor Total	BTU/pie² h 33.57	52.85	
Pérdida de Calor Superficie Desnuda	BTU/pie² h 241.43	241.43	
Eficiencia del Aislamiento	% 86.1	78.11	

SUPERFICIE PLANA HORIZONTAL CARA HACIA ABAJO

		EXACTO	RECOMENDADO
Temperatura de la Superficie	°C 45.22	51.79	
Temperatura Media	°C 153.7	159.61	
Coeficiente de Conductividad Térmica	BTU plg/pie² h °F 0.29	0.3	
Conductancia de la película de aire	BTU/pie² h °F 0.92	0.85	
ESPESOR DEL AISLAMIENTO	plg 0.71	0.5	
Pérdida de Calor por Radiación	BTU/pie² h 5.63	7.71	

Figura.11.3.4. Informe aislamiento reactor R-201.

11.3.6. Difusores de hidrógeno

La distribución del hidrógeno dentro de la columna es muy importante ya que determinará la mezcla de las fases y la transferencia de materia. Se desea que la mezcla sea completamente homogénea y que no se produzcan burbujas de gas demasiado grandes (slugs), este efecto se puede ver representado en la Figura.11.3.1. Uno de los parámetros importantes del distribuidor de gas es la velocidad de salida del gas. Este tiene que ser suficiente para que el catalizador se mantenga suspendido en la solución y no沉淀e.

La elección del tipo de difusor no es sencilla, y se cree necesario un estudio más amplio. Para unos primeros números se ha encontrado que los agujeros deben ser dimensionados para dar velocidades de salida de 100 a 300 pies/s. Una buena regla es que el agujero debe ser aproximadamente 0.7 veces el diámetro del recipiente y el espaciado debe ser de 0.8 veces el diámetro.

Los difusores pueden ser platos perforados, difusores en tubos y otros diseños especiales característicos de cada empresa distribuidora. En la Figura.11.3.5. puede observarse dos modelos de la empresa suiza *Sulzer Chemtech*.

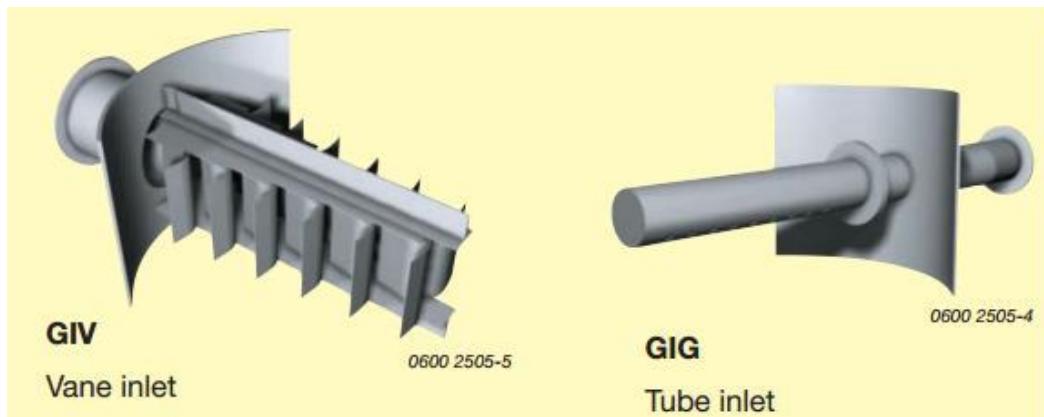


Figura.11.3.5. Distribuidores de gas.

11.3.7. Catalizador

Bibliográficamente, *Johnson Matthey Catalysts*, se observa que para la hidrogenación de nitratos a hidroxilamina se utilizan catalizadores heterogéneos tales como el paladio con soporte de carbón en forma de pasta o paladio y platino con soporte de carbón en forma de pasta.

Se ha escogido el catalizador de paladio sobre carbón con las características que se muestran en la Tabla.11.3.4.

Tabla.11.3.4. Características del catalizador.

Catalizador	2% Pd/C Pasta
Concentración Pd [g/cm ³ sol]	1·10 ⁻³
d _{cat} [cm]	8·10 ⁻³
ρ [g/cm ³]	0.6

El grupo de los catalizadores metálicos heterogéneos de paladio no son pirofóricos generalmente cuando se exponen al aire en la ausencia de vapores orgánicos. Se pueden manejar de forma segura en una pequeña escala en el laboratorio y planta piloto, y en una gran escala en la fabricación comercial. Sin embargo, son catalizadores muy eficaces para la oxidación rápida y exotérmica de los vapores orgánicos combustibles y compuestos. Por ello se debe tener cuidado cuando estos catalizadores se ponen en contacto con líquidos orgánicos volátiles y vapores orgánicos combustibles en la presencia de aire u oxígeno. La adhesión a algunas precauciones simples puede reducir al mínimo los peligros asociados con el manejo de estos catalizadores. En el apartado de Seguridad e Higiene se puede obtener información sobre la seguridad y el manejo adecuado y el uso de equipo de protección personal.

Los catalizadores heterogéneos de Pd se suministran secos o pasta. Los catalizadores de pasta contienen una cantidad de agua entre 40 a 70 % de agua en peso. Los catalizadores en seco contienen típicamente entre 0 y 39 % de agua en peso. Los dos catalizadores requieren un procedimiento de seguridad y manejo diferente.

Los catalizadores en pasta contienen agua en su estructura de poro y actúan como polvos de flujo libre. Pueden ser almacenados y manipulados en el aire. Se pueden mezclar de manera segura con la mayoría de los disolventes comunes. Por estas razones estos se usan preferentemente a los catalizadores secos a menos que el agua sea incompatible con el sistema de reacción. Los beneficios de seguridad proporcionados por los catalizadores en pasta requieren que el catalizador no se seque, por ello debe ser almacenado en contenedores herméticamente cerrados, ya que plantean un riesgo significativo incluso si sólo una pequeña parte se permite que se seque.

El riesgo de ignición espontánea más importante es al mezclar el catalizador y materiales orgánicos. Por esta razón la operación más segura para trabajar con el catalizador es trabajar con atmósfera inerte de nitrógeno.

Después del uso del catalizador en la reacción, el catalizador debe ser retirado de la mezcla del producto por filtración bajo una atmósfera inerte. No se debe permitir que el catalizador se seque, y se debe lavar con agua.

11.3.8. Recuperación catalizador

Como el catalizador se encuentra disperso en la solución acuosa, es necesario un proceso de separación para obtener el producto libre de sólidos en suspensión. La recuperación del catalizador supone un ahorro importante, ya que el catalizador, es un metal precioso y de elevado coste.

Según una empresa de suministradora de catalizadores, *Johnson Matthey*, el catalizador 2% paladio/carbón tiene un coste de 466.8€/kg. Cuando el catalizador ha llegado al final de su vida activa, el material gastado se puede enviar de nuevo a *Johnson Matthey* para la recuperación de los valores de paladio. Cada lote de residuos recibido se recupera el contenido de metal exacto.

Como la filtración es un proceso en discontinuo, la separación del catalizador se realizará en dos filtros paralelos alternativos. Se usarán filtros FUNDABAC® patentados por *Dr. Hans Müller* y suministrados por la empresa DrM. Estos filtros son completamente automáticos. En el mismo equipo se realiza la operación de filtrado, secado, descarga y lavado del filtro.

La suspensión acuosa de catalizador a tratar se suministra al equipo mediante una bomba. Con la misma presión de alimentación empieza la filtración. El filtrado que se recoge de cada tubo sale por la parte superior del recipiente del filtro. La torta que permanece sobre los elementos de filtro (velas y tela de filtro) se seca con nitrógeno y se realiza el lavado. El catalizador se descarga como una pasta sólida por la parte inferior del equipo. En la Figura.11.3.6. se muestran representadas las partes del filtro FUNDABAC®.

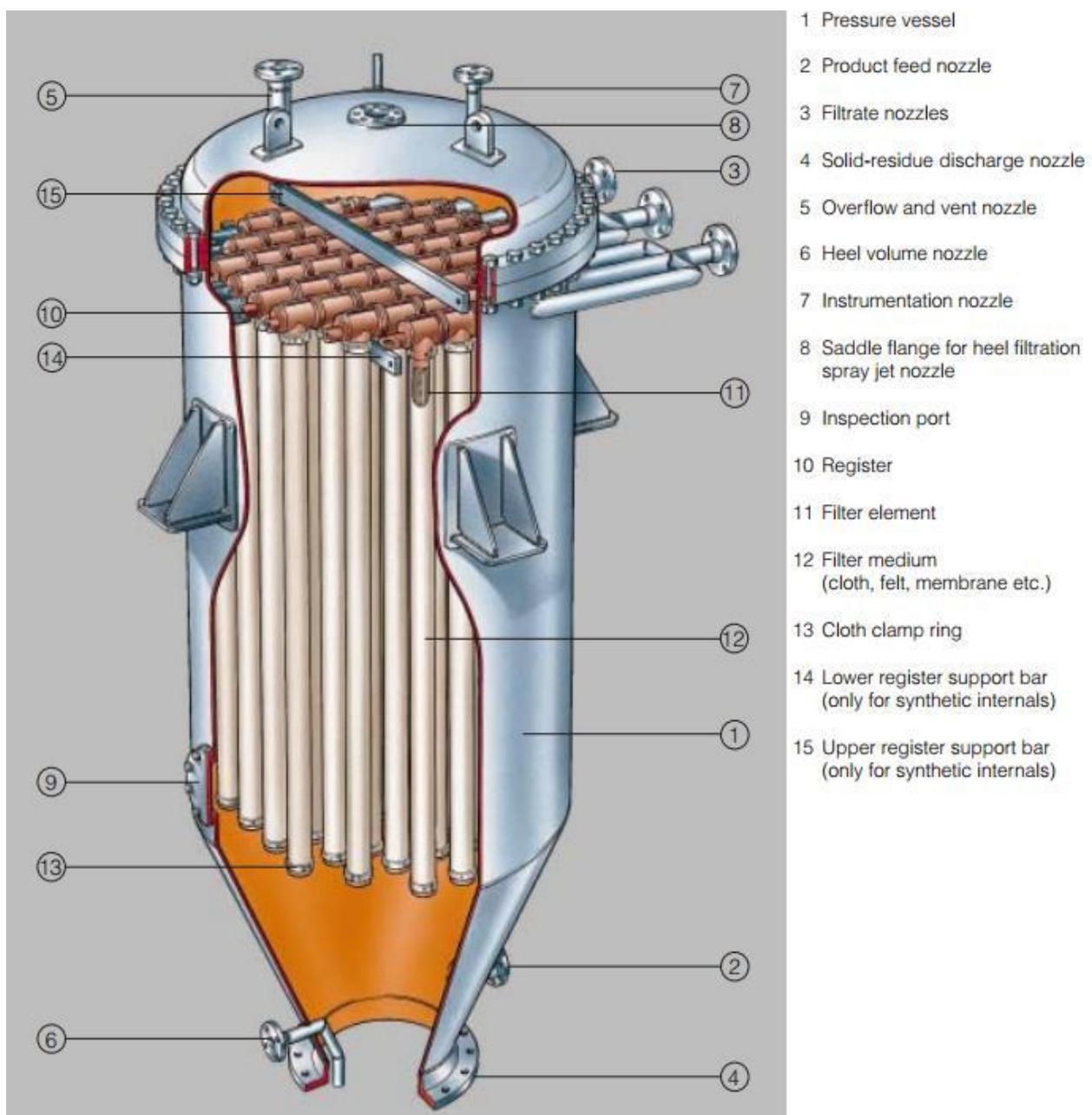


Figura 11.3.6. Estructura del filtro FUNDABAC®.

Durante la filtración el líquido se presiona desde el exterior a través del medio del filtro. Los sólidos se acumulan en su superficie y forman una torta uniforme. La torta se mantiene en los elementos de filtro debido a su perfil convexo-cónvaco y una presión diferencial que se mantiene continuamente. En la Figura.11.3.7. se muestra una representación del elemento filtrante del FUNDABAC®.

La solución filtrada fluye hacia abajo a través de los seis tubos de filtro concéntricos que están dispuestos en la parte exterior (2) y se eleva por el colector de filtrado (1) dispuesto en el centro. Este colector dispone de una pared sólida para el desplazamiento total del filtrado. La solución filtrada sale del filtro a través de los registros montados en la parte superior del equipo. Los tubos de filtro (2) y el tubo central (1) se conectan mediante una cámara colector (6).

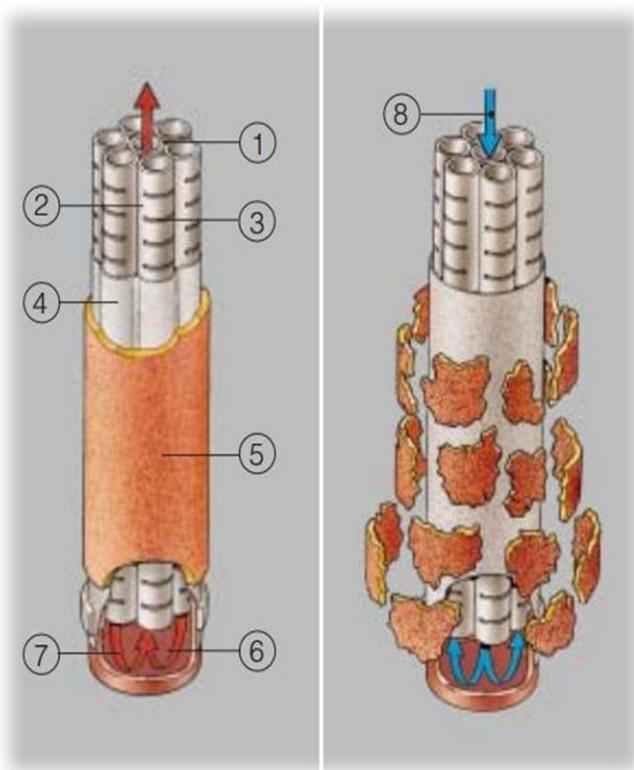


Figura 11.3.7. Elemento filtrante FUNDABAC®

El secado de la torta formada (5) se realiza forzando un flujo de gas (nitrógeno) a través del filtro en la dirección de la filtración hacia el interior del elemento de filtro (8). El tubo central garantiza la deshidratación de la torta y que el líquido restante sea desplazado por el gas sin ningún rastro de líquido residual. La descarga de la torta se realiza sometiendo cada elemento de filtro a un choque de presión mediante el flujo de gas en sentido inverso. A medida que el medio de filtro se expande, se generan grietas verticales en la torta. Cuando el medio alcanza su máxima deflexión, se detiene y se descarga la torta.

Antes de introducir el catalizador recuperado al interior del reactor se cree necesario realizar una mezcla con la solución acuosa rica en nitratos.

11.3.9. Dimensiones filtros F-201a y F-201b

Para escoger las dimensiones del equipo, se calcula el área necesaria de filtración A:

$$A = \frac{ACFS}{v_D} = \frac{8.44 \cdot 10^3 \text{ g/s}}{0.22 \text{ cm/s} \cdot 1.22 \text{ g/cm}^3} = 3.14 \cdot 10^4 \text{ cm}^2 = 3.14 \text{ m}^2$$

Para esta área de filtración se escoge el modelo RZ 4.5-14-12 que tiene un área de filtración de 4.5 m². En la Tabla.11.3.5. se especifican las características de este equipo.

Tabla.11.3.5. Especificaciones filtro F-201

Modelo RZ 4.5-14-12	
Área filtración [m ²]	4.5
Altura elemento filtrante [mm]	1250
Número de elementos filtrantes	14
Capacidad tanque	0.9
Altura [mm]	2517
Diámetro [mm]	750

11.4. Reactor oximación

11.4.1. Introducción

Dentro de la producción de Caprolactama se encuentra la zona de oximación donde se produce la oxima de la ciclohexanona, que es una importante intermediaria de este proceso. Para ello, se hace reaccionar por un lado una corriente acuosa de solución tampón de ácido fosfórico/amonio fosfato y la sal de hidroxilamina, y por otro lado una corriente orgánica con un solvente y la ciclohexanona. La entalpia de reacción es $\Delta H = -10$ kcal/mol (-42 kJ/mol).

A continuación se muestra el mecanismo de reacción:

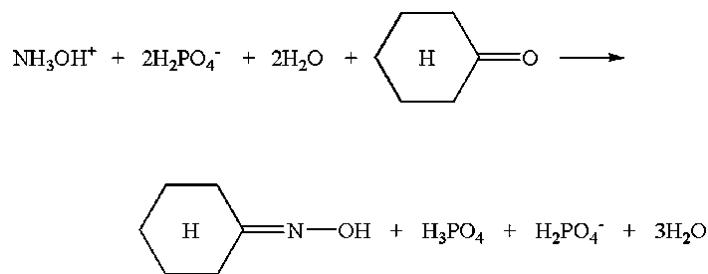


Figura 11.4.1. Reacción oximación.

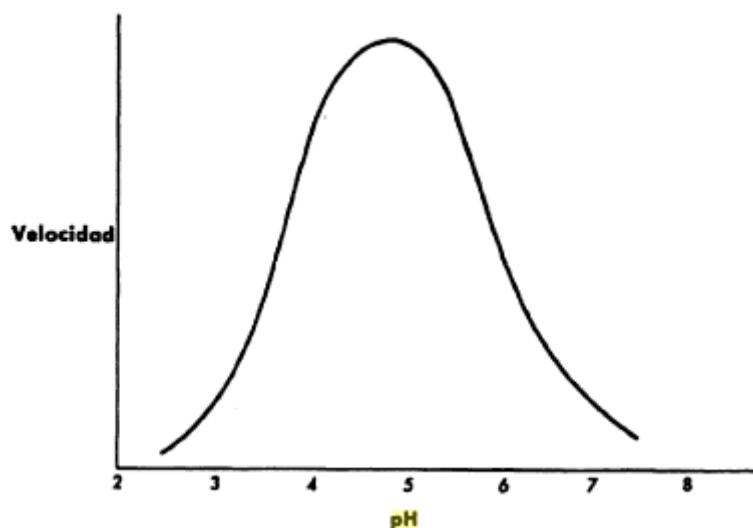
El solvente utilizado en este proceso es el tolueno ya que la ciclohexanona es miscible en éste. Es menos denso que el agua, inmiscible en ella y tiene un valor de solubilidad muy baja.

La forma en la que se hará la reacción es la descrita en la mayoría de los documentos bibliográficos, entre ellos el “Ullmann’s Enc. of Industrial Chemistry” y el informe medioambiental de la empresa DSM de Augusta. En ambos se especifica que se realizará en una serie de cinco sistemas de tanques-sedimentadores a contracorriente. Las patentes estudiadas proponen varias alternativas: columnas empacadas, de platos,... y series de tanque-sedimentador de 3 a 6 etapas. Se ha decantado por la opción tanque-sedimentador por ser el mismo que usa la empresa DSM de EEUU y teniendo en cuenta lo siguiente:

Tabla 11.4.1. Ventajas y desventajas del uso de tanques-sedimentadores.

Ventajas	Desventajas
Etapas independientes, se pueden quitar y poner	Pueden formarse emulsiones si la agitación es muy alta
Fácil arranque y apagado	Bombas entre etapas para 1-2 fases
No hay problemas con sólidos suspendidos	Mucho espacio
Buena agitación (importante en este caso)	Equipo de agitación independiente
Eficiencias altas	

La formación de la oxima es un proceso que ocurre en dos pasos, primero se produce la adición al carbonilo, que es seguida por la deshidratación. Al discutir la velocidad de formación de la oxima se debe comenzar por determinar cuál es el paso que determina la velocidad. Si el pH es mayor que 4 o 5, la adición aparentemente es rápida y la deshidratación lenta. Las reacciones iniciales consisten en adiciones nucleofílicas de hidroxilamina libre, mientras que las deshidrataciones son catalizadas por un ácido. En consecuencia, es de esperar que la velocidad de formación de la oxima aumente cuando se emplean ácidos fuertes. En realidad, la velocidad aumenta cuando se pasa de pH 7 a pH 5, pero luego vuelve a caer si se continúa disminuyendo el pH.

**Figura 11.4.2.** Velocidad reacción en función del pH.

A medida que disminuye el pH, la deshidratación es más y más acelerada, pero el primer paso, la adición, se vuelve más lento. La adición requiere hidroxilamina libre, y en el medio fuertemente ácido la hidroxilamina está en su mayor parte protonizada, de manera que la

concentración de la hidroxilamina libre resulta muy pequeña. Así, por debajo de pH 5, el paso que determina la velocidad es la adición. Como este paso disminuye su velocidad en ácido fuerte, la velocidad total de la reacción decae para valores bajos de pH.

Por ello, con el fin de conseguir un buen rendimiento, la reacción se hará primero en una serie de 5 tanques-sedimentadores a pH de 2 y con una conversión de la ciclohexanona del 98.5%. Para ello las corrientes se suministrarán a contracorriente y la temperatura será de 70°C. Con el fin de conseguir una conversión del 100% se ha optado por agregar un 6º equipo de tanque-sedimentador en el que se introducirá la salida orgánica que contiene el 1.5% de ciclohexanona y la corriente 211, que forma parte de la corriente de entrada acuosa principal, como se indica en la bibliografía. Esta reacción se llevará a cabo a pH de 4.5 mediante la adición de amoniaco.

En la primera etapa aunque transcurre a un pH muy bajo se conseguirá una buena conversión gracias a la disposición de los tanques y se evitará añadir cantidades excesivas de amoníaco, y en la segunda etapa, mediante una mínima adición de amoníaco se obtendrá un pH más favorable y se conseguirá obtener un 100 % de conversión.

La reacción entre la sal de hidroxilamina con la ciclohexanona se da en las dos fases y después la oxima se extrae con el tolueno. No se han encontrado datos experimentales acerca del tiempo de residencia de la reacción o de la extracción que ayuden a diseñar los equipos. La única referencia ha sido encontrada en un informe medioambiental que se le practicó a la empresa DSM de Augusta, Ga., en la que hay una lista de los equipos que generan contaminación. En este caso, la empresa cuenta con 5 reactores-sedimentadores: el volumen de los tanques es de 24441 gallons y el de los sedimentadores es de 13000 gallons. Por otro lado, en el libro “Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology” se ha encontrado que la producción de caprolactama en 1995 fue de 160000 toneladas anuales.

Con la ayuda de estos datos se ha estimado el volumen de los tanques y separadores:

$$V_{tanque} = 45000 \frac{tn}{año} \frac{24441 \text{ gallons}}{160000 \text{ toneladas/año}} = 6874.03 \text{ gallons} = 26.02 \text{ m}^3 \quad (\text{Ec. 11.4.1.})$$

$$V_{sedim} = 45000 \frac{tn}{año} \frac{13000 \text{ gallons}}{160000 \text{ toneladas/año}} = 3656.25 \text{ gallons} = 13.84 \text{ m}^3 \quad (\text{Ec. 11.4.2.})$$

Debido a la complejidad del sistema y a la falta de datos se ha optado por simular el sistema en el programa de simulación “Hysys”. De esta forma se estimarán las corrientes de salida, ya que la corriente orgánica queda contaminada con agua y la inorgánica con tolueno y carbonilos.

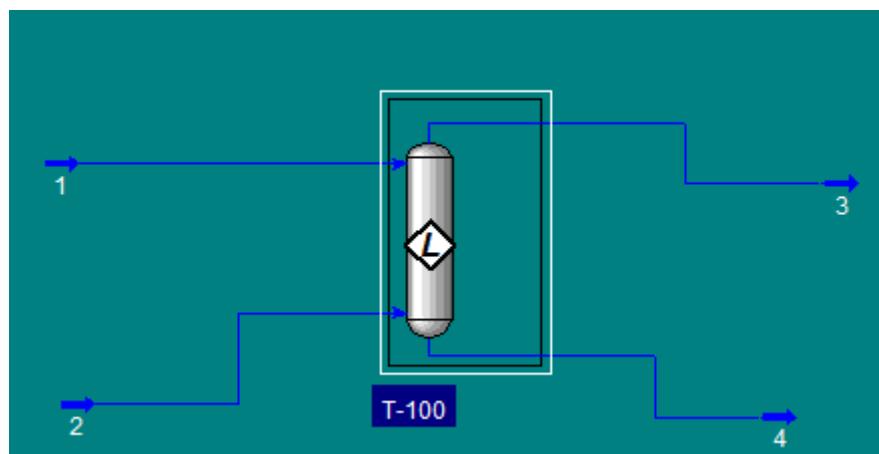


Figura 11.4.3. Imagen de la simulación en Hysys.

Por un lado, de la corriente acuosa 210 que llega de la producción de hidroxilamina se separa un 3%, corriente 211, que se desviará al reactor de pH 4.5, el R-207. La solución acuosa que salga del sedimentador SE-205 se llevará a tratar, ya que llevará hidróxido de amonio que se ha creado debido a la adición de amoníaco por la corriente 233, y si no se depurase acabaría acumulándose en el sistema. La corriente 214 entrará a la batería de 5 reactores de oximación por el reactor R-202. Por otro lado, existirá una corriente de ciclohexanona disuelta en tolueno, previamente premezclada en el TM-202 denominada corriente 228, que entrará en la batería de reactores a contracorriente, por el reactor R-207. Por tanto, sabiendo la cantidad de tolueno y solución acuosa de las corrientes de entrada y la cantidad de oxima que se requiere a la salida y se ha hecho la simulación en Hysys. De esta forma se conocerá la conversión de cada reactor puesto que la oxima que se forma es seguidamente extraída a la fase orgánica.

Tabla 11.4.2. Datos de la extracción en Hysys.

	Toluene (Light Liq) [kg/h]	CC6Oxime (Light Liq) [kg/h]	H2O (Light Liq) [kg/h]	Toluene (Hvy Liq) [kg/h]	CC6Oxime (Hvy Liq) [kg/h]	H2O (Hvy Liq) [kg/h]
1_TS-1	2,598e+004	6501	415,1	125,1	4524	1,305e+004
2_TS-1	2,611e+004	4426	224,0	52,89	2286	1,290e+004
3_TS-1	2,604e+004	2187	75,52	27,97	940,1	1,285e+004
4_TS-1	2,601e+004	841,3	18,29	20,36	341,2	1,283e+004
5_TS-1	2,600e+004	242,4	3,038	17,78	98,81	1,283e+004

Observando la cantidad de oxima que se extrae de la fase pesada a la fase ligera se han calculado las siguientes conversiones en moles, ya que se ha simulado que entran 6501.04 kg de ciclohexanona oxima:

$$X_{CH,1} = 0.037$$

$$X_{CH,2} = 0.127$$

$$X_{CH,3} = 0.331$$

$$X_{CH,4} = 0.671$$

$$X_{CH,5} = 0.985$$

$$X_{CH,6} = 1$$

Conociendo la conversión de la ciclohexanona y la distribución del agua y el tolueno en cada tanque se ha calculado el flujo mísico de cada componente. Solo se han mostrado los balances para el reactor R-202, ya que el procedimiento será el mismo para el resto. Para ello se ha realizado un balance de materia, teniendo en cuenta el caudal inorgánico de entrada, la conversión y la distribución de tolueno y agua indicada por el simulador. A continuación se mostrará como ejemplo el procedimiento del cálculo del balance de materia para el primer reactor:

Tabla 11.4.3. Resumen corrientes reactor R-202.

	Corriente 214		Corriente 215		Corriente 216	
	kg/h	kmol/h	kg/h	kmol/h	kg/h	kmol/h
TOTAL	30299.58	878.05	32683.6	354.44	62977.36	1250.8
NH₃OH·H₂PO₄	7625.95	58.2	-	-	5224.17	39.87
NH₄NO₃	1200.65	15	-	-	1200.65	15
H₃PO₄	1425.75	14.55	-	-	3221.91	32.88
NH₄H₂PO₄	6901.56	60	-	-	6901.56	60
H₂O	13145.67	730.3	224.2	12.44	13699.26	761.07
CHO	-	-	4396.50	38.85	6537	57.76
Tolueno	-	-	26110	283.37	26107.31	283.35
CH	-	-	1869.65	19.05	85.5	0.87

Dadas las dificultades para señalar en el simulador todas las características de la corriente acuosa, como las sales disueltas, pH, ... se ha decidido hacer la suposición de que la cantidad contaminada en la fase orgánica es la que indica el programa Hysys y que es agua, y por tanto las cantidades de sulfato de amonio, amonio nitrato, ácido fosfórico e hidroxilamina se mantendrán en la corriente acuosa. Igualmente se ha tenido en cuenta que la cantidad de carbonilos que se encuentran en la fase acuosa son los indicados por el programa, en forma de oxima.

Para calcular la cantidad de oxima producida en el reactor R-202 se ha de observar la diferencia de conversiones: en el reactor R-202 es del 0.985 % y en el reactor R-203 es del 0.671%, y por tanto, reaccionará el 0.314 % de la ciclohexanona:

$$57.90 \frac{kmol\ CH}{h} \cdot 0.314\% = 18.18 \frac{kmol\ CH}{h} \quad (\text{Ec. 11.4.3.})$$

Para los balances se tendrá en cuenta:

$$\text{Entrada} \pm \text{Generación} = \text{Salida} \quad (\text{Ec. 11.4.4.})$$

A continuación se muestran los balances en moles para todos los compuestos:

$$\text{Tolueno: } 283.37 \frac{kmol}{h} = 281.99 \frac{kmol}{h} + 1.36 \frac{kmol}{h} \quad (\text{Ec. 11.4.5.})$$

$$\text{Ciclohexanona: } 19.05 \frac{kmol}{h} - 18.18 \frac{kmol}{h} = 0.87 \frac{kmol}{h} \quad (\text{Ec. 11.4.6.})$$

$$\text{Oxima: } 38.85 \frac{kmol}{h} + 0.73 \frac{kmol}{h} + 18.18 \frac{kmol}{h} = 57.03 \frac{kmol}{h} + 0.73 \frac{kmol}{h} \quad (\text{Ec. 11.4.7.})$$

$$\text{Hidroxilamina: } 58.81 \frac{kmol}{h} - 18.18 \frac{kmol}{h} = 40.48 \frac{kmol}{h} \quad (\text{Ec. 11.4.8.})$$

$$\text{Ac. Fosfórico: } 13.19 \frac{kmol}{h} + 18.18 \frac{kmol}{h} = 31.52 \frac{kmol}{h} \quad (\text{Ec. 11.4.9.})$$

$$\text{Agua: } 734.09 \frac{kmol}{h} + 12.44 \frac{kmol}{h} + 18.18 \frac{kmol}{h} = 741.82 \frac{kmol}{h} + 23.04 \frac{kmol}{h} \quad (\text{Ec. 11.4.10.})$$

Por otro lado, la salida de la corriente orgánica 217 entrará en el tanque R-207 y reaccionará con la corriente 211 arriba mencionada, y a la vez se le añadirá amoníaco mediante la corriente 233.. Esta operación también se ha simulado en Hysys. Las corrientes de salida serán la 213, la corriente 210, y la corriente 236 irá a la torre para separar el tolueno y la oxima. Mediante la corriente 233 se añadirá amoníaco para basificar la solución acuosa.

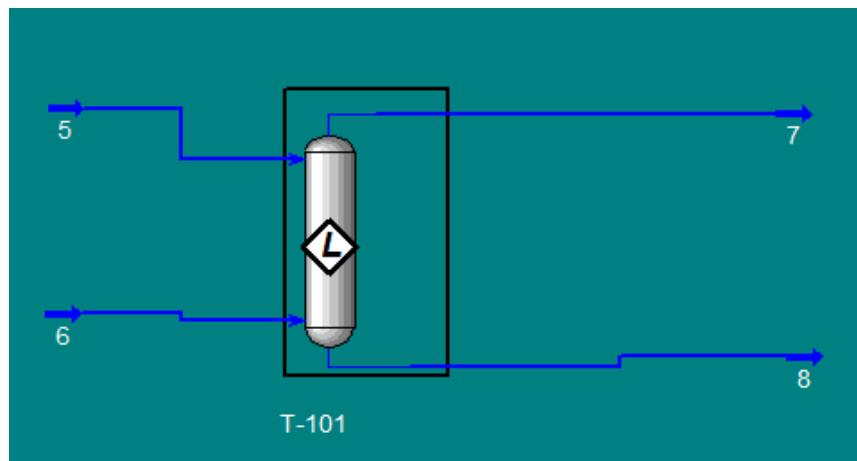


Figura 11.4.4. Imagen de la simulación en Hysys para R-207.

Los cálculos de balance de materia para este reactor llevan el mismo procedimiento explicado unas líneas más arriba, en el que reaccionarán 0.87 kmol/h de ciclohexanona. La diferencia de este reactor radica en la adición de amoníaco en forma gaseosa para basificar el contenido. La cantidad de amoníaco suministrada al tanque R-207 se ha calculado teniendo en cuenta que un cambio de pH=2 a pH=4.5 y el poder de amortiguación de la solución.

En este caso la solución es una solución amortiguadora de pH 2 de ácido fosfórico. Como se puede ver en la siguiente imagen, el ácido fosfórico a un pH de 2 se encuentra mayormente en forma de H_3PO_4

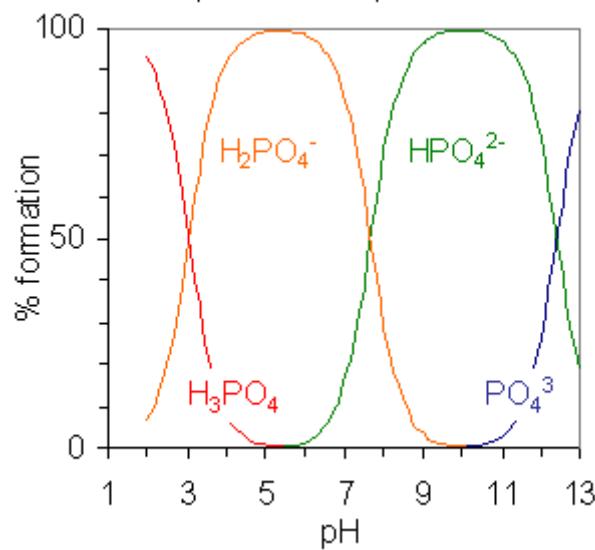


Figura 11.4.5. Sistema del ácido fosfórico.

Para aumentar su pH, en primer lugar habrá que romper su poder de amortiguación, y en segundo lugar, llevarlo a pH de 4.5, todo esto añadiendo amoníaco.

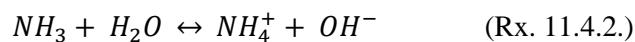
La disolución amortigua los cambios de pH cuando la zona está cercana a su pKa, en este caso de 2.15. En este problema, la disolución de ácido fosfórico amortiguará los cambios de pH cuando se añade NH₃ hasta que casi todo el H₃PO₄ haya pasado a la forma H₂PO₄⁻. Esto ocurre porque el amoníaco toma los protones del ácido fosfórico desplazando el equilibrio hacia la formación de H₂PO₄⁻. Cuando se agotan empieza a tomar los protones del agua, así basificando la solución. Por tanto,



Sin hacer pruebas no se puede especificar muy bien cómo será el sistema, por eso en este caso para facilitar los cálculos se supondrá que el equilibrio se desplazará completamente hacia la derecha, y sabiendo por el balance de materia la concentración de ácido fosfórico en la corriente acuosa de entrada:

$$[H_3PO_4] = [H_2PO_4^-] = [NH_3] = \frac{0.36 \text{ kmol/h de ácido}}{396.70 \text{ kg/h de agua}} = 0.89 \text{ mol/l} \quad (\text{Ec. 11.4.11.})$$

Ésta es la concentración de amoníaco que hay que añadir hasta romper el efecto del tampón. A partir de aquí, el amoníaco que se añada tomará los protones del agua y aumentará el pH. Conociendo el equilibrio del amoníaco, donde $k_b = 1.8 \cdot 10^{-5}$:



$$k_b = \frac{[NH_4^+][OH^-]}{[NH_3]} \quad (\text{Ec. 11.4.12.})$$

$$\text{en } pH = 2 \rightarrow [OH^-] = 10^{-12}$$

$$\text{en } pH = 4.5 \rightarrow [OH^-] = 10^{-9.5}$$

Por tanto, es necesario que la concentración de amoníaco que hay que añadir sea $[OH^-] = 3.15 \cdot 10^{-10} \text{ mol/l}$. Si se remplaza este valor en la Ec. 11.4.12. :

$$1.8 \cdot 10^{-5} = \frac{(3.15 \cdot 10^{-10})^2}{(c - 3.15 \cdot 10^{-10})} \Rightarrow c = 1.75 \cdot 10^{-5} \text{ mol/l} \quad (\text{Ec. 11.4.13.})$$

Y en total,

$$[NH_3] = 0.89 \text{ mol/l} + 1.75 \cdot 10^{-5} \frac{\text{mol}}{\text{l}} = 0.89 \text{ mol/l} \quad (\text{Ec. 11.4.14.})$$

Conociendo el flujo volumétrico:

$$\dot{M}_{NH_3} = 0.89 \frac{\text{mol}}{\text{l}} \cdot 396.70 \frac{\text{kg}}{\text{h}} \cdot \frac{1 \text{ m}^3}{975.58 \text{ kg}} \cdot \frac{1000 \text{ l}}{1 \text{ m}^3} \cdot \frac{17.03 \cdot 10^{-3} \text{ kg}}{1 \text{ mol}} = 6.16 \text{ kg/h} \quad (\text{Ec. 11.4.15.})$$

Además de su equilibrio se debe tener en cuenta la solubilidad del amoníaco. La solubilidad del amoníaco a 70°C es de 128.63 g/l. En este caso la concentración es de:

$$\dot{M}_{NH_3} = 0.89 \frac{\text{mol}}{\text{l}} \cdot \frac{17.03 \text{ gr}}{1 \text{ mol}} = 15.16 \text{ g/l} \quad (\text{Ec. 11.4.16.})$$

Como se puede apreciar, este valor no supera el máximo de solubilidad por lo que en un principio no hay problema para que se disuelva toda la cantidad. De todas formas, es necesario tener en cuenta que es posible que todo el amoníaco que se suministre sea disuelto, y en consecuencia parte de él quede en forma de gas aumentando la presión. Por tanto, es necesario colocar un venteo en el fondo superior del tanque. Debido a esto se ha decidido aumentar el caudal de amoníaco en un 15%.

$$\dot{M}_{NH_3} = 6.16 \text{ kg/h} \cdot 1.15 = 7.08 \text{ kg/h} \quad (\text{Ec. 11.4.17.})$$

Por tanto, esté será el caudal másico de la tercera corriente de entrada al reactor R-207, y habrá de tenerse en cuenta en el balance de materia también. Una vez ha entrado en el tanque, por medio de un mecanismo de burbujeo que se detallará en la sección del diseño, dónde se disociará y pasará a formar hidróxido de amonio, aumentando el pH de la disolución. El caudal de salida por la corriente 236b de hidróxido de amonio será:

$$\dot{M}_{NH_4OH} = 0.42 \frac{\text{kmol}}{\text{h}} \cdot \frac{35 \text{ kg}}{1 \text{ kmol}} = 14.56 \text{ kg/h} \quad (\text{Ec. 11.4.18.})$$

11.4.2. Diseño de los reactores R-202, R-203, R-204, R-205 y R-206

Los cinco reactores que operan a un pH de 2 tendrán la misma configuración y su diseño será el mismo. Esto es ventajoso ya que disminuirá costes en la compra de equipos y podrán ser sustituidos con mucha más facilidad y rapidez en caso de avería.

Los datos de viscosidad y densidad se resumen en la siguiente tabla, y con ellos se diseñarán los cinco equipos, porque la variación entre ellos será muy pequeña:

Tabla 11.4.4. Cálculo densidad.

	M (kg/h)	Composición	Densidad (kg/m ³)
Tolueno	26110	0.41	821.43
Sol. Acuosa	30523.58	0.48	1291.22
Carbonilo	6349.4	0.10	1021.68
Mezcla	62982.98	1.00	1069.29

Los 5 reactores tendrán un volumen de 26.02 m³ y el tiempo de residencia será el siguiente:

$$t_{resid.tanque} = \frac{V}{Q} = \frac{26.02 \text{ m}^3}{51.57 \text{ m}^3/\text{h}} = 0.50 \text{ h} = 30.27 \text{ min} \quad (\text{Ec. 11.4.19.})$$

- Dimensiones

El tanque estará compuesto por un cuerpo cilíndrico, dos tapas tóricas y un agitador, y su disposición será vertical. En la bibliografía se establece que la relación H/D del cilindro suele tener un valor de entre 1 y 3, por ello se ha elegido la siguiente relación:

$$H = 1.5 D_{cilindro} \quad (\text{Ec. 11.4.20.})$$

La expresión del volumen será la siguiente:

$$V_{total} = V_{cil.} + 2 V_{tapa} \quad (\text{Ec. 11.4.21.})$$

$$26.02 \text{ m}^3 = \pi \frac{D^2}{4} H_{cil.} + 2 (0.08089 D^3) \quad (\text{Ec. 11.4.22.})$$

Teniendo en cuenta la ecuación 11.4.22. se despeja la incógnita de la altura del tanque, y por tanto, obtenemos el diámetro, cuyo valor se expondrá en la tabla 11.4.5.

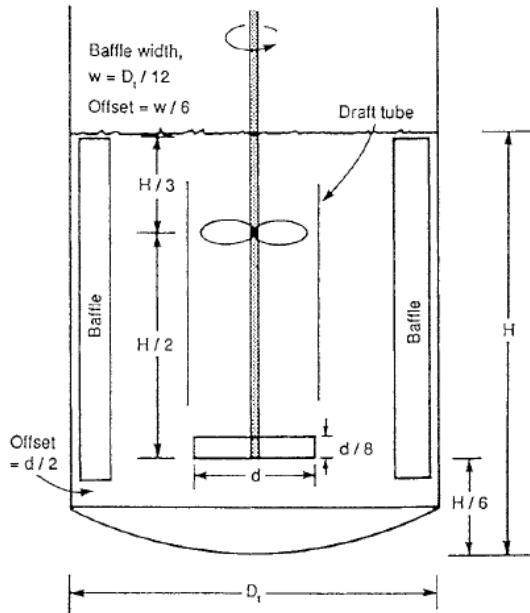


Figura 11.4.6. Proporciones de dimensionamiento de un tanque agitado.

Por otro lado, se ha decidido que el llenado del tanque sea de un valor de seguridad estándar, en este caso del 80 %.

Así, la altura que ocupará el líquido en el tanque será el resultado de despejar la ecuación 11.4.23, y la suma de la altura de la base tórica inferior:

$$26.02 \text{ m}^3 * 0.8\% = \pi \frac{D^2}{4} H_{liq'} + 0.08089 D^3 \quad (\text{Ec. 11.4.23.})$$

$$H_{liq} = H_{liq'} + 0.169D \quad (\text{Ec. 11.4.24.})$$

Una vez que se conoce la altura del líquido se puede conocer el resto de distancias referentes al agitador. Las diferentes bibliografías consultadas dan una proporción de los diámetros del tanque y el agitador de alrededor de 3:1, y por tanto es la que se utilizará.

En la siguiente tabla se han resumido las dimensiones del tanque:

Tabla. 11.4.5. Dimensiones de los tanques

Parámetro	Valor
D _i , diámetro interior (m)	2.69
H _{cil} , altura (m)	4.03
H _{liq} , altura líquido (m)	3.84
H, altura equipo (m)	4.94
W, anchura bafle (m)	0.22
O1, offset superior (m)	0.037
O2 offset inferior (m)	0.45
h, altura agitador (m)	0.64
d, diámetro agitador (m)	0.9
w, anchura del agitador (m)	0.113

▪ Diseño mecánico del reactor

El valor del máximo esfuerzo permisible (S) se elegirá de entre lo comentado en las notas introductorias y el de la eficiencia de la soldadura (E) serán los expresados en las notas de introducción.

La temperatura de diseño se calculará de la siguiente forma:

$$T_{diseño} = T_{operación} + 20^{\circ}C \quad (\text{Ec. 11.4.25.})$$

La presión, en cambio, se calculará de la siguiente:

$$P_{diseño} = P_{operación} \cdot 1.1 \quad (\text{Ec. 11.4.26.})$$

Los espesores se calcularán siguiendo las expresiones siguientes:

$$t = \frac{P R}{S E - 0.6 P} + C_1 + C_2 \quad (\text{Ec. 11.4.27.})$$

Para tapas tóriesféricas:

$$t = \frac{P L M}{2 S E - 0.2 P} + C_1 + C_2 \quad (\text{Ec. 11.4.28.})$$

Seguidamente se elige un valor del factor de soldadura (S) de 0.85 debido a que se considera que el radiografiado es doble y parcial. El sobreespesor de corrosión del equipo será de C₁=2

mm, ya que debía presentar un valor entre 1 y 6 mm. Y la tolerancia de fabricación elegida ha sido de un 10% el espesor total.

Como material de diseño se ha escogido el acero inoxidable AISI 316L, debido a que se trabaja en ambiente ácido y con compuestos orgánicos contaminantes. El valor de (E) se tomará de la siguiente tabla, será de 1850.48 atm.

Material	Tensile strength (N/mm ²)	Design stress at temperature °C (N/mm ²)									
		0 to 50	100	150	200	250	300	350	400	450	500
Carbon steel (semi-killed or silicon killed)	360	135	125	115	105	95	85	80	70		
Carbon-manganese steel (semi-killed or silicon killed)	460	180	170	150	140	130	115	105	100		
Carbon-molybdenum steel, 0.5 per cent Mo	450	180	170	145	140	130	120	110	110		
Low alloy steel (Ni, Cr, Mo, V)	550	240	240	240	240	235	230	220	190	170	
Stainless steel 18Cr/8Ni unstabilised (304)	510	165	145	130	115	110	105	100	100	95	90
Stainless steel 18Cr/8Ni Ti stabilised (321)	540	165	150	140	135	130	130	125	120	120	115
Stainless steel 18Cr/8Ni Mo 2½ per cent (316)	520	175	150	135	120	115	110	105	105	100	95

Figura 11.4.7. Valores de E para diferentes materiales.

A continuación se resumen los datos utilizados y los resultados:

Tabla. 11.4.5. Parámetros espesores

Parámetro	Valor
T _{diseño} , Temperatura de diseño (°C)	90
S (atm)	1850.48
P, presión de diseño (atm)	0.15
R, radio recipiente (mm)	1345
t _{cil} , espesor del cilindro (mm)	0.94
t ₁ , espesor del cilindro (con C ₁ y C ₂) (mm)	3.24
L = 10 R, M = 1.54	2690
t _{fondo} , espesor del fondo (mm)	7.24
t ₂ , espesor fondo (con C ₁ y C ₂) (mm)	10.17

- Peso del tanque

Para el cálculo del peso del tanque se tendrá en cuenta que el equipo está compuesto por un cuerpo cilíndrico, dos fondos toriesféricos y un agitador. Se ha decidido que el espesor para todo el equipo sea el máximo, es decir, el calculado para el fondo toriesférico.

Para ello se tomarán las siguientes ecuaciones:

$$M_{cil.} = \pi H_{cil.} \left(\left(\frac{D_o}{2} \right)^2 - \left(\frac{D_i}{2} \right)^2 \right) \rho_{material} \quad (\text{Ec. 11.4.29.})$$

$$M_{fondo} = \left((0.08089 D_o^3) - (0.08089 D_i^3) \right) \rho_{material} \quad (\text{Ec. 11.4.30.})$$

$$M_{op.} = M_{equip.} + (V_{liq.} \rho_{material}) \quad (\text{Ec. 11.4.31.})$$

. En la siguiente tabla se resumen los valores:

Tabla. 11.4.6. Parámetros peso

Parámetro	Valor
D_o , diámetro externo (m)	2.70
$\rho_{material}$, densidad material (kg/m^3)	7960
$V_{liq.}$, capacidad líquido (m^3)	20.82
$\rho_{líquido}$, densidad líquido (kg/m^3)	1069.29
$M_{cil.}$, Peso cuerpo (kg)	2721.02
$M_{cil.}$, Peso fondo (kg)	281.63
$M_{op.}$, Peso operación (kg)	21907.35

- Diseño de la agitación

A la hora de diseñar la agitación se ha de tener en cuenta que se produce simultáneamente una reacción y una extracción. Por ello, la agitación debe ser la suficiente para favorecer el contacto entre las dos fases pero no excesiva para mezclar las fases y formar emulsiones difíciles de separar.

En este caso se trata de un sistema de viscosidad baja según la clasificación de la bibliografía (Coulson and Richardson's Chemical Engineering) ya que ambos líquidos tienen viscosidades por debajo de 10 Nm.s/m^2 . También se especifica que la velocidad de agitación suele estar entre 10 y 25 Hz, y por ello se ha elegido una velocidad de 15 Hz.

Para conocer la velocidad y potencia de la agitación es necesario calcular el número de Reynolds para tanques agitados con la siguiente expresión:

$$N^{\circ} Reynolds = \frac{N \cdot \rho_L \cdot d^2}{\mu_L} \quad (\text{Ec. 11.4.32.})$$

Se ha elegido que el agitador sea de tipo marinero con tres aspas, ya que son los más frecuentemente usados y adecuados para sistemas de viscosidades bajas, como el que se muestra a continuación:

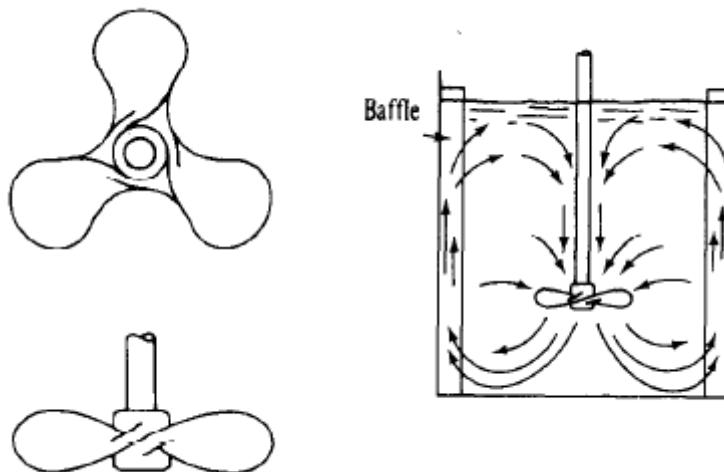


Figura 11.4.8. Esquema de agitador tipo marinero de tres aspas y su agitación.

Una vez obtenido el número de Reynolds se ha utilizado la gráfica siguiente de “Perry’s Chemical Engineers Handbook” para hallar el número de potencia. La curva correspondiente a este agitador es la curva (a), y por tanto, el valor de número de potencia será de 0.35. A continuación se muestra la gráfica utilizada:

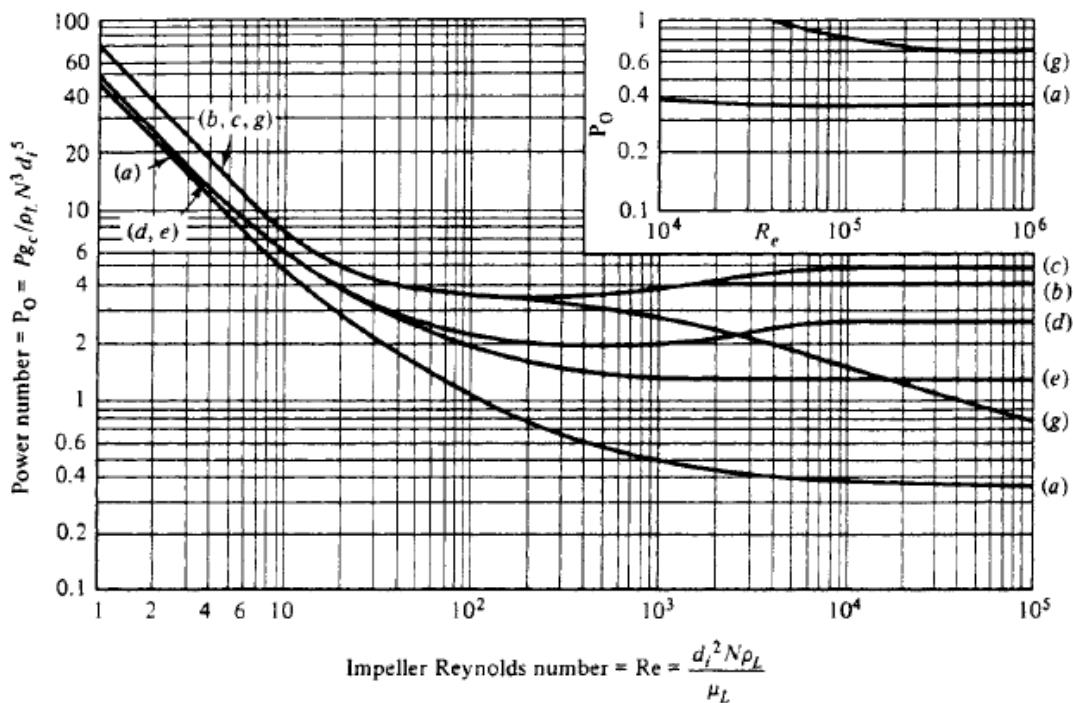


Figura 11.4.9. N° de potencia en base al N° de Reynolds y tipo de agitador.

La expresión para calcular la potencia es la siguiente:

$$P = N_P \cdot \rho_L \cdot N^3 \cdot D^5 \quad (\text{Ec. 11.4.33.})$$

En la siguiente tabla se han resumido los diferentes parámetros que definen la agitación:

Tabla 11.4.7. Parámetros de la agitación

Parámetro	Valor
$\rho_{\text{líq.}}$, Densidad fluido (kg/m^3)	916.41
$\mu_{\text{líq.}}$, Viscosidad fluido (kg/ms)	0.00074
d, Diámetro agitador (m)	0.9
N, Velocidad agitación (Hz)	15
N_{Re} , Número de Reynolds	14686394.59
N_P , Número de potencia	0.35
P, potencia agitación (kW)	623.91

También contará con 4 bafles dispuestos radialmente a lo largo de la pared del cilindro, cuyas dimensiones se muestran en la tabla 11.4.4. Los bafles permiten una mejor mezcla dentro del

tanque y evita la formación de vórtices debido a que el tanque no es de llenado completo y pueden crearse vórtices al contacto con el gas.

- Balance de Energía

La reacción de oximación de la ciclohexanona es una reacción exotérmica, es decir, produce calor durante la reacción. Por tanto, es necesario hacer un balance de energía para conocer cómo puede repercutir su exotermicidad en la operación.

Para ello, se ha de tener en cuenta que el calor de reacción es $\Delta H = -10 \frac{kcal}{mol}$, y conociendo la conversión en cada reactor se puede calcular el calor producido en cada reactor:

Tabla 11.4.8. Calor producido en cada reactor.

	Conv. CH	kmol/h CH	kcal/h
Reactor R-206	0.037	2.14	21696.81
Reactor R-205	0.127	7.35	52776.02
Reactor R-204	0.331	19.16	119625.65
Reactor R-203	0.671	38.85	199376.08
Reactor R-202	0.985	57.03	181025.44
A la salida	1	0.87	570314.92

Como se puede observar, el calor es mayor en los reactores R-203 y R-202 porque reacciona mayor cantidad de moles de ciclohexanona. Por tanto, en cada reactor existirán dos entradas de calor, por un lado el calor de las corrientes de entrada, y por otro lado el calor surgido en la reacción. Para conocer el impacto de este calor en las corrientes de entrada, se ha calculado cuál sería la temperatura de las corrientes de salida. En la siguiente tabla se podrá ver el calor de la corriente de entrada y la temperatura de salida. Las expresiones que se han tenido en cuenta para calcularlo son las siguientes:

$$\dot{m}_{\text{entrada}} \cdot C_P \cdot T_{\text{entrada}} + Q_{\text{reacción}} = \dot{m}_{\text{salida}} \cdot C_P \cdot T_{\text{salida}} \quad (\text{Ec. 11.4.24.})$$

Conociendo el poder calorífico de cada componente, su temperatura de entrada ($T_{\text{entrada}} = 70^\circ\text{C}$) y su flujo másico por un lado, y tomando los valores del calor de reacción de la tabla 11.4.8. por otro lado, se puede obtener la T_{salida} . Los valores obtenidos se presentan en la siguiente tabla:

Tabla 11.4.9. Resumen del cálculo para la temperatura de salida.

Reactor R-206	F _{entrada} (kg/h)	F _{entrada} (kcal/h)	F _{salida} (kg/h)	F _{salida} (kcal/h°C)	T _{salida} (°C)
Agua	13729.19	961043.30	13767.71	13767.71	
Hidroxilamina	378.68	10072.89	98.27	37.34	
Ac. Fosfórico	6845.58	169357.46	7055.28	2493.51	
Fostato amónico	6901.56	188412.59	6901.56	2691.61	
Nitrato amónico	1200.65	146410.92	1200.65	2091.58	
Tolueno	26013.08	691947.93	26013.08	9884.97	
Ciclohexanona	5682.56	234689.73	5472.53	3228.79	
Oxima	166.50	4895.10	408.66	171.64	
Total	60917.80	2406829.91	60917.74	34367.15	70.66
Reactor R-205	F _{entrada} (kg/h)	F _{entrada} (kcal/h)	F _{salida} (kg/h)	F _{salida} (kcal/h°C)	T _{salida} (°C)
Agua	13652.26	955658.20	13747.48	13747.48	
Hidroxilamina	1071.52	28502.43	378.68	143.90	
Ac. Fosfórico	6327.22	156533.40	6845.58	2419.39	
Fostato amónico	6901.56	188412.59	6901.56	2691.61	
Nitrato amónico	1200.65	146410.92	1200.65	2091.58	
Tolueno	26023.04	692212.86	26023.08	9888.77	
Ciclohexanona	5472.53	226015.49	4961.20	2927.11	
Oxima	408.66	12014.60	998.46	419.35	
Total	61057.44	2405760.50	61056.69	34329.20	71.60
Reactor R-204	F _{entrada} (kg/h)	F _{entrada} (kcal/h)	F _{salida} (kg/h)	F _{salida} (kcal/h°C)	T _{salida} (°C)
Agua	13510.73	945751.10	13724.77	13724.77	
Hidroxilamina	2629.77	69951.88	1071.52	407.18	
Ac. Fosfórico	5162.11	127708.95	6327.22	2236.19	
Fostato amónico	6901.56	188412.59	6901.56	2691.61	
Nitrato amónico	1200.65	146410.92	1200.65	2091.58	
Tolueno	26062.91	693273.41	26063.04	9903.96	
Ciclohexanona	4961.20	204897.56	3802.11	2243.24	
Oxima	998.46	29354.72	2334.88	980.65	
Total	61427.39	2405761.13	61425.75	34279.18	73.63
Reactor R-203	F _{entrada} (kg/h)	F _{entrada} (kcal/h)	F _{salida} (kg/h)	F _{salida} (kcal/h°C)	T _{salida} (°C)
Agua	13360.09	935206.30	13716.64	13716.64	
Hidroxilamina	5224.17	138962.92	2629.77	999.31	
Ac. Fosfórico	3221.91	79709.02	5162.11	1824.41	
Fostato amónico	6901.56	188412.59	6901.56	2691.61	
Nitrato amónico	1200.56	146399.95	1200.65	2091.58	
Tolueno	26165.10	695991.66	26162.62	9941.80	
Ciclohexanona	3802.11	157027.14	1869.65	1103.09	
Oxima	2335.24	68656.06	4563.00	1916.46	
Total	62210.74	2410365.64	62206.00	34284.91	76.05

Tabla 11.4.9. (Continuación)

Reactor R-202	F _{entrada} (kg/h)	F _{entrada} (kcal/h)	F _{salida} (kg/h)	F _{salida} (kcal/h°C)	T _{salida} (°C)
Agua	13369.87	935890.90	13699.26	13699.26	
Hidroxilamina	7625.95	202850.27	5224.17	1985.18	
Ac. Fosfórico	1425.75	35272.60	3221.91	1138.70	
Fostato amónico	6901.56	188412.59	6901.56	2691.61	
Nitrato amónico	1200.65	146410.92	1200.56	2091.43	
Tolueno	26110.00	694526.00	26107.31	9920.78	
Ciclohexanona	1869.65	77216.55	85.50	50.45	
Oxima	4396.50	129257.10	6537.00	2745.54	
Total	62899.93	2409836.92	62977.27	34322.94	75.51

Como se puede observar, la temperatura varía muy poco, sobre todo en los reactores R-204, R-205 y R-206. Hay varios factores a tener en cuenta para esta parte del diseño de los reactores. Por un lado, el equipamiento de unos intercambiadores de media caña, por ejemplo, solo sería viable en los reactores en los que sube más la temperatura, que son R-202 y R-203, aunque aun así no es muy viable porque el cambio de temperatura en el flujo es pequeño y el calor que se extraería no serviría para aprovechar en ninguna otra parte de la planta. Además, esto implicaría realizar un diseño diferente en estos reactores, por lo que se vería incrementado el tiempo de diseño, el coste de los equipos, y el hecho de que no valdría tener un equipo en reserva por posibles averías, puesto que haría falta tener dos.

Por otro lado, los equipos siempre tienen pérdidas y parte del calor se perdería, por lo que la temperatura de salida real no sería ésa, aunque haya buena agitación. Asimismo, las corrientes de salida de los tanques van a parar a un tanque sedimentador en los que permanecen durante varios minutos. Así que hay que tener en cuenta que los fluidos se enfriarán en el trayecto entre un reactor agitado y otro en cierta medida, y podría suponer que el fluido entre en el siguiente reactor a una temperatura bastante menor a la de operación.

Por todas estas razones, se ha decidido no equipar los reactores con intercambiadores de calor y tener en cuenta que la temperatura de operación de cada reactor puede variar y aumentar un poco, posibilidad que no es desaconsejable ya que el rango en el que pueden operar los reactores según las patentes está entre 40 °C y 120°C.

- Aislante térmico reactor

Mediante el programa informático Insulan que proporciona la empresa Calorcol se calcula el espesor del aislamiento teniendo en cuenta que el material que se utiliza para aislar es lana mineral de roca de 80 kg/m³.

La temperatura deseada de aislamiento será de 45°C, la temperatura ambiente 25°C, la velocidad superficial del aire 1 m/s y la temperatura de trabajo del equipo se escoge la de diseño. El programa también requiere el material de construcción del equipo, se escoge acero inoxidable, tanto para la superficie exterior como para la superficie desnuda.

A continuación se muestran los valores proporcionados por el programa Insulan correspondientes a las características del aislamiento, el aislamiento nos proporciona dos ventajas a la planta, la primera es de carácter operacional ya que reduce el gasto energético y mantiene el equipo en condiciones óptimas, la segunda y no menos importante es evitar posibles daños físicos como quemaduras a trabajadores de planta.

Tabla 11.4.10. Espesor del aislamiento.

Parámetro	Valor
Temperatura de la superficie aislada (°C)	45
Espesor del aislamiento (pulg)	0.5
Eficacia del aislante (%)	81

11.4.3. Diseño del reactor R-207

El reactor R-207 tendrá un menor tamaño que los anteriores ya que contiene solo el 3% de la solución acuosa. Habrá una tercera entrada para el amoníaco gaseoso por la corriente 233. La densidad y viscosidad dentro del tanque serán las siguientes:

Tabla 11.4.11. Calculo densidad y viscosidad.

	M (kg/h)	Composición	Densidad (kg/m ³)
Tolueno	25982.56	0.77	821.43
Sol. Acuosa	1325.62	0.04	1291.22
Carbonilo	6539.25	0.19	1021.68
Mezcla	33847.43	1	878.51

- Dimensiones del reactor

Para calcular el volumen de este reactor se hará la suposición de que el tiempo de residencia es el mismo que en los anteriores, es decir, que la velocidad del proceso es el mismo, por tanto:

$$30.27 \text{ min} = \frac{V}{38.82 \text{ m}^3/\text{h}} \rightarrow V = 19.41 \text{ m}^3$$

En el cálculo de las dimensiones del reactor se ha procedido la misma forma que en los reactores de mayor volumen, por tanto, se omitirán las ecuaciones y las imágenes y directamente se expondrá la tabla con los resultados:

Tabla 11.4.12. Dimensiones del tanque

Parámetro	Valor
D _i , diámetro interior (m)	2.44
H _{cil} , altura (m)	3.66
H _{liq} , altura líquido (m)	3.48
H, altura equipo (m)	4.48
W, anchura bafle (m)	0.20
O ₁ , offset superior (m)	0.034
O ₂ offset inferior (m)	0.41
h, altura agitador (m)	0.58
d, diámetro agitador (m)	0.81
w, anchura del agitador (m)	0.10

■ Diseño mecánico del reactor

El diseño se hará de la misma forma que en los reactores que trabajan a pH más ácido. Para ellos se tendrán en cuenta las expresiones de cálculo del espesor para cuerpos cilíndricos y fondos toriesféricos.

Los espesores se calcularán siguiendo las expresiones siguientes:

$$t = \frac{P R}{S E - 0.6 P} + C_1 + C_2 \quad (\text{Ec.11.4.25.})$$

$$t = \frac{P L M}{2 S E - 0.2 P} + C_1 + C_2 \quad (\text{Ec.11.4.26.})$$

La presión y la temperatura de diseño por otro lado serán:

$$T_{\text{diseño}} = T_{\text{operación}} + 20^{\circ}\text{C} \quad (\text{Ec.11.4.27.})$$

$$P_{\text{diseño}} = P_{\text{operación}} \cdot 1.1 \quad (\text{Ec.11.4.28.})$$

A continuación se resumen los datos utilizados y los resultados:

Tabla 11.4.13. Parámetros espesores

Parámetro	Valor
$T_{\text{diseño}}$, Temperatura de diseño (°C)	90
S (kPa)	1850.48
P , presión de diseño (kPa))	1.1
R , radio recipiente (mm)	1220
t_{cil} , espesor del cilindro (mm)	1.62
t_1 , espesor del cilindro (con C_1 y C_2) (mm)	3.98
$L = 10 R$, $M = 1.54$	2460
t_{fondo} , espesor del fondo (mm)	12.48
t_2 , espesor fondo (con C_1 y C_2) (mm)	15.93

▪ Peso del tanque

Para el cálculo del peso del tanque se tendrá en cuenta que el equipo está compuesto por un cuerpo cilíndrico, dos fondos toriesféricos y un agitador.

Para ello se tomarán las ecuaciones 11.4.14., 11.4.15. y 11.4.16. :

Tabla 11.4.14. Parámetros peso

Parámetro	Valor
D_o , diámetro externo (m)	2.46
ρ_{material} , densidad material (kg/m ³)	7960
$V_{\text{liq.}}$, capacidad líquido (m ³)	15.53
$\rho_{\text{líquido}}$, densidad líquido (kg/m ³)	878.51
$M_{\text{cil.}}$, Peso cuerpo (kg)	2242.38
$M_{\text{cil.}}$, Peso fondo (kg)	231.90
$M_{\text{op.}}$, Peso operación (kg)	16128.45

▪ Diseño de la agitación

Para diseñar la agitación del equipo habrá que tener en cuenta que al tanque entra una corriente de amoníaco gaseoso. Para ello, se diseñará el agitador de la misma forma que en los reactores

de mayor volumen, pero con un cambio importante: se le agregará un disco burbujeador en forma de anillo, como se indica en la bibliografía (Treybal):

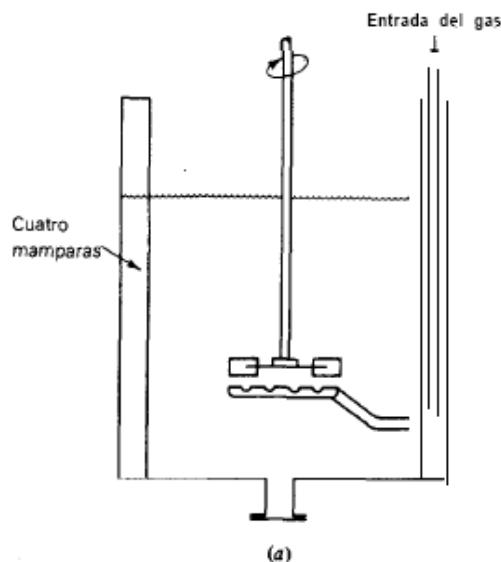


Figura 11.4.10. Esquema de un tanque con agitación mecánica y contacto gas-líquido.

La entrada del gas se hará por debajo del impulsor mediante un anillo del mismo diámetro o ligeramente inferior con orificios de 3 a 6.5 mm.

Las características de la agitación se han calculado de la misma forma que en los otros tanques de la oximación, a partir de la Figura 11.4.9. En la siguiente tabla se han resumido los diferentes parámetros que definen la agitación:

Tabla 11.4.15. Parámetros de la agitación

Parámetro	Valor
$\rho_{\text{líq.}}$, Densidad fluido (kg/m^3)	871.99
$\mu_{\text{líq.}}$, Viscosidad fluido (kg/ms)	0.00086
d, Diámetro agitador (m)	0.81
N, Velocidad agitación (Hz)	15
N_{Re} , Número de Reynolds	9890478.63
N_p , Número de potencia	0.35
P, potencia agitación (kW)	355.98
D_{anillo} , diámetro anillo, m	0.80
D_{orificio} , diámetro orificio (mm)	4

■ Venteo

Como ya se ha comentado, en el tanque existirá una salida para gases. Como es posible que no todo el amoníaco que entra mediante burbujeo se disuelva se introducirá un 15% más de caudal a través de la corriente 233. El gas restante saldrá a través del venteo.

Se ha instalado un controlador para el flujo de amoníaco que ayudará a regular el pH de la reacción.

■ Balance de Energía

El balance de energía en este tanque se hace de la misma manera que en los otros tanques. La diferencia es que la corriente de entrada acuosa es menor, entra amoníaco en forma gaseosa y la conversión es pequeña.

El calor de reacción es también $\Delta H = -10 \frac{kcal}{mol}$,

Tabla 11.4.16. Calor producido en el reactor.

	Conv. CH	kmol/h CH	kcal/h
Reactor R-207	5682.56	57.90	8685.00

En el reactor existirán dos entradas de calor, por un lado el calor de las corrientes de entrada, y por otro lado el calor surgido en la reacción. Para conocer el impacto de este calor en las corrientes de entrada, se ha calculado cuál sería la temperatura de las corrientes de salida. En la siguiente tabla se podrá ver el calor de la corriente de entrada y la temperatura de salida. Las expresiones que se han tenido en cuenta para calcularlo son las siguientes:

$$\dot{m}_{\text{entrada}} \cdot C_p \cdot T_{\text{entrada}} + Q_{\text{reacción}} = \dot{m}_{\text{salida}} \cdot C_p \cdot T_{\text{salida}} \quad (\text{Ec.11.4.29.})$$

Conociendo el poder calorífico de cada componente, su temperatura de entrada ($T_{\text{op}} = 70^{\circ}\text{C}$) y su flujo másico por un lado, y el tomando el valor del calor de reacción de la tabla 11.4.15. por otro lado, se puede obtener la T_{salida} . Los valores obtenidos se presentan en la siguiente tabla:

Tabla 11.4.17. Resumen del cálculo para la temperatura de salida.

Reactor R-207	F _{entrada} (kg/h)	F _{entrada} (kcal/h)	F _{salida} (kg/h)	F _{salida} (kcal/h °C)	T _{salida} (°C)
Agua	811.42	56799.40	833.00	833.00	
Hidroxilamina	235.85	6273.61	79.89	30.36	
Ac. Fosfórico	35.28	872.82	151.92	53.69	
Fostato amónico	207.05	5652.47	207.05	80.75	
Nitrato amónico	36.02	4392.39	36.02	62.75	
Tolueno	25982.21	691126.79	25982.21	9873.24	
Ciclohexanona	85.50	3531.15	0.00	0.00	
Oxima	6453.75	189740.25	6634.25	2786.39	
Amoníaco	7.08	257.71	0.00	0.00	
Hidroxido de amonio	0.00	0.00	12.60	3.02	
Total	33854.16	958646.58	33936.94	13723.20	70.49

El caso de este reactor como los anteriores, el aumento de temperatura es muy bajo para que sea considerado. Por lo cual, el aprovechamiento de energía en esta reacción no es viable.

▪ Aislante térmico del reactor

Mediante el programa informático Insulan que proporciona la empresa Calorcol se calcula el espesor del aislamiento teniendo en cuenta que el material que se utiliza para aislar es lana mineral de roca de 80 kg/m³.

La temperatura deseada de aislamiento será de 45°C, la temperatura ambiente 25°C, la velocidad superficial del aire 1 m/s y la temperatura de trabajo del equipo se escoge la de diseño. El programa también requiere el material de construcción del equipo, se escoge acero inoxidable, tanto para la superficie exterior como para la superficie desnuda.

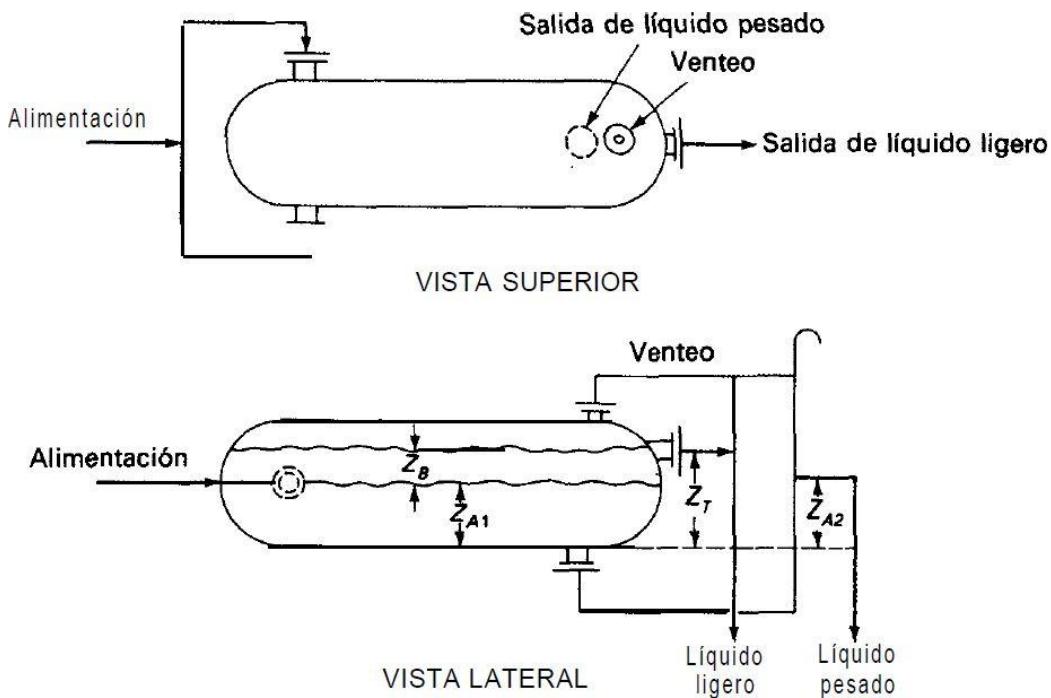
A continuación se muestran los valores proporcionados por el programa Insulan correspondientes a las características del aislamiento, el aislamiento nos proporciona dos ventajas a la planta, la primera es de carácter operacional ya que reduce el gasto energético y mantiene el equipo en condiciones óptimas, la segunda y no menos importante es evitar posibles daños físicos como quemaduras a trabajadores de planta.

Tabla 11.4.18. Espesor del aislamiento.

Parámetro	Valor
Temperatura de la superficie aislada (°C)	45
Espesor del aislamiento (pulg)	0.5
Eficacia del aislante (%)	81

11.5. Separadores líquido-líquido

Un decantador gravitatorio como el que se representa en la Figura 11.5.1, se utiliza para la separación continua de dos líquidos no miscibles de densidades diferentes. La mezcla de alimentación entra por los extremos del separador; los dos líquidos fluyen lentamente a través del tanque, se separan en dos capas, y se descargan por los rebosaderos situados al otro extremo del separador.

**Figura 11.5.1:** Decantador continuo de gravedad para líquidos no miscibles.

Con tal de que los rebosaderos sean lo suficientemente grandes, para que la resistencia de fricción al flujo de líquidos pueda despreciarse, y la descarga se haga a la misma presión que

existe en el espacio gaseoso situado sobre el líquido del tanque, el funcionamiento del decantador puede estudiarse según los principios de la estática de fluidos.

Si definimos Z_{A1} como la altura de la capa de líquido pesado, cuya densidad es ρ_A , y Z_B la del líquido ligero, con densidad ρ_B , determinamos la altura total del líquido en el tanque como Z_T , que queda fijada por la posición del rebosadero para el líquido ligero. La descarga del líquido pesado se hace a través de un rebosadero conectado al fondo del tanque cuya altura sobre la base del mismo es Z_{A2} . Las conducciones de rebose y la parte superior del tanque están en comunicación con la atmósfera.

Puesto que la resistencia de fricción al flujo es despreciable en las conducciones de descarga, la columna de líquido pesado, en el tubo por el que rebosa dicho líquido, tiene que equilibrar a la altura, ligeramente superior, de los dos líquidos del tanque. Mediante un balance hidrostático se llega a la ecuación:

$$Z_B\rho_B + Z_{A1}\rho_A = Z_{A2}\rho_A \quad (\text{Ec.11.5.1})$$

Despejando Z_{A1} en la ecuación 11.5.1 se obtiene la siguiente ecuación;

$$Z_{A1} = Z_{A2} - Z_B \frac{\rho_B}{\rho_A} = Z_{A2} - (Z_T - Z_{A1}) \frac{\rho_B}{\rho_A} \quad (\text{Ec. 11.5.2})$$

siendo $Z_T = Z_B + Z_{A1}$ la altura total del líquido en el tanque. De donde

$$Z_{A1} = \frac{Z_{A2} - Z_T (\rho_B/\rho_A)}{1 - \rho_B/\rho_A} \quad (\text{Ec. 11.5.3})$$

La ecuación 11.5.3 indica que la posición de la interfase líquido –líquido en el separador depende de la relación de densidades de los dos líquidos y de las alturas de los rebosaderos, siendo independiente de la velocidad de flujo de los líquidos. La ecuación 11.5.3 indica además que cuando ρ_A y ρ_B son aproximadamente iguales, la posición de la interfase se hace muy sensible a las variaciones de Z_{A2} , altura de la columna de líquido pesado. Para líquidos que difieren considerablemente en su densidad esta altura no es muy crítica pero cuando los líquidos tienen aproximadamente la misma densidad es preciso operar con cuidado. La parte superior del tubo rebosadero es frecuentemente móvil, de forma que puede ajustarse durante la operación, para obtener una separación óptima.

El tamaño de un decantador viene dado por el tiempo que se requiere para la separación, que a su vez depende de la diferencia entre las densidades de los líquidos y de la viscosidad de la fase

continua. Con tal de que los líquidos sean claros y no formen emulsiones, el tiempo de separación puede estimarse a partir de la ecuación empírica 11.5.4.

$$t = \frac{6.24 \mu}{\rho_A - \rho_B} \quad (\text{Ec. 11.5.4})$$

Donde, t = tiempo de separación, h

ρ_A, ρ_B = densidades de los líquidos A y B, Ib/ pie³

μ = viscosidad de la fase continua, cP.

La ecuación 11.5.4 no es adimensional y han de utilizarse las unidades indicadas.

11.5.1. Diseño de los separadores SE-201, SE-202, SE-203, SE-204 y SE-205

En la zona de oximación hay 6 separadores de mezclas inmiscibles que sirven para separar las mezclas que salen de las extracciones en los tanques agitados. De esta forma se consigue extraer la ciclohexanona oxima en varias etapas. Las corrientes de entrada a estos tanques son: 216, 220, 223, 226 y 229.

El balance de materia utilizado para calcular las corrientes de salida de los separadores ha sido el explicado en “Reactores de oximación”, es decir, en función de la simulación que se ha hecho en el programa Hysys.

La fase ligera será la del tolueno y la fase pesada la solución acuosa ácida, por la diferencia de sus densidades. Las composiciones de la corriente de entrada y las corrientes de salida para el primer sedimentador serán las siguientes:

Tabla. 11.5.1. Resumen corrientes sedimentador SE-201.

	Corriente 216 kg/h	Corriente 217 kg/h	Corriente 218 kg/h
	kmol/h	kmol/h	kmol/h
TOTAL	62977.36	1250.8	32936.18
$\text{NH}_3\text{OH}\cdot\text{H}_2\text{PO}_4$	5224.17	39.87	-
NH_4NO_3	1200.65	15	-
H_3PO_4	3221.91	32.88	-
$\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$	6901.56	60	-
H_2O	13699.26	761.07	414.72
CHO	6537	57.76	23.04
Tolueno	26107.31	283.35	6453.75
CH	85.5	0.87	57.03

En este apartado solo se mostrarán los caudales referentes al primer separador a modo de ejemplo.

Para realizar el diseño de los separadores se ha partido de la información proporcionada por el informe medioambiental de la empresa DSM de EEUU, se ha optado por seguir el mismo procedimiento para comenzar el diseño de los separadores. Por tanto, en este caso no se aplicará la ecuación 11.5.4., y el volumen será:

$$V_{\text{sedimentador}} = 45000 \text{ tona/año} \frac{13000 \text{ gallons}}{160000 \text{ tona/año}} = 3656.25 \text{ gallons} = 13.84 \text{ m}^3$$

Por otro lado, el tiempo de residencia será el siguiente:

$$t_{\text{resid.tanque}} = \frac{V}{Q} = \frac{13.84 \text{ m}^3}{51.57 \text{ m}^3/h} = 0.27 \text{ h} = 16.10 \text{ min}$$

El volumen del tanque será el siguiente, teniendo en cuenta el cuerpo cilíndrico y los dos fondos, y se podrá calcular el diámetro despejando de la siguiente expresión la “D”:

$$13.84 \text{ m}^3 = \pi \frac{D^2}{4} L_{\text{cil.}} + 2 \cdot 0.08089 D^3 \quad (\text{Ec. 11.5.5.})$$

donde,

$$L_{\text{cil.}} = 5 \cdot D \quad (\text{Ec. 11.5.6.})$$

La longitud del equipo será la suma de la del cilindro y los fondos:

$$L = L_{\text{cil.}} + 2 \cdot 0.169 D \quad (\text{Ec. 11.5.7.})$$

La fracción del volumen de tanque ocupado por el líquido será del 95 % y, para un cilindro horizontal esto quiere decir que la altura del líquido será el 90 % del diámetro del tanque. Por tanto;

$$Z_T = 0.90 \times 1.5 = 1.35 \text{ m} \quad (\text{Ec. 11.5.8.})$$

Si se tiene en cuenta la proporción de fase pesada con respecto a la alimentación total, se determina la altura de la capa pesada, Z_{A1} , como el 88% del Z_T , y resulta que; $Z_{A1} = 1.18$ m y $Z_B = 0.17$ m. Despejando Z_{A2} de la ecuación 11.5.3. se obtiene la altura del rebosadero del líquido pesado, Z_{A2} .

$$Z_{A2} = 1.18 + (1.35 - 1.18) \cdot (53.78/60.9) = 1.33 \text{ m} \quad (\text{Ec. 11.5.9.})$$

- Dimensiones de los separadores

El dimensionamiento del separador es sencillo ya que no necesita de agitación ni de otros factores, a parte del cálculo de los rebosaderos ya mencionados. Es importante tener en cuenta que es un equipo en posición horizontal. En la siguiente tabla se resumen los parámetros importantes:

Tabla. 11.5.2. Dimensiones de los separadores.

Parámetro	Valor
D_i , diámetro interior (m)	1.50
L_{cil} , longitud cilindro (m)	7.50
Z_T , altura líquido (m)	1.35
L , longitud del equipo (m)	8.00
Z_{A2} , Altura rebosadero fase pesada (m)	1.33

- Diseño mecánico de los separadores

La presión de diseño se calculará de la siguiente forma:

$$P = P_0 \cdot 1.1 \quad (\text{Ec. 11.5.10.})$$

Los espesores se calcularán siguiendo las expresiones de siguientes:

$$t = \frac{P R}{S E - 0.6 P} + C_1 + C_2 \quad (\text{Ec. 11.5.11.})$$

Para tapas toriesféricas:

$$t = \frac{P L M}{2 S E - 0.2 P} + C_1 + C_2 \quad (\text{Ec. 11.5.12.})$$

El material de estos separadores será el mismo utilizado en los tanques agitados ya que igualmente contendrá materiales muy corrosivos y contaminantes, es decir, acero inoxidable AISI 316L. El valor de (E) será de 1850.48 atm.

Tabla. 11.5.3. Parámetros espesores

Parámetro	Valor
$T_{diseño}$, Temperatura de diseño (°C)	90
S (kPa)	1850.48
P , presión de diseño (kPa))	1.1
R , radio recipiente (mm)	750
t_{cil} , espesor del cilindro (mm)	0.52
t_1 , espesor del cilindro (con C_1 y C_2) (mm)	2.78
$L = 10 r$, $M = 1.54$	1510
t_{fondo} , espesor del fondo (mm)	4.04
t_2 , espesor fondo (con C_1 y C_2) (mm)	6.64

▪ Peso de los separadores

Para el cálculo del peso del tanque se tendrá en cuenta que el equipo está compuesto por un cuerpo cilíndrico y dos fondos toriesféricos.

Para ello se tomarán las siguientes ecuaciones:

$$M_{cil} = \pi H_{cil} \left(\left(\frac{D_o}{2} \right)^2 - \left(\frac{D_i}{2} \right)^2 \right) \rho_{material} \quad (\text{Ec. 11.5.13.})$$

$$M_{fondo} = \left((0.08089 D_o^3) - (0.08089 D_i^3) \right) \rho_{material} \quad (\text{Ec. 11.5.14.})$$

$$M_{op.} = M_{equip.} + (V_{liq.} \rho_{líquido}) \quad (\text{Ec. 11.5.15.})$$

Tabla 11.5.4. Parámetros peso

Parámetro	Valor
D_o , Diámetro exterior (m)	1.51
$\rho_{material}$, densidad material (kg/m ³)	7960
$V_{liq.}$, capacidad líquido (m ³)	13.15
$\rho_{líquido}$, densidad líquido (kg/m ³)	1069.29
$M_{cil.}$, Peso cuerpo (kg)	1411.34
$M_{cil.}$, Peso fondo (kg)	43.75
$M_{op.}$, Peso operación (kg)	13261.25

- Aislante térmico del separador

Mediante el programa informático Insulan que proporciona la empresa Calorcol se calcula el espesor del aislamiento teniendo en cuenta que el material que se utiliza para aislar es lana mineral de roca de 80 kg/m³.

La temperatura deseada de aislamiento será de 45°C, la temperatura ambiente 25°C, la velocidad superficial del aire 1 m/s y la temperatura de trabajo del equipo se escoge la de diseño. El programa también requiere el material de construcción del equipo, se escoge acero inoxidable, tanto para la superficie exterior como para la superficie desnuda.

A continuación se muestran los valores proporcionados por el programa Insulan correspondientes a las características del aislamiento, el aislamiento nos proporciona dos ventajas a la planta, la primera es de carácter operacional ya que reduce el gasto energético y mantiene el equipo en condiciones óptimas, la segunda y no menos importante es evitar posibles daños físicos como quemaduras a trabajadores de planta.

Tabla 11.5.5. Espesor del aislamiento.

Parámetro	Valor
Temperatura de la superficie aislada (°C)	45
Espesor del aislamiento (pulg)	0.5
Eficacia del aislante (%)	81

11.5.2. Diseño del separador SE-206

El sexto separador de la zona de oximación es el que trabaja junto con el reactor R-207 y separa la última etapa de la producción de la ciclohexanonoxima. Este separador tendrá un volumen algo menor que los anteriores ya que la corriente acuosa de entrada es inferior. Por lo demás, su diseño llevará las mismas pautas que los anteriores.

Para calcular su volumen se supondrá que tiene el mismo tiempo de residencia que los anteriores, que es de 16.10 min. Y el caudal de entrada serán la corriente 217, que corresponde al 3% de la 210, y la corriente orgánica 217 que proviene de la batería de 5 tanques-sedimentadores.

Tabla. 11.5.6. Resumen corrientes separador SE-206

	Corriente 235		Corriente 236a		Corriente 236b	
	kg/h	kmol/h	kg/h	kmol/h	kg/h	kmol/h
TOTAL	33857.34	390.98	33043.66	368.38	813.54	22.6
NH₃OH·H₂PO₄	79.89	0.61			79.89	0.61
NH₄NOH	14.70	0.42	-	-	14.56	0.42
NH₄NO₃	36.02	0.45	-	-	36.02	0.45
H₃PO₄	151.92	1.55	-	-	151.92	1.55
NH₄H₂PO₄	207.05	1.80	-	-	207.05	1.8
H₂O	833.00	46.25	514.04	28.53	318.96	17.72
CHO	6552.2	57.91	6551.00	57.90	1.20	0.01
Tolueno	25982.56	281.99	25978.62	281.95	3.94	0.04

De esta forma se calcula que el volumen será:

$$16.10 \text{ min} = \frac{V}{38.82 \text{ m}^3/\text{h}} \Rightarrow V = 10.42 \text{ m}^3 \quad (\text{Ec. 11.5.16.})$$

Se podrá calcular el diámetro despejando de la siguiente expresión la “D”:

$$10.42 \text{ m}^3 = \pi \frac{D^2}{4} L + 2 \cdot 0.08089 D^3 \quad (\text{Ec. 11.5.17.})$$

donde,

$$L = 5 \cdot D \quad (\text{Ec. 11.5.18.})$$

La longitud del equipo será la suma de la del cilindro y los fondos.

La fracción del volumen de tanque ocupado por el líquido será del 95 % y, para un cilindro horizontal esto quiere decir que la altura del líquido será el 90 % del diámetro del tanque. Por tanto;

$$Z_T = 0.90 \times 1.37 = 1.23 \text{ m} \quad (\text{Ec. 11.5.19.})$$

Si se tiene en cuenta la proporción de fase pesada con respecto a la alimentación total, se determina la altura de la capa pesada, Z_{A1} , como el 88% del Z_T , y resulta que; $Z_{A1} = 1.08 \text{ m}$ y $Z_B = 0.15 \text{ m}$. Despejando Z_{A2} se obtiene la altura del rebosadero del líquido pesado, Z_{A2} .

$$Z_{A2} = 1.08 + (1.23 - 1.08) \cdot (53.78/60.9) = 1.21 \text{ m} \quad (\text{Ec. 11.5.20.})$$

■ Dimensiones del separador

El dimensionamiento del separador es sencillo ya que no necesita de agitación ni de otros factores, a parte del cálculo de los rebosaderos ya mencionados. Es importante tener en cuenta que es un equipo en posición horizontal. En la siguiente tabla se resumen los parámetros importantes:

Tabla. 11.5.7. Dimensiones del separador

Parámetro	Valor
D_i , diámetro interior (m)	1.37
L_{cil} , longitud cilindro (m)	6.83
Z_T , altura líquido (m)	1.23
L , longitud del equipo (m)	7.29
Z_{A2} , Altura rebosadero fase pesada (m)	1.21

■ Diseño mecánico del separador

La presión de diseño se calculará de la siguiente forma ya que se trabaja a vacío:

$$P = P_0 \cdot 1. \quad (\text{Ec. 11.5.21.})$$

Los espesores se calcularán siguiendo las expresiones de siguientes:

$$t = \frac{P R}{S E - 0.6 P} + C_1 + C_2 \quad (\text{Ec. 11.5.22.})$$

Para tapas toriesféricas:

$$t = \frac{P L M}{2 S E - 0.2 P} + C_1 + C_2 \quad (\text{Ec. 11.5.23.})$$

El material de estos separadores será el mismo utilizado en los tanques agitados ya que igualmente contendrá materiales muy corrosivos y contaminantes, es decir, acero inoxidable AISI 316L. El valor de (E) será de 1850.48 atm.

Tabla. 11.5.8. Parámetros espesores

Parámetro	Valor
T _{diseño} , Temperatura de diseño (°C)	90
S (kPa)	1850.48
P, presión de diseño (kPa))	1.1
R, radio recipiente (mm)	685
t _{cil} , espesor del cilindro (mm)	0.93
t ₁ , espesor del cilindro (con C ₁ y C ₂) (mm)	3.22
L = 10 r, M = 1.54	1380
t _{fondo} , espesor del fondo (mm)	7.14
t ₂ , espesor fondo (con C ₁ y C ₂) (mm)	10.06

■ Peso del separador

Para el cálculo del peso del tanque se tendrá en cuenta que el equipo está compuesto por un cuerpo cilíndrico y dos fondos toriesféricos.

Para ello se tomarán las siguientes ecuaciones:

$$M_{cil.} = \pi H_{cil.} \left(\left(\frac{D_o}{2} \right)^2 - \left(\frac{D_i}{2} \right)^2 \right) \rho_{material} \quad (\text{Ec. 11.5.24.})$$

$$M_{fondo} = \left((0.08089 D_o^3) - (0.08089 D_i^3) \right) \rho_{material} \quad (\text{Ec. 11.5.25.})$$

$$M_{op.} = M_{equip.} + (V_{liq.} \rho_{líquido}) \quad (\text{Ec. 11.5.26.})$$

Tabla 11.5.9. Parámetros peso

Parámetro	Valor
D_o , Diámetro exterior (m)	1.38
$\rho_{material}$, densidad material (kg/m ³)	7960
$V_{liq.}$, capacidad líquido (m ³)	9.90
$\rho_{líquido}$, densidad líquido (kg/m ³)	878.51
$M_{cil.}$, Peso cuerpo (kg)	1174.24
$M_{cil.}$, Peso fondo (kg)	36.52
$M_{op..}$, Peso operación (kg)	9803.65

- Aislante térmico del separador

Mediante el programa informático Insulan que proporciona la empresa Calorcol se calcula el espesor del aislamiento teniendo en cuenta que el material que se utiliza para aislar es lana mineral de roca de 80 kg/m³.

La temperatura deseada de aislamiento será de 45°C, la temperatura ambiente 25°C, la velocidad superficial del aire 1 m/s y la temperatura de trabajo del equipo se escoge la de diseño. El programa también requiere el material de construcción del equipo, se escoge acero inoxidable, tanto para la superficie exterior como para la superficie desnuda.

A continuación se muestran los valores proporcionados por el programa Insulan correspondientes a las características del aislamiento, el aislamiento nos proporciona dos ventajas a la planta, la primera es de carácter operacional ya que reduce el gasto energético y mantiene el equipo en condiciones óptimas, la segunda y no menos importante es evitar posibles daños físicos como quemaduras a trabajadores de planta.

Tabla 11.5.10. Espesor del aislamiento.

Parámetro	Valor
Temperatura de la superficie aislada (°C)	45
Espesor del aislamiento (pulg)	0.5
Eficacia del aislante (%)	81

11.5.3. Diseño del separador de fases SE-207

Se debe tratar la corriente 35 con el fin de separar el producto de interés, la caprolactama, del sulfato de amonio obtenido en la neutralización. Para ello, se utiliza un decantador gravitatorio. En la tabla 11.5.1 se especifica la composición de las dos fases líquidas; la fase ligera, que corresponde al crudo de caprolactama, y la fase pesada, que corresponde a la solución acuosa de sulfato de amonio.

Tabla 11.5.11: Composición de la fase ligera y la fase pesada.

FASE LIGERA			
	Cabal másico (kg/h)	Cabal volumétrico (L/h)	Composición (% en peso)
Caprolactama	6485,7	6348,1	70
Agua	2661,8	2722,7	28,73
Sulfato de amonio	117,7	66,5	1,27
Total	9265,2	9137,3	100
FASE PESADA			
Caprolactama	65,5	64,1	0,18
Agua	24192,6	24746,2	67,36
Sulfato de amonio	11658,2	6586,5	32,46
Total	35916,3	31396,8	100

El volumen del tanque se obtiene a partir del tiempo de separación. La fase pesada es la fase continua, y a una temperatura de operación de 70°C, la solución acuosa al 33 % en peso de sulfato de amonio tiene una viscosidad de 1.5 cP. y una densidad de 77.23 Ib/pie³ (1.237 kg/L). La densidad de la fase ligera es 63,83 Ib/pie³ (1.023 kg/L). Substituyendo en la ecuación 11.5.4 se obtiene;

$$t = \frac{6.24 \times 1.5}{77.23 - 63.83} = 0.698 \text{ h}$$

El volumen del tanque es, por lo tanto;

$$V (L) = Q \left(\frac{L}{h} \right) \times t(h) = 40534.1 \times 0.698 = 28319.7 \text{ L}$$

El tanque debe estar lleno del orden del 95 %, de forma que su volumen es de 29810.26 L (29.8 m³). La longitud del tanque debe ser alrededor de 5 veces su diámetro. Por lo tanto, es

satisfactorio un tanque cilíndrico de 2 m de diámetro y 8 m de longitud, de forma que utilizando cabezales semiesféricos en sus extremos su longitud total será de 10 m.

La fracción del volumen de tanque ocupado por el líquido será del 95 % y, para un cilindro horizontal esto quiere decir que la altura del líquido será el 90 % del diámetro del tanque. Por tanto;

$$Z_T = 0.90 \times 2 = 1.81 \text{ m}$$

Si se tiene en cuenta la proporción de fase pesada con respecto a la alimentación total, se determina la altura de la capa pesada, Z_{A1} , como el 77% de Z_T , y resulta que; $Z_{A1} = 1.39 \text{ m}$ y $Z_B = 0.416 \text{ m}$. Despejando Z_{A2} de la ecuación 11.5.3 se obtiene la altura del rebosadero del líquido pesado, Z_{A2} .

$$Z_{A2} = 1.39 + (1.81 - 1.39) \cdot (77.23/63.83) = 1.89 \text{ m}$$

■ Diseño mecánico

El diseño mecánico se basa en el código ASME (American Society of Mechanical Engineers), sección VIII, división I.

- Material de construcción

El material elegido es el AISI 304, uno de los aceros inoxidables más versátiles y uno de los más usados de la serie 300 dadas sus excelentes propiedades para el conformado y el soldado, y su excelente resistencia a la corrosión.

- Presión de diseño

La presión de operación del diseñador, P_o , es de 1 atmósfera (101325 Pa). La presión de diseño, P , se calcula según la ecuación 11.0.1, que tiene en cuenta la presión hidrostática que ejerce el líquido en el separador. Además, se le añade un 15 % del total por motivos de seguridad.

$$P = (P_o + \Delta P) \cdot 1.15 \quad (\text{Ec. 11.0.1})$$

La presión hidrostática se calcula según la ecuación 11.0.2 conociendo la densidad de la mezcla a la temperatura de operación (1114.65 kg/m^3) y la altura del líquido en el separador (1.81 m).

$$P = \rho \cdot g \cdot h \quad (\text{Ec. 11.0.2})$$

$$\Delta P = 1114.65 \cdot 9.8 \cdot 1.81 = 19806.35 \text{ Pa}$$

Por lo tanto, el valor de la presión de diseño es:

$$P = (101325 + 19806.35) \cdot 1.15 = 139301 \text{ Pa} = 1.37 \text{ atm}$$

- Temperatura de diseño

La temperatura de operación del separador, T_0 , es de 70 °C. Se calcula la temperatura de diseño según la ecuación 11.0.4.

$$T = T_0 + 20 \text{ °C} \quad (\text{Ec. 11.0.4})$$

$$T = 70 + 20 = 90 \text{ °C}$$

- Cálculo del espesor

El espesor de la pared del cuerpo cilíndrico del recipiente se calculará dada la ecuación 11.0.5.

$$t = \frac{P R}{S E - 0.6 P} + C_1 \quad (\text{Ec. 11.0.5})$$

Donde, t : espesor de la pared (m)

P : presión de diseño (139301 Pa)

S : límite elástico del material de diseño a la temperatura deseada según la Tabla 11.0.1 ($145 \cdot 10^6 \text{ N/m}^2$)

Eficiencia de soldadura (0.85)

C_1 = tolerancia a la corrosión (0.003m)

R = radio interno del cilindro (1 m)

Por lo tanto, el espesor calculado para el cuerpo cilíndrico es de 5 mm. El espesor de los cabezales semiesféricos en los extremos se calcula según la ecuación 11.5.5

$$t = \frac{P R}{2 S E - 0.2 P} + C_1 + C_2 \quad (\text{Ec. 11.5.5})$$

Donde, t : espesor del cabezal semiesférico (m)

P: presión de diseño (139301 Pa)

S: límite elástico del material de diseño a la temperatura deseada según la Tabla 11.0.1 (145·10⁶ N/m²)

E: eficiencia de soldadura (0.85)

C₁ = tolerancia a la corrosión (0.003 m)

C₂= tolerancia a la fabricación (10%)

R = radio esfera (1 m)

Operando la ecuación 11.5.5 se obtiene un espesor para los extremos semiesféricos de 4 mm.

- Peso del equipo vacío

El peso del separador de fases vacío resulta de la suma del peso de la parte cilíndrica (ecuación 11.0.7) y el peso de los extremos semiesféricos (ecuación 11.5.6), teniendo en cuenta el espesor calculado para el equipo y la densidad del material de construcción elegido. La densidad del acero inoxidable AISI 304 es de 7800 kg/m³.

$$M_{cilindro} = \pi L_{cil.} \left(\left(\frac{D_e}{2} \right)^2 - \left(\frac{D_i}{2} \right)^2 \right) \rho_{material} \quad (\text{Ec.11.0.7})$$

Donde, L_{cil}= longitud del cilindro (8 m)

D_i= diámetro interior del cilindro (2 m)

D_e= diámetro exterior del cilindro (D_i + 2·espesor)

$$M_{extremos} = \frac{4}{3} \pi \left(\left(\frac{D_e}{2} \right)^3 - \left(\frac{D_i}{2} \right)^3 \right) \rho_{material} \quad (\text{Ec. 11.5.6})$$

Donde, D_i= diámetro interior esférico (2 m)

D_e= diámetro exterior esférico (D_i + 2·espesor)

Operando dichas ecuaciones se obtiene que;

$$M_{CILINDRO} = 1989 \text{ kg}$$

$$M_{EXTREMOS} = 498.5 \text{ kg}$$

resultando un peso total del equipo vacío de 2487.5 kg.

- Peso del equipo en operación

El peso del separador de fases en operación se obtiene añadiendo al peso del equipo vacío el peso que corresponde a la mezcla de caprolactama, agua y sulfato de amonio. Conociendo la densidad de la mezcla a separar (1114.6 kg/m^3) se calcula el peso del equipo en operación mediante la ecuación 11.0.5.

$$M_{op.} = M_{equip.} + (V_{liq.} \rho_{liq.}) \quad (\text{Ec. 11.0.9})$$

El peso de la mezcla líquida retenida en el separador es de 31566.7 kg, por lo que resulta una peso del equipo en operación de 33555.68 kg.

- Aislamiento

Para aislar el equipo se utiliza la Lana Mineral de Roca, ya que es un producto versátil y extremadamente útil, posee una excelente calidad y eficiencia.

Para determinar el aislante necesario se utiliza el simulador *Insulan* facilitado por la empresa *Calorcol*. Se introducen los datos de temperatura del reactor, temperatura exterior, velocidad del aire (1 m/s) y material. Además, de entre las diferentes posibilidades de densidad de la lana de roca se escogió 140 kg/m^3 . En la *tabla 11.5.12.* se adjunta la ficha técnica facilitada por el simulador con las características del aislante.

Tabla 11.5.12. Espesor del aislamiento.

Parámetro	Valor
Temperatura de la superficie aislada ($^{\circ}\text{C}$)	45
Espesor del aislamiento (pulg)	0.5
Eficacia del aislante (%)	81

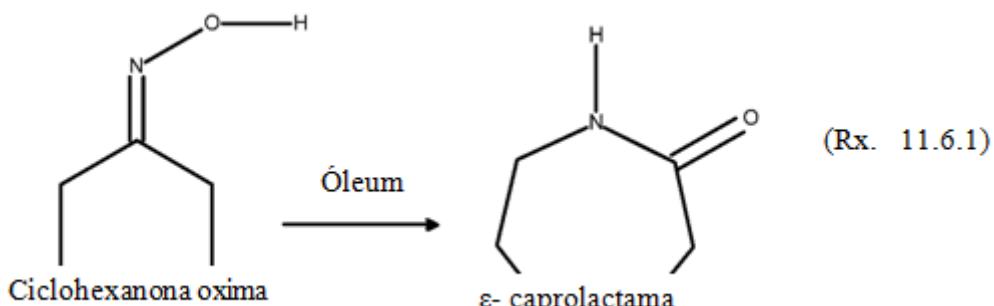
11.6. Reactor Beckmann

A continuación se explicará de forma concisa toda la información referente a los reactores R-208, R-209 y R-210, en los que se da la reordenación de Beckmann. Se detallarán las reacciones que se producen, la cinética de la reacción, el catalizador utilizado, el método seguido para el dimensionamiento de los equipos y el diseño de los sistemas de intercambio de calor.

Se ha decidido mostrar la caracterización de los tres reactores en un mismo apartado debido a que la única diferencia entre ellos son sus dimensiones, siendo el primero de ellos más grande que los dos restantes.

11.6.1. Reacción de reordenación de Beckmann

La ϵ -caprolactama se obtiene por reordenación catalítica de la ciclohexanona oxima en presencia de óleum, según la reacción Rx. 11.6.1. El trióxido de azufre (SO_3) presente en el óleum actúa como catalizador de la reacción, que ocurre de forma instantánea.



En cuanto a la cantidad de SO_3 añadida en la reacción, se ha de llegar a una solución de equilibrio, debido a que se necesita una cantidad lo suficientemente grande de trióxido de azufre para obtener una buena conversión, supone una mejora en la calidad final de la caprolactama y además es capaz de eliminar las pequeñas cantidades de agua que hayan entrado en el sistema junto con la ciclohexanona oxima. No obstante, una cantidad muy elevada de trióxido de azufre supone utilizar un óleum inicial con un gran porcentaje de este componente o una gran cantidad de óleum. La primera de las soluciones supondría un aumento del coste del proceso y la posible formación de humos, mientras que la utilización de una cantidad superior de óleum significaría un incremento en la formación de subproducto, de manera que también se vería afectada la viabilidad económica de la planta.

Además, la reacción de Beckmann forma parte del reducido grupo de reacciones industriales que se dan en microreactores. Normalmente se aplica la tecnología de los microreactores cuando se utilizan reactivos peligrosos o al trabajar con reacciones muy exotérmicas. En este caso tanto el óleum como la ciclohexanona oxima se consideran peligrosos, ya que son corrosivos, reaccionan con la materia orgánica, pueden crear humos, inestabilidad e incluso explosión. El uso de microreactores permite tener un mejor control de la reacción, obteniendo al mismo tiempo una buena selectividad (Klaas Theodoor Zuidhof, 2011).

El uso de un microsistema multietápico con un diseño adecuado permite trabajar en condiciones turbulentas que aseguran una buena transferencia de masa y consecuentemente evitan las reacciones secundarias, alcanzando una selectividad del 99.5% (Thomissen et al, 2008). Para ello en cada sistema se tiene una mezcla de reacción recirculante que se va sacando e introduciendo en el reactor. Además, esta mezcla recirculante permite un mejor control de la temperatura.

Además, la temperatura es otro factor importante que se ha de tener en cuenta en el momento de decidir las condiciones de operación. La gran mayoría de las fuentes bibliográficas consultadas indican un rango de temperatura entre 80 y 120°C para la reacción de Beckmann. No obstante según la profunda tesis doctoral de Klaas Theodoor Zuidhof al trabajar a partir de 110°C la reacción es tan rápida que las condiciones de mezcla no resultan suficientes y se generan subproductos, que pueden bloquear los canales. Para evitar que se dé este fenómeno también se ha de mantener una buena proporción de caprolactama en la mezcla de reacción recirculante.

Cada etapa de reacción corresponde a un sistema con recirculación como el que se puede observar en la *Figura 11.6.1.*, donde el equipo principal que está situado a la derecha es un mezclador de chorro que desemboca en un recipiente colector que permite un control del calor de reacción y llegar a una conversión del 100%. Este colector tiene dos salidas, una que va hacia la siguiente etapa de reacción y otra que corresponde a la mezcla recirculante. Después de la bomba hay una entrada neta de óleum en el caso de la primera etapa, que se junta con la mezcla recirculante en un mezclador estático y a continuación se refrigerá en un intercambiador de calor. En la segunda y tercera etapa de reacción en vez de la entrada de óleum la mezcla recirculante se junta con la corriente de salida de la etapa anterior. Es importante destacar que el vapor caliente obtenido en el intercambiador de calor es utilizado en otras partes del proceso donde es necesario elevar la temperatura de los reactivos.

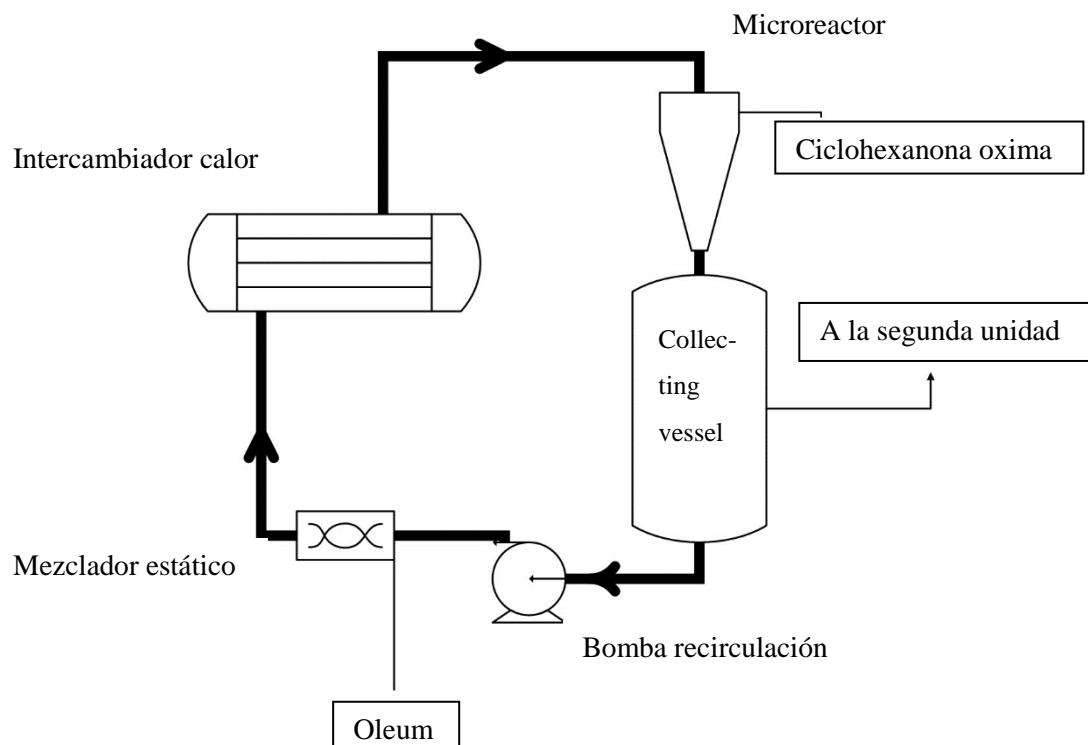


Figura 11.6.1.: Esquema simplificado de la primera etapa de reacción.

Se decidió trabajar con un sistema de tres etapas, tal y como se muestra en la *Figura 11.6.2.*, que corresponde a un esquema simplificado del área de reacción de Beckmann.

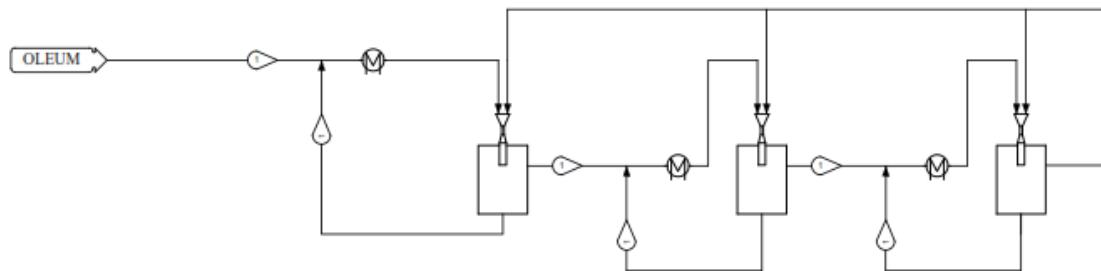


Figura 11.6.2.: Diagrama de la sección de reacción de Beckmann

En cada una de las etapas de ha de escoger el parámetro “M” que define la relación entre la suma de los moles de ácido sulfúrico y trióxido de azufre y los moles de caprolactama en la mezcla de reacción recirculante. Las patentes US 7351820B2 y 4804754 definen toda una serie de rangos entre los cuales es óptimo trabajar. La conclusión general es que el parámetro “M” ha de tener un valor comprendido entre 1 y 2 y ha de ir disminuyendo en cada etapa de reacción.

El óleum, que únicamente se introduce en la primera etapa de reacción, ha de tener un contenido de SO₃ entre 24 y 35% y la cantidad de SO₃ presente en cada mezcla de reacción recirculante ha de estar comprendida entre el 12 y el 18% másico.

A continuación, se muestra la *Tabla 11.6.1.* que incluye los parámetros más importantes que definen cada una de las etapas de reacción. Estos parámetros se han escogido intentando minimizar la producción de sulfato de amonio, pero siempre cumpliendo los rangos bibliográficos para tener una buena mezcla y consecuentemente una elevada selectividad. Finalmente, se tiene una producción de 1.8 kg de sulfato de amonio por kg de caprolactama, dato que coincide con la información bibliográfica de *Kirk-Othmer Encyclopedia of chemical Technology* y que por lo tanto, se considera adecuado.

Tabla 11.6.1: Resumen de los parámetros principales del sistema de reactores.

	Primera etapa	Segunda etapa	Tercera etapa
M	1,7	1,23	1,04
%SO ₃ (w)	16,1	15	14
T _r (°C)	100	85	85
T _{col} (°C)	100	85	85
T _{int} (°C)	82	73	76

Como se puede observar en la tabla anterior, se trabaja con un reactor adiabático, de manera que no se tiene una temperatura fija sino que va subiendo a lo largo de la reacción, que es exotérmica. No obstante, la gran cantidad de mezcla recirculante evita una subida extrema de temperatura.

11.6.2. Diseño reactor

Para el diseño de las dimensiones del microreactor y del recipiente colector se estudiaron la patente US7351820B2 y la tesis doctoral de Klaas Theodoor Zuidhof. Se decidió utilizar la segunda de ellas debido a que mostraba de manera clara todos los datos necesarios para el diseño, incluyendo una representación gráfica del microreactor, que simplificaba la comprensión del funcionamiento del equipo.

En las *Figura 11.6.3.* se puede ver el microreactor entero, donde las dimensiones mostradas corresponden a las fijadas por el artículo. Además, se conoce que tanto la velocidad de la corriente principal a través del canal vertical como la de la CHO a través de los microcanales es de 30 m/s.

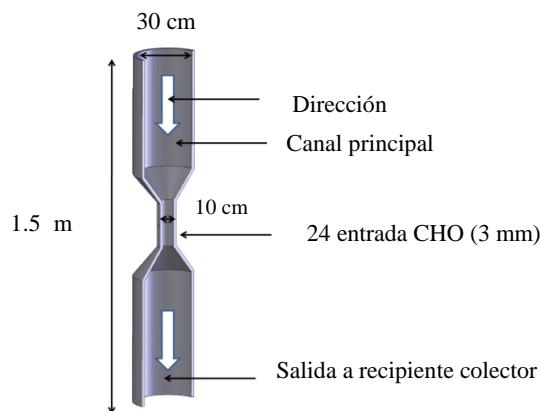


Figura 11.6.3.: Esquema simplificado del microreactor

A continuación, también se muestra la *Figura 11.6.4.* que representa el diseño amplificado del microreactor, donde se aprecian claramente como son los microcanales a través de los cuales la ciclohexanona oxima entra en el equipo.

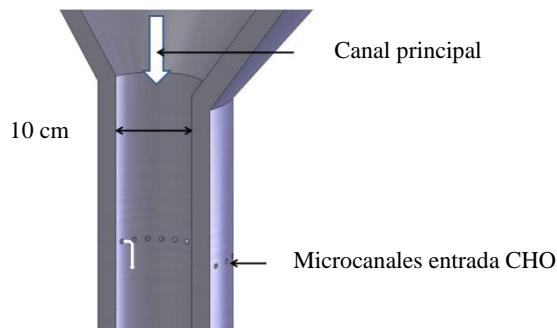


Figura 11.6.4.: Esquema ampliado del microreactor.

Para calcular el número de microcanales necesarios se calcula el área de paso de un microcanal de 3 mm de diámetro y se divide el caudal volumétrico de CHO entre la velocidad de paso bibliográfica (30 m/s), utilizando las *Ecuaciones 11.6.1.* y *11.6.2.* Seguidamente, se divide el área total necesaria entre el área de un canal según la *Ecuación 11.6.3.* y redondeando a la alza se obtiene el número de canales necesarios.

$$Area_{1canal} = \pi \cdot r^2 \quad (\text{Ec. 11.6.1})$$

$$Area_{total \text{ necesaria}} = \frac{Q_{CHO} (m^3/s)}{V_{CHO} (m/s)} \quad (\text{Ec. 11.6.2})$$

$$Nº\ canales = \frac{Área_{total\ necesaria}}{Área_{1canal}} \quad (\text{Ec. 11.6.3})$$

Una vez se ha calculado el número real de canales se ha de recalcular la velocidad y el área de paso, utilizando las *Ecuaciones 11.6.4. y 11.6.5..*

$$Área_{real} = Área_{1canal} \cdot nº\ canales \quad (\text{Ec. 11.6.4})$$

$$v_{real} = \frac{Q_{CHO} (m^3/s)}{Área_{real} (m^2)} \quad (\text{Ec. 11.6.5})$$

Una vez se tienen los canales diseñados se continúa con el dimensionamiento del microreactor, sabiendo que la mezcla de óleum y caprolactama circula también a una velocidad de 30 m/s a través del corriente principal, tal como se ha comentado anteriormente.

Primero se determina el área de paso utilizando la misma *Ecuación 11.6.2* que se ha utilizado en el caso de la CHO, pero sustituyendo con el caudal volumétrico de la mezcla de óleum y caprolactama. Una vez se ha calculado el área se determina el diámetro de la corriente principal utilizando la *Ecuación 11.6.6..* El resto de dimensiones del equipo se calculan según la correlación con los datos del artículo, suponiendo que la relación entre altura del equipo y diámetros se mantiene constante.

$$D = 2 \cdot R = 2 \cdot \sqrt{\frac{Área}{\pi}} \quad (\text{Ec. 11.6.6})$$

Finalmente, conociendo que se requiere un tiempo de residencia del recipiente colector de 20 minutos, para conseguir refrigerar la mezcla de reacción, se determina el volumen de este equipo (*Ecuación 11.6.7.*).

$$V_{colector} = Q_v (m^3/h) \cdot \tau (h) \quad (\text{Ec. 11.6.7})$$

En las *Tablas 11.6.2, 11.6.3 y 11.6.4* se pueden observar todas las dimensiones obtenidas y algunos valores de los cálculos intermedios.

Tabla 11.6.2: Valores de diseño de los microcanales de las tres etapas

	Microcanales 1	Microcanales 2	Microcanales 3
CHO (m³/s)	0,00134	0,000363	0,000211
D_{canal} (mm)	3	2	2
R_{canal} (mm)	1,5	1	1
v_{canal} (m/s)	30	30	30
Area_{1canal} (m²)	7,07E-06	3,14E-06	3,14E-06
Area_{total} (m²)	4,47E-05	1,21E-05	7,02
Nº canales	6,32	3,86	2,231
Canales reales	7	4	3
Area_{real} (m²)	4,95E-05	1,26E-05	9,42E-06
v_{real} (m/s)	27,10	28,96	22,36
Canales cerrados	9	8	9

Tabla 11.6.3: Valores de diseño de los tres microreactores

	Microreactor 1	Microreactor 2	Microreactor 3
Q_v (m³/s)	0,0555	0,0237	0,0172
v (m/s)	30	30	30
Area_{canal principal} (m²)	0,00185	0,00079	0,00057
R_{estrechamiento} (m)	0,024	0,016	0,013
D_{estrechamiento} (m)	0,048	0,032	0,027
D_{superior} (m)	0,146	0,095	0,081
h (m)	0,75	0,5	0,5
D_{estrechamiento real} (m)	0,050	0,035	0,035
D_{superior real} (m)	0,15	0,10	0,10
h_{real} (m)	0,75	0,5	0,5

Tabla 11.6.4: Valores de diseño de los tres colectores

	Colector 1	Colector 2	Colector 3
Tiempo residencia (h)	0,33	0,33	0,33
V (m³)	66,59	28,41	20,63
h=1,5*D (m)	5,76	4,33	3,90
D (m)	3,84	2,89	2,60
D_{real}	4	3	3
h_{real}	6	4	4
V_{real}	75,40	28,27	28,27

Se ha elegido una relación entre altura y diámetro de 1.5, debido a que se ha supuesto la misma relación que para los tanques agitados porque a pesar de que no sea necesario disponer de un agitador las condiciones de mezcla son uno de los factores más importantes en este reactor. (Perry's Chemical Engineer Handbook, 8th edition). Y el diámetro del recipiente colector se ha calculado aplicando esta relación a la *Ecuación 11.6.8*.

$$V = \Pi r \cdot 2 \cdot h \quad (\text{Ec. 11.6.8})$$

Además, como se puede apreciar en las dos últimas tablas, los diámetros internos de cada uno de los equipos y las alturas se han sobredimensionado, debido a que resulta más económico comprar en una calderería un reactor con unas medidas estándares que encargar un diseño concreto. Y también se ha decidido que el volumen de los dos últimos microreactores y colectores será el mismo para así facilitar el mantenimiento de estos.

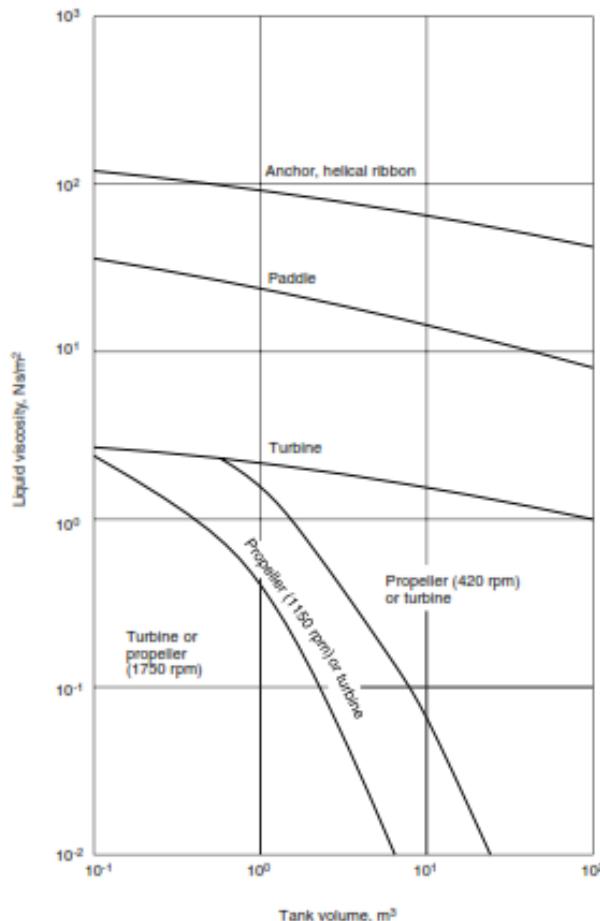
También se ha de comentar que cada uno de los colectores dispondrá de 4 baffles y un agitador, para mejorar las condiciones de mezcla y evitar la formación de vórtex. El ancho de estos bafles será igual al diámetro del tanque entre 12 (Perry's Chemical Engineer Handbook, 8th edition). Para el diseño de la agitación se han considerado a los colectores como tanques de mezcla, debido a que se ha considerado importante mantener unas condiciones homogéneas en los equipos.

Para la elección del tipo de agitador se utiliza el dato conocido de los volúmenes de los colectores y se determina la viscosidad de la mezcla según las proporciones de cada componente y su viscosidad. Los datos obtenidos se muestran en la *Tabla 11.6.5*.

Tabla 11.6.5: Determinación viscosidad de la mezcla de los tres colectores.

Componente	T (°C)	T (K)	visA	visB	log vis(cP)	vis (cP)	X _{másica}	Vis parcial	Vis mezcla
Reactor Beckmann R-208									
SO ₃	100	373,15	1372,8	315,99	-0,665	0,22	0,161	0,035	3,87
H ₂ SO ₄	100	373,15				4,10	0,328	1,345	
CLS	100	373,15				4,87	0,511	2,489	
Reactor Beckmann R-209									
SO ₃	85	358,15	1372,8	315,99	-0,511	0,31	0,15	0,046	5,78
H ₂ SO ₄	85	358,15				5,43	0,261	1,418	
CLS	85	358,15				7,29	0,592	4,316	
Reactor Beckmann R-210									
SO ₃	85	358,15	1372,8	315,99	-0,511	0,31	0,14	0,043	5,89
H ₂ SO ₄	85	358,15				5,43	0,227	1,233	
CLS	85	358,15				7,29	0,633	4,615	

Como se puede comprobar en la *Figura 11.6.5.* se está trabajando en la zona de impulsor o turbina a 420 rpm.

**Figura 11.6.5:** Guía para la elección del agitador.

De entre las diferentes opciones posibles se ha decidido trabajar en los tres casos con un agitador de tipo palas marinas, como el que se muestra en la *Figura 11.6.6.*, debido a que se tiene un rango de viscosidad intermedio y no se requiere una gran mezcla al tratarse de colectores. Además, este agitador es uno de los más utilizados en la industria y no requiere una potencia muy elevada. Se utilizarán agitadores marinos de 3 palas, que funcionen a una velocidad de 400 rpm y que estarán situados de forma lateral, debido a la presencia de los microreactores en el centro de estos equipos.

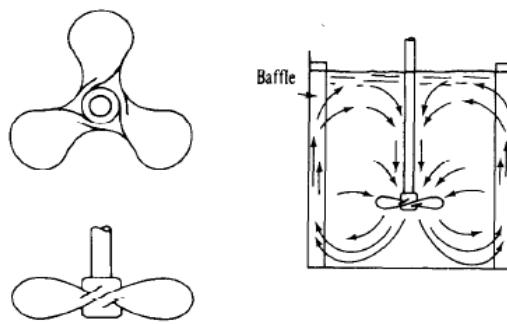


Figura 11.6.6: Agitador marino de 3 palas.

La distribución de los bafles y de los agitadores dentro de los equipos se ha determinado siguiendo aproximadamente las relaciones extraídas de *Perry's Chemical Engineering Handbook* y utilizando la *Figura 11.6.7*.

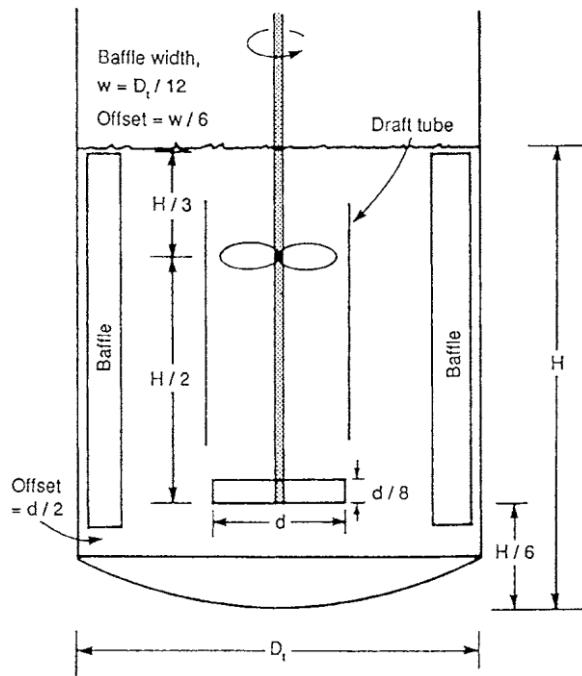


Figura 11.6.7: Distribución interna y dimensiones recomendadas para un reactor de tanque agitado

Se ha elegido una relación entre el diámetro del agitador y el diámetro del colector de 0.3 que corresponde al valor mínimo dentro del rango. En la *Tabla 11.6.6* se recoge un resumen de las dimensiones de los agitadores y los bafles que se colocaran en cada colector.

Tabla 11.6.6: Dimensiones del agitador y de los bafles de los 3 colectores.

Parámetro		Colector 1	Colector 2	Colector 3
Agitador	D _{agitador} (m)			
	W _{agitador} (m)	0,15	0,1	0,1
	h primer agitador (m)	1,36	0,91	0,91
	h segundo agitador (m)	2,25	2,25	2,25
4 baffles	W _{baffle} (m)	0,33	0,22	0,22
	offset (m)	0,8	0,53	0,53
	distancia pared (m)	0,056	0,037	0,037

Seguidamente, se determina la potencia necesaria para cada agitador, utilizando las *Ecuaciones 11.6.9* y *11.6.10* y la curva nº 1 de la *Figura 11.6.8*.

$$Re = \frac{D_a^2 \cdot N \cdot \rho}{\mu} \quad (\text{Ec. 11.6.9})$$

$$N_p = \frac{P}{D_a^5 \cdot N^3 \cdot \rho} \quad (\text{Ec. 11.6.10})$$

Donde:

R: Reynolds de agitación

Np: número de potencia

Da: diámetro del agitador (m)

N: velocidad del agitador (rps)

P: potencia del agitador (W)

ρ: densidad de la mezcla (kg/m³)

μ: viscosidad de la mezcla (N·s/m²)

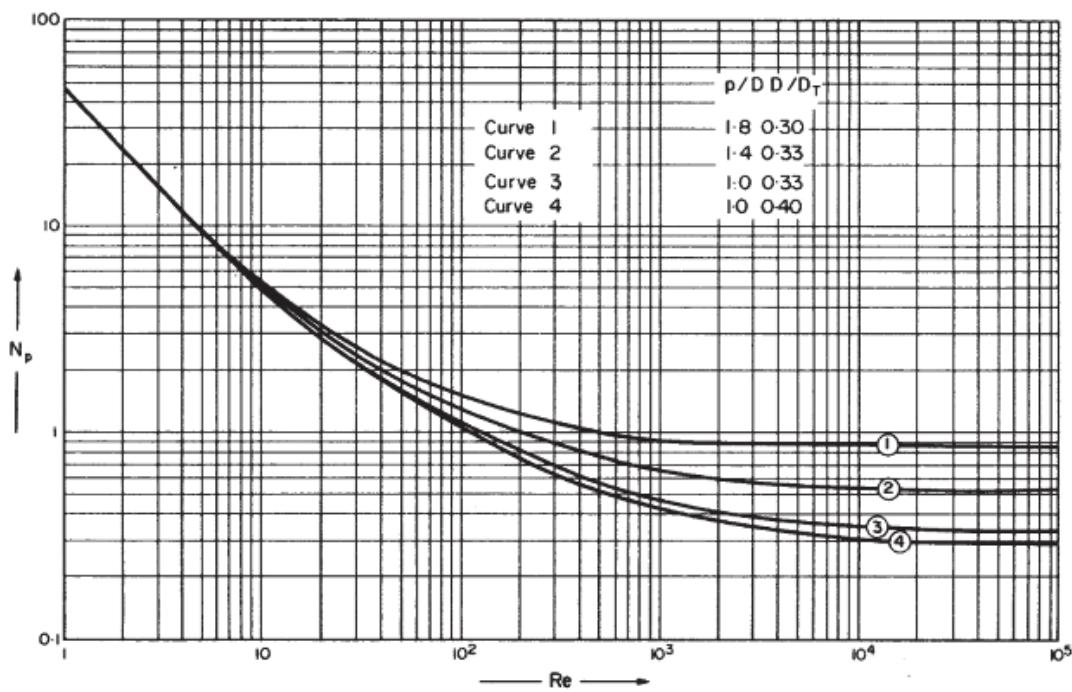


Figura 11.6.8: Relación entre el Reynolds de la mezcla y el número de potencia.

En la *Tabla 11.6.7* se presenta un breve resumen de las variables determinadas para el cálculo de la potencia necesaria de agitación y el valor final de este parámetro.

Tabla 11.6.7: Parámetros para el cálculo de la potencia de agitación.

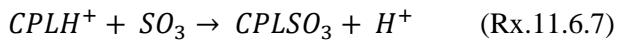
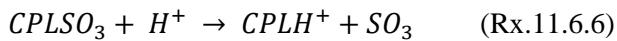
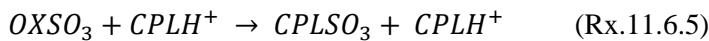
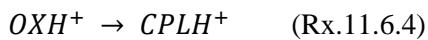
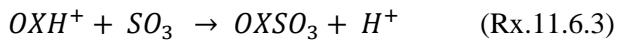
	Colector 1	Colector 2	Colector 3
Densidad fluido (kg/m³)	1413,89	1367,65	1344,43
Velocidad agitación (rps)	6,67	6,67	6,67
Reynolds	3,51·10 ⁶	1,25·10 ⁶	1,23·10 ⁶
Nº potencia	0,9	0,9	0,9
P (kW)	939,59	215,67	212,017

11.6.3. Cinética y parámetros cinéticos

La cinética de la reacción de Beckmann bajo condiciones industriales resulta aún desconocida, debido a su elevada conversión, sus elevadas temperaturas y el gran calor de reacción generado. No obstante se sabe con certeza que la reacción tiene lugar de forma instantánea, es decir, en un tiempo de reacción entre milisegundos y segundos.

En este caso, aunque la extrapolación de datos a escala de laboratorio no resulte del todo fiable, se considera la única manera posible de realizar la modelización del reactor. Se trabaja por lo tanto con un artículo que muestra la cinética de la reacción y sus correspondientes parámetros (WU Jian et al, 2006).

El modelo de reacción, que se considera de primer orden, se presenta a continuación:



Las ecuaciones cinéticas que describen la variación de la concentración de cada reactivo respecto el tiempo son las siguientes:

$$\frac{dC_{ox}}{dt} = -k_1 \cdot C_{ox} \cdot C_{H^+} \quad (\text{Ec. 11.6.11})$$

$$\frac{dC_{H^+}}{dt} = -k_1 \cdot C_{ox} \cdot C_{H^+} + k_2 \cdot C_{OXH^+} \cdot C_{SO_3} - k_5 \cdot C_{CPLSO_3} \cdot C_{H^+} + k_6 \cdot C_{CPLH^+} \cdot C_{SO_3} \quad (\text{Ec. 11.6.12})$$

$$\frac{dC_{OXH^+}}{dt} = k_1 \cdot C_{ox} \cdot C_{H^+} - k_2 \cdot C_{OXH^+} \cdot C_{SO_3} - k_3 \cdot C_{OXH^+} \quad (\text{Ec. 11.6.13})$$

$$\frac{dC_{SO_3}}{dt} = -k_2 \cdot C_{OXH^+} \cdot C_{SO_3} + k_5 \cdot C_{CPLSO_3} \cdot C_{H^+} - k_6 \cdot C_{CPLH^+} \cdot C_{SO_3} \quad (\text{Ec. 11.6.14})$$

$$\frac{dC_{OXSO_3}}{dt} = k_2 \cdot C_{OXH^+} \cdot C_{SO_3} - k_4 \cdot C_{OXSO_3} \cdot C_{CPLH^+} \quad (\text{Ec. 11.6.15})$$

$$\frac{dC_{CPLH^+}}{dt} = k_3 \cdot C_{OXH^+} + k_5 \cdot C_{CPLSO_3} \cdot C_{H^+} - k_6 \cdot C_{CPLH^+} \cdot C_{SO_3} \quad (\text{Ec. 11.6.16})$$

$$\frac{dC_{CPLSO_3}}{dt} = k_4 \cdot C_{OXSO_3} \cdot C_{CPLH^+} - k_5 \cdot C_{CPLSO_3} \cdot C_{H^+} + k_6 \cdot C_{CPLH^+} \cdot C_{SO_3} \quad (\text{Ec. 11.6.17})$$

La relación entre la velocidad de reacción y la temperatura se describe mediante la ecuación de Arrenhius:

$$k_i = A_i \cdot \exp \left(-\frac{Ea_i}{R \cdot T} \right) \quad (\text{Ec. 11.6.18})$$

Donde:

K_i : constante cinética a la temperatura fijada ($\text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$)

A_i : Factor preexponencial de Arrenhius ($\text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$)

Ea_i : Energía de activación ($\text{kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$)

R : constante de la Ley de gases ideales ($\text{kJ} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$)

T : temperatura de reacción fijada (K)

i : número de reacción

Y los parámetros cinéticos también extraídos del artículo bibliográfico se pueden observar en la *Tabla 11.6.8*.

Tabla 11.6.8: Parámetros cinéticos de la ecuación de Arrenhius

Nº Reacción	A ($\text{L/mol} \cdot \text{s}$)	Ea (kJ/mol)
1	6,21E+14	80,77
2	3,62E+17	71,68
3	8,91E+16	71,22
4	5,86E+25	128,5
5	8,99E+13	76,69
6	9,93E+13	94,36

11.6.4. Modelización del reactor

Se realizó la modelización del reactor para calcular el tiempo de residencia de los reactores de Beckmann. No obstante, previamente se simuló el script de *MATLAB* con las condiciones de temperatura y concentración del artículo para comprobar la correcta programación del comportamiento del sistema.

El *script* utilizado se muestra a continuación:

```
function Beckmann2
clc
close all

C0=[2.4 5.4 0 4.2 0 0 0]; %mol/L
options=odeset('AbsTol',1E-5); %Se define la tolerancia

[tm ym]=ode15s(@reactor,[0 300],C0,options); %Se llama a la diferentes ode
[tm2 ym2]=ode15s(@reactor2,[0 300],C0,options);
[tm3 ym3]=ode15s(@reactor3,[0 700],C0,options);

plot(tm,ym(:,1),tm,ym(:,2),tm,ym(:,3),tm,ym(:,4),tm,ym(:,5),tm,ym(:,6),tm,ym(:,7)) % Gráfico
de la concentración de los diferentes componentes a una temperatura de -19.3 °C
legend('Cox','CH','CoxH','Cso3','Coxsulf','CcpH','Ccpsulf')
xlabel(' Tiempo (s)')
ylabel(' C (mol/L)')
hold on
grid on
figure

plot(tm,ym(:,1),tm,ym(:,2),tm,ym(:,6)) % Gráfico que representa la concentración de CHO,
CPL y H+ a una temperatura de -19.3 °C.
title('Concentraciones -19.3 °C')
hold on
grid on
figure
```

plot(tm,ym(:,1),tm,ym(:,6),tm2,ym2(:,1),tm2,ym2(:,6),tm3,ym3(:,1),tm3,ym3(:,6)) % Gráfico que muestra la evolución de las concentraciones de CPL y CHO a las diferentes temperaturas de reacción simuladas

```
legend('Cox19','CcpH19','Cox24','CcpH24','Cox29','CcpH29')
xlabel('Tiempo (s)')
ylabel('C (mol/L)')
hold on
grid on
figure
```

function y=reactor(t,x) % Función que define la evolución de las concentraciones de los diferentes compuestos a una temperatura de -19.3 °C.

```
Cox=x(1); %mol/L
CH=x(2); %mol/L
CoxH=x(3); %mol/L
Cso3=x(4); %mol/L
Coxsulf=x(5); %mol/L
CcpH=x(6); %mol/L
Ccpsulf=x(7); %mol/L
```

```
A1=6.211E14; %L/mol·s
A2=3.617E17; %L/mol·s
A3=8.907E16; %L/mol·s
A4=5.858E25; %L/mol·s
A5=8.994E13; %L/mol·s
A6=9.931E13; %L/mol·s
```

```
E1=80.77; %kJ/mol
E2=71.68; %kJ/mol
E3=71.22; %kJ/mol
E4=128.5; %kJ/mol
```

E5=76.69; %kJ/mol

E6=94.36; %kJ/mol

T=-19.3+273.15; %K

R=8.31E-3; %kJ/mol·K

k1=A1*exp(-E1/(R*T)); %L/mol·s

k2=A2*exp(-E2/(R*T)); %L/mol·s

k3=A3*exp(-E3/(R*T)); %L/mol·s

k4=A4*exp(-E4/(R*T)); %L/mol·s

k5=A5*exp(-E5/(R*T)); %L/mol·s

k6=A6*exp(-E6/(R*T)); %L/mol·s

y(1,1)=-k1*Cox*CH; %mol/L·s

y(2,1)=-k1*Cox*CH+k2*CoxH*Cso3-k5*Ccpsulf*CH+k6*CcpH*Cso3; %mol/L·s

y(3,1)=k1*Cox*CH-k2*CoxH*Cso3-k3*CoxH; %mol/L·s

y(4,1)=-k2*CoxH*Cso3+k5*Ccpsulf*CH-k6*CcpH*Cso3; %mol/L·s

y(5,1)=k2*CoxH*Cso3-k4*Coxsulf*CcpH; %mol/L·s

y(6,1)=k3*CoxH+k5*Ccpsulf*CH-k6*CcpH*Cso3; %mol/L·s

y(7,1)=k4*Coxsulf*CcpH-k5*Ccpsulf*CH+k6*CcpH*Cso3; %mol/L·s

end

function y=reactor2(t,x) % Función que define la evolución de las concentraciones de los diferentes compuestos a una temperatura de -24.1 °C.

Cox=x(1); %mol/L

CH=x(2); %mol/L

CoxH=x(3); %mol/L

Cso3=x(4); %mol/L

Coxsulf=x(5); %mol/L

CcpH=x(6); %mol/L

Ccpsulf=x(7); %mol/L

A1=6.211E14; %L/mol·s

A2=3.617E17; %L/mol·s

A3=8.907E16; %L/mol·s

A4=5.858E25; %L/mol·s

A5=8.994E13; %L/mol·s

A6=9.931E13; %L/mol·s

E1=80.77; %kJ/mol

E2=71.68; %kJ/mol

E3=71.22; %kJ/mol

E4=128.5; %kJ/mol

E5=76.69; %kJ/mol

E6=94.36; %kJ/mol

T=-24.1+273.15; %K

R=8.31E-3; %kJ/mol·K

k1=A1*exp(-E1/(R*T)); %L/mol·s

k2=A2*exp(-E2/(R*T)); %L/mol·s

k3=A3*exp(-E3/(R*T)); %L/mol·s

k4=A4*exp(-E4/(R*T)); %L/mol·s

k5=A5*exp(-E5/(R*T)); %L/mol·s

k6=A6*exp(-E6/(R*T)); %L/mol·s

y(1,1)=-k1*Cox*CH; %mol/L·s

y(2,1)=-k1*Cox*CH+k2*CoxH*Cso3-k5*Ccpsulf*CH+k6*CcpH*Cso3; %mol/L·s

y(3,1)=k1*Cox*CH-k2*CoxH*Cso3-k3*CoxH; %mol/L·s

y(4,1)=-k2*CoxH*Cso3+k5*Ccpsulf*CH-k6*CcpH*Cso3; %mol/L·s

y(5,1)=k2*CoxH*Cso3-k4*Coxsulf*CcpH; %mol/L·s

y(6,1)=k3*CoxH+k5*Ccpsulf*CH-k6*CcpH*Cso3; %mol/L·s

y(7,1)=k4*Coxsulf*CcpH-k5*Ccpsulf*CH+k6*CcpH*Cso3; %mol/L·s

end

function y=reactor3(t,x) % Función que define la evolución de las concentraciones de los diferentes compuestos a una temperatura de -29.4 °C.

```

Cox=x(1); %mol/L
CH=x(2); %mol/L
CoxH=x(3); %mol/L
Cso3=x(4); %mol/L
Coxsulf=x(5); %mol/L
CcpH=x(6); %mol/L
Ccpsulf=x(7); %mol/L
A1=6.211E14; %L/mol·s
A2=3.617E17; %L/mol·s
A3=8.907E16; %L/mol·s
A4=5.858E25; %L/mol·s
A5=8.994E13; %L/mol·s
A6=9.931E13; %L/mol·s

```

```

E1=80.77; %kJ/mol
E2=71.68; %kJ/mol
E3=71.22; %kJ/mol
E4=128.5; %kJ/mol
E5=76.69; %kJ/mol
E6=94.36; %kJ/mol

```

```

T=-29.4+273.15; %K
R=8.31E-3; %kJ/mol

```

```

k1=A1*exp(-E1/(R*T)); %L/mol·s
k2=A2*exp(-E2/(R*T)); %L/mol·s
k3=A3*exp(-E3/(R*T)); %L/mol·s
k4=A4*exp(-E4/(R*T)); %L/mol·s
k5=A5*exp(-E5/(R*T)); %L/mol·s
k6=A6*exp(-E6/(R*T)); %L/mol·s

```

y(1,1)=-k1*Cox*CH; %mol/L·s

```

y(2,1)=-k1*Cox*CH+k2*CoxH*Cso3-k5*Ccpsulf*CH+k6*CcpH*Cso3; %mol/L·s
y(3,1)=k1*Cox*CH-k2*CoxH*Cso3-k3*CoxH; %mol/L·s
y(4,1)=-k2*CoxH*Cso3+k5*Ccpsulf*CH-k6*CcpH*Cso3; %mol/L·s
y(5,1)=k2*CoxH*Cso3-k4*Coxsulf*CcpH; %mol/L·s
y(6,1)=k3*CoxH+k5*Ccpsulf*CH-k6*CcpH*Cso3; %mol/L·s
y(7,1)=k4*Coxsulf*CcpH-k5*Ccpsulf*CH+k6*CcpH*Cso3; %mol/L·s
end

```

Se obtiene la *Figura 11.6.9*, que corrobora la correcta simulación de la información extraída del artículo y que muestra la evolución de la concentración de caprolactama y ciclohexanona oxima a -19, -24 y -29 °C. Se puede observar cómo al incrementarse la temperatura disminuye el tiempo de residencia y además se obtiene una concentración final de caprolactama más elevada.

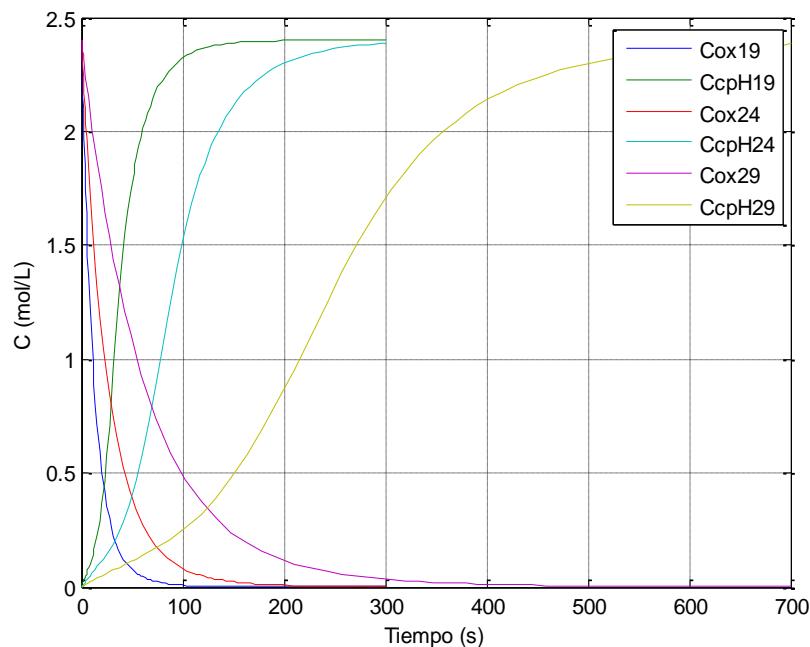


Figura 11.6.9: Modelización de los datos del artículo bibliográfico

Seguidamente, se realiza la simulación del sistema real con el que se quiere operar. Para ello se añaden los términos de entrada y salida a las ecuaciones diferenciales de concentración de los diferentes componentes. De esta manera se tiene en cuenta el balance de materia completo y no únicamente el término de generación. Se ha aplicado el balance de materia de un reactor continuo de tanque agitado.

Con esta simulación lo que se quiere conseguir es comprobar que el volumen que se ha calculado para el diseño del microreactor es suficiente para que tenga lugar la reacción. No

obstante, como los tres diseños se han realizado de manera análoga, únicamente se mostrará la simulación del primero de ellos, suponiendo que si el primero es correcto los dos restantes también.

A continuación, se presenta el *script* de *MATLAB* utilizado:

```

function reactorBeckmann
clc
clear all
close all
C01=[8.83 14.12 0 5.77 0 0 0] %se fijan las concentraciones iniciales
options=odeset('AbsTol',1E-5); %se fijan la tolerancia de la ode
[tms yms]=ode15s(@reactorsimio2,[0 1E-3],C01,options); %se llama a la
ode

% Gráfico de la evolución de las concentraciones de los diferentes
componentes respecto el tiempo
plot(tms,yms (:,1),tms,yms (:,2),tms,yms (:,3),tms,yms (:,4),tms,yms (:,5),
tms,yms (:,6),tms,yms (:,7))
legend('Cox','CH','CoxH','Cso3','Coxsulf','CcpH','Ccpsulf')
xlabel('Tiempo (s)')
ylabel('Concentraciones (mol/L)')
hold on
grid on

taureal=(V/(Q1+Q2))%s → cálculo del tiempo de residencia para el
volumen utilizado

function y=reactorsimio2(t,x)

Cox=x(1); %hay entrada y salida
CH=x(2); %hay entrada y salida
CoxH=x(3); %no hay entrada ni salida
Cso3=x(4); %hay entrada y salida
Coxsulf=x(5); %no hay entrada ni salida
CcpH=x(6); %no hay entrada pero si que hay salida
Ccpsulf=x(7); %no hay entrada ni salida

```

```

A1=6.211E14; %L/mol·s
A2=3.617E17; %L/mol·s
A3=8.907E16; %L/mol·s
A4=5.858E25; %L/mol·s
A5=8.994E13; %L/mol·s
A6=9.931E13; %L/mol·s

```

```

E1=80.77; %kJ/mol
E2=71.68; %kJ/mol
E3=71.22; %kJ/mol
E4=128.5; %kJ/mol
E5=76.69; %kJ/mol
E6=94.36; %kJ/mol

```

%Se ha cogido como temperatura de reacción la temperatura de salida, aunque se trate de un reactor adiabático

```

T=100+273.15; %K
R=8.31E-3; %kJ/mol·K

```

```

k1=A1*exp(-E1/(R*T)); %L/mol·s
k2=A2*exp(-E2/(R*T)); %L/mol·s
k3=A3*exp(-E3/(R*T)); %L/mol·s
k4=A4*exp(-E4/(R*T)); %L/mol·s
k5=A5*exp(-E5/(R*T)); %L/mol·s
k6=A6*exp(-E6/(R*T)); %L/mol·s

```

```

Q1=4589.19/1200; %L/s
Q2=4480.54/1200; %L/s
Q3=9069.74/1200; %L/s
Coxe=8.83; %mol/L
CHe=14.2; %mol/L
Cso3e=5.77; %mol/L
V=1.39; %L → Volumen calculado del reactor
Vreal=1E-3 %m3

```

%Definición de las ecuaciones diferenciales del balance de materia por componente

```

y(1,1)=((Q1*Coxe)/V)-((Q3*Cox)/V)-k1*Cox*CH;

```

```

y(2,1)=((Q2*CHe)/V)-((Q3*CH)/V)-k1*Cox*CH+k2*CoxH*Cso3-
k5*Ccpsulf*CH+k6*CcpH*Cso3;
y(3,1)=k1*Cox*CH-k2*CoxH*Cso3-k3*CoxH;
y(4,1)=((Q2*Cso3e)/V)-((Q3*Cso3)/V)-
k2*CoxH*Cso3+k5*Ccpsulf*CH-k6*CcpH*Cso3;
y(5,1)=k2*CoxH*Cso3-k4*Coxsulf*CcpH;
y(6,1)=(-Q3/V)*CcpH)+k3*CoxH+k5*Ccpsulf*CH-k6*CcpH*Cso3;

y(7,1)=k4*Coxsulf*CcpH-k5*Ccpsulf*CH+k6*CcpH*Cso3-
((Q3/V)*Ccpsulf);
end

```

Se obtiene la *Figura 11.6.10* donde se puede comprobar la evolución de la concentración de los diferentes componentes en el reactor. Como se puede comprobar con el volumen seleccionado la caprolactama llega a su concentración máxima, el ácido sulfúrico alcanza un mínimo y el trióxido de azufre alcanza su valor inicial, de manera que se tiene un 100% de conversión.

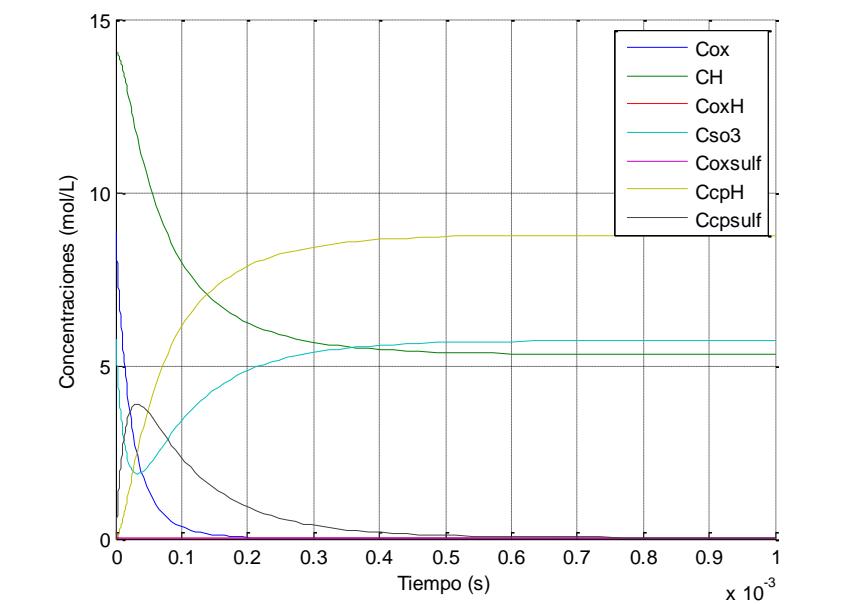


Figura 11.6.10: Perfil de concentraciones en el reactor R-208.

El tiempo de residencia calculado por el simulador es de 0.1839 segundos, dato que está dentro del rango esperado de valores.

11.6.5. Balance de materia del reactor

En este apartado se mostrará un breve resumen de la parte del balance de materia, para comprobar que se cumple el balance en cada reactor. Únicamente se mostrarán los valores de caudales máscicos globales de entrada y salida, ya que el resto de valores ya se encuentran detallados en el *Subapartado de Balance de Materia del Apartado 1*. Las *Figuras 11.6.11, 11.6.12 y 11.6.13* corresponden a un esquema simplificado de los reactores R-208, R-209 y R-210 respectivamente.

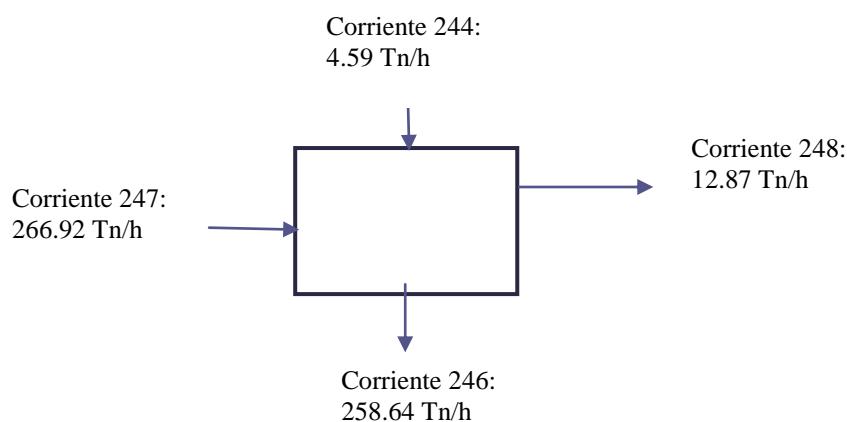


Figura 11.6.11: Comprobación balance de materia reactor R-208.

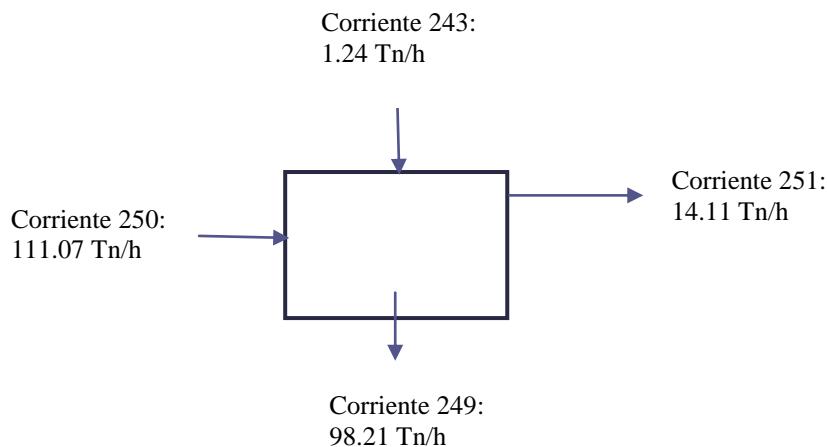


Figura 11.6.12: Comprobación balance de materia reactor R-209.

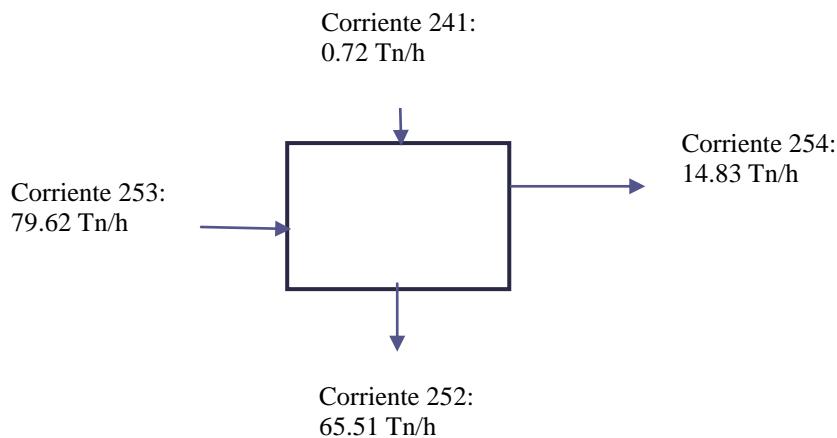


Figura 11.6.13: Comprobación balance de materia reactor R-210.

11.6.6. Diseño del reactor

- Diseño mecánico

Para el cálculo del diseño mecánico del reactor se utilizará la normativa ASME (American Society of Mechanic Engineer), que utiliza para sus cálculos la tensión máxima admisible de diseño incluyendo algunas correcciones.

Lo primero que se ha de hacer es calcular la temperatura y la presión de diseño, que están definidas por la *Ecuaciones 11.6.19 y 11.6.20*.

$$P_{diseño} = P \cdot 1.10 \quad (\text{Ec. 11.6.19})$$

$$T_{diseño} = T + 20^{\circ}\text{C} \quad (\text{Ec. 11.6.20})$$

Como material de diseño se ha escogido el acero inoxidable AISI 316L, debido a que se trabaja con reactivos muy corrosivos, como la ciclohexanona oxíma y sobretodo el ácido sulfúrico, utilizando además este último en concentraciones inferiores al 78%. Otra de las ventajas de utilizar AISI 316L es que ofrece una buena conductividad térmica.

La *Ecuación 11.6.21*, definida en el código ASME permite determinar el espesor de la pared de cualquier cuerpo cilíndrico, pero para ello primero hemos de conocer el límite elástico (S), el factor de soldadura y el sobreespesor de corrosión.

$$Espesor = \frac{P_{dis} \cdot D_i}{2 \cdot S \cdot E - 1.2 \cdot P_{dis}} + C_1 + C_2 \quad (\text{Ec. 11.6.21})$$

Donde:

P_{dis} : presión de diseño

D_i : diámetro interno

S : límite elástico

E : factor de soldadura

P : presión

C_1 : sobreespesor de corrosión

C_2 : tolerancia de fabricación

Mediante la utilización de la *Tabla 11.6.8* se obtiene un valor del límite elástico de 1068.3 atm, que varía en función del material escogido y la temperatura de operación.

Tabla 11.6.8: Valores de límite elástico para diferentes materiales y temperaturas de operación

Specification		Maximum Allowable Stress Values in Tension for High-Alloy Steel (CAUTION: See UW-12 for vessels constructed under part UW)												
Number	Grade	Maximum Allowable Stress, ksi (Multiply by 1000 to Obtain psi). for Metal Temp., °F, Not Exceeding												
		-20 to 100	200	300	400	500	600	650	700	750	800	850	900	950
SA-240	304	18.8	17.8	16.8	16.2	15.9	15.9	15.9	15.9	15.5	15.2	14.9	14.7	14.4
SA-240	304L	15.7	15.7	15.3	14.7	14.4	14	13.7	13.5	13.3	13	—	—	—
SA-240	316	19.8	18.8	18.4	18.1	18.0	17.0	16.7	16.3	16.1	15.9	15.7	15.5	15.4
SA-240	316L	15.7	15.7	15.7	15.5	14.4	13.5	13.2	12.9	12.6	12.4	12.1	—	—

Seguidamente se elige un valor del factor de soldadura de 0.85 debido a que se considera que el radiografiado es doble y parcial. El sobreespesor de corrosión para compensar la corrosión que sufre el equipo será de 2 mm, ya que debía presentar un valor entre 1 y 6 mm. Y la tolerancia de fabricación elegida ha sido de un 10% el espesor total.

Finalmente se calcula el valor del espesor tanto de los colectores como de los microreactores. En la *Tabla 11.6.9.* se muestra un resumen de los datos obtenidos para los tres colectores de Beckmann, siendo el último valor de la tabla el espesor final. Y la *Tabla 11.6.10* corresponde a los valores obtenidos para los microreactores. Hay que decir que en el caso del cálculo para los microreactores se ha utilizado el valor de diámetro más grande, sin tener en cuenta el estrechamiento. De esta manera al realizar el cálculo con el diámetro más grande se calculará el espesor más grande requerido y se aplicará el mismo para todo el reactor.

Tabla 11.6.9: Espesor de los tres colectores de la reacción de Beckmann.

	Colector 1	Colector 2	Colector 3
T (°C)	100	85	85
T (°F)	212	185	185
P (atm)	2	2	2
S (atm)	1068,3	1068,3	1068,3
E	0,85	0,85	0,85
C₁ (mm)	2	2	2
C₂ (mm)	0,1·t	0,1·t	0,1·t
T_{diseño} (°C)	120	105	105
P_{diseño} (atm)	2,2	2,2	2,2
D_i (mm)	4000	3000	3000
t	6,85	5,64	5,64
t +C2	7,54	6,20	6,20
t real	8	6,5	6,5

Tabla 11.6.10: Espesor de los tres microreactores de la reacción de Beckmann.

	Microreactor 1	Microreactor 2	Microreactor 3
T (°C)	100	85	85
T (°F)	212	194	194
P (atm)	2	2	2
S (atm)	1068,3	1068,3	1068,3
E	0,85	0,85	0,85
C₁ (mm)	2	2	2
C₂ (mm)	0,1·t	0,1·t	0,1·t
T_{diseño}	120	105	105
P_{diseño}	2,2	2,2	2,2
D_i (mm)	150	100	100
t	2,18	2,12	2,12
t +C2	2,40	2,33	2,33
t real	2,5	2,5	2,5

- Cálculo del espesor de los cabezales

Se ha decidido utilizar fondos toriesféricos, tanto para los colectores como para los microreactores debido a que son los fondos más utilizados en la industria, al ser lo suficientemente planos como para soportar los accesorios que se incluyen en ellos. Además son fáciles de construir y adecuados para la operación a presiones bajas.

La *Ecuación 11.6.22* extraída del código ASME es la utilizada para la determinación del espesor del fondo toriesférico, cuya distribución se puede observar en la *Figura 11.6.14*.

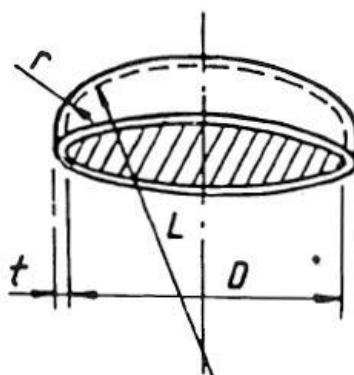


Figura 11.6.14: Esquema general de un fondo toriesférico

$$t = \frac{P \cdot L \cdot M}{2 \cdot S \cdot E - 0.2 \cdot P} \quad (\text{Ec. 11.6.22})$$

Donde:

L: radio grande del casquillo esférico

M: factor que relaciona los radios L y r de un fondo toriesférico

Se prueba primero a diseñar un fondo toriesférico decimal o Klöpper en el que el coeficiente de $L \cdot r$ es igual a 10 y en el que el radio del casquillo esférico es igual al diámetro. El fondo Klöpper aguanta únicamente presiones moderadas, así que en el caso en que se obtuviera un espesor demasiado elevado se tendría que recurrir al diseño del fondo Korboggen en el que la presión máxima admisible es mayor.

El valor del límite elástico y del factor se soldadura se mantienen como en el cálculo del espesor del cilindro, suponiendo que el fondo está soldado por dentro y por fuera. Los valores del sobreespesor por corrosión y la tolerancia de fabricación también se mantienen como en el apartado anterior. El valor del factor M se saca de las tablas del código ASME para una relación L/r igual a 10.

A continuación, en las *Tablas 11.6.11 y 11.6.12* se muestran los espesores determinadores para los fondos toriesféricos de los tres colectores y de los tres microreactores, respectivamente.

Tabla 11.6.11: Espesor de los tres fondos toriesféricos de los colectores de la reacción de Beckmann.

	Colector 1	Colector 2	Colector 3
S (atm)	1068,3	1068,3	1068,3
E	0,85	0,85	0,85
C₁ (mm)	2	2	2
C₂ (mm)	0,1·t	0,1·t	0,1·t
T_{diseño}	120	105	105
P_{diseño}	2,2	2,2	2,2
D_i (mm)	4000	3000	3000
L (mm)	4000	3000	3000
M	1,54	1,54	1,54
t	9,46	7,60	7,60
t +C₂	10,41	8,36	8,36
t real	10,5	8,5	8,5

Tabla 11.6.12: Espesor de los tres fondos toriesféricos de los microreactores de la reacción de Beckmann.

	Microreactor 1	Microreactor 2	Microreactor 3
S (atm)	1068,3	1068,3	1068,3
E	0,85	0,85	0,85
C₁ (mm)	2	2	2
C₂ (mm)	0,1·t	0,1·t	0,1·t
T_{diseño}	120	105	105
P_{diseño}	2,2	2,2	2,2
D_i (mm)	150	100	100
L (mm)	150	100	100
M	1,54	1,54	1,54
t	2,28	2,19	2,19
t +C₂	2,51	2,41	2,41
t real	2,5	2,5	2,5

Para determinar todas las dimensiones del cabezal, entre ellas la altura, que es muy importante para la determinación de la altura total del reactor, se ha utilizado la “*Calculadora de fondos Klöpper*” de la empresa metalúrgica especializada en calderería HORFASA.

A continuación, en la *Figura 11.6.15* se muestra un ejemplo de la ventana de cálculo utilizada para el cabezal del primer colector de la reacción de Beckmann. Se ha evitado mostrar todos los datos en figuras porque se creía más útil para su visualización global recogerlos en forma de tabla. En las *Tablas 11.6.13* y *11.6.14* se presentan todas las dimensiones obtenidas para los diferentes cabezales.

Calculadora de fondos KLOPPER

Diametro exterior (mm)	3846.14
Espesor (mm)	6.5
fondo Tóricosférico Tipo KLOPPER	
Diametro disco (mm)	4304
R (mm)	3846.14
r (mm)	384.614000
h (mm) >=	22.75
f (mm)	741
H (mm)	770
V (sin h) (litros)	5632
Peso (h minima) (kg)	757

Calcular

Figura 11.6.15. Calculadora de fondos Klöpper de HORFASA

Tabla 11.6.13. Dimensiones de los fondos de los colectores

	Colector 1	Colector 2	Colector 3
D_{ext} (mm)	4021	3017	3017
t real (mm)	10,5	8,5	8,5
D disco (mm)	4525	3399	3399
R (mm)	4021	3017	3017
r (mm)	402,1	301,7	301,7
h_{min} (mm)	36,75	29,75	29,75
f (mm)	773	580	580
H (mm)	820	618	618

Tabla 11.6.14. Dimensiones de los fondos de los reactores

	Microreactor 1	Microreactor 2	Microreactor 3
D_{ext} (mm)	155	105	105
t real (mm)	2,5	2,5	2,5
D disco (mm)	189	133	133
R (mm)	155	105	105
r (mm)	15,5	10,5	10,5
h_{min} (mm)	8,75	8,75	8,75
f (mm)	29	19	19
H (mm)	40	30	30

- Cálculo altura y superficie lateral de los reactores

La altura y la superficie lateral de los reactores se calculan mediante las *Ecuaciones 11.6.23* y *11.6.24*.

$$Altura_{total} = h_{reactor} + 2 \cdot h_{fondo} \quad (11.6.23)$$

$$Area_{lateral} = h_{reactor} \cdot \pi \cdot D_e \quad (11.6.24)$$

No obstante a la hora de determinar el área lateral del microreactor se ha de tener en cuenta su geometría, debido a que no tiene exactamente forma cilíndrica, sino que consta de 2 radios diferentes. Para el cálculo del área lateral de los tres microreactores se ha utilizado la *Ecuación 11.6.25*.

$$Area_{lateral} = h_1 \cdot \pi \cdot D_1 + h_2 \cdot \pi \cdot D_2 + h_3 \cdot \pi \cdot D_3 \quad (\text{Ec. 11.6.25})$$

Donde:

h_1 : altura estrechamiento (m)

D_1 : diámetro estrechamiento o mínimo (m)

h_2 : altura de la parte vertical con diámetro máximo (m)

D_2 : diámetro máximo del microreactor (m)

h_3 : altura total menos h_1 y h_2

D_3 : diámetro medio entre el máximo y el mínimo

Como se puede ver en la definición de la ecuación el diámetro 3 corresponde a una media entre el diámetro máximo y el diámetro mínimo. Esto es debido a que se trata de una zona inclinada oblicuamente al reactor y para hacer el cálculo del área lateral se ha visto conveniente estimar que se trata de un tramo con un diámetro intermedio.

En las *Tablas 11.6.15 y 11.6.16* se muestran los valores obtenidos de estos dos parámetros para los diferentes equipos que se dimensionan en este apartado.

Tabla 11.6.15: Resumen de la altura total y el área lateral de los colectores

	Colector 1	Colector 2	Colector 3
h (m)	6,00	4,00	4,00
h total (m)	7,64	5,24	5,24
Área lateral (m²)	75,79	37,91	37,91

Tabla 11.6.16: Resumen de la altura total y el área lateral de los microreactores.

	Microreactor 1	Microreactor 2	Microreactor 3
h_1 (m)	0,2	0,14	0,14
D_1 (m)	0,05	0,035	0,035
h_2 (m)	0,4	0,26	0,26
D_2 (m)	0,15	0,1	0,1
h_3 (m)	0,15	0,1	0,1
D_3 (m)	0,1	0,0675	0,0675
Área lateral (m²)	0,267	0,118	0,118
h total (m)	0,83	0,56	0,56

- Cálculo del peso del reactor vacío

Para el cálculo del peso del reactor vacío se calcula el volumen del reactor y de los cabezales y se multiplica por la densidad del acero inoxidable AISI 316L utilizando las *Ecuaciones 11.6.26, 11.6.27 y 11.6.28*. Se conoce que la densidad del acero utilizado a 20°C es de 7990 kg/m³.

$$Peso_{reactor} = Peso_{cilindro} + 2 \cdot Peso_{fondo} \quad (\text{Ec. 11.6.26})$$

$$Peso_{cilindro} = \frac{\pi}{4} \cdot (D_e - D_i)^2 \cdot h \cdot \rho_{acero} \quad (\text{Ec. 11.6.27})$$

$$Peso_{fondo} = V_{fondo} \cdot \rho_{acero} \quad (\text{Ec. 11.6.28})$$

Para conocer el volumen del fondo, es decir, el volumen de acero inoxidable utilizado se utilizan las *Ecuaciones 11.6.29, 11.6.30 y 11.6.31*. (L.Brownell, E.Young).

$$V_i = 0.084672 \cdot D_i^2 \quad (\text{Ec. 11.6.29})$$

$$V_e = 0.084672 \cdot D_e^2 \quad (\text{Ec. 11.6.30})$$

$$V_{total} = V_i - V_e \quad (\text{Ec. 11.6.31})$$

En las *Tablas 11.6.17 y 11.6.18* se muestran los resultados de volúmenes obtenidos para los fondos de los colectores y de los microreactores.

Tabla 11.6.17: Valores de los volúmenes de los fondos de los colectores

	Colector 1	Colector 2	Colector 3
V_i (m ³)	1,35	0,76	0,76
V_e (m ³)	1,369	0,771	0,771
V (m ³)	0,014	0,009	0,009
V (L)	14,26	8,66	8,66

Tabla 11.6.18: Valores de los volúmenes de los fondos de los microreactores.

	Microreactor 1	Microreactor 1	Microreactor 1
V_i (m ³)	0,0019	0,0008	0,0008
V_e (m ³)	0,0020	0,0009	0,0009
V (m ³)	0,00013	0,00009	0,00009
V (L)	0,129	0,087	0,087

En el caso de los microreactores se ha utilizado el valor del diámetro máximo del equipo, es decir, el que corresponde a la parte superior e inferior, debido a que el resultado del volumen será el mismo, al tener todo el equipo el mismo grosor.

A continuación, en las *Tablas 11.6.19* y *11.6.20* se presentan los valores obtenidos de volumen vacío de los diferentes equipos diseñados.

Tabla 11.6.19: Valores de los pesos de los colectores vacíos.

	Colector 1	Colector 2	Colector 3
Peso cilindro (kg)	6342,1	2567,6	2567,6
Peso cabezales (kg)	227,91	138,40	138,40
Peso reactor (kg)	6570,0	2706,0	2706,0

Tabla 11.6.20: Valores de los pesos de los colectores vacíos.

	Microreactor 1	Microreactor 2	Microreactor 3
Peso cilindro (kg)	7,18	3,22	3,22
Peso cabezales (kg)	0,00206	0,00139	0,00139
Peso reactor (kg)	7,179	3,217	3,217

- Cálculo del peso del reactor lleno

Para el cálculo del peso del reactor lleno es necesario conocer el peso del fluido de operación, es decir, la relación de composiciones en el reactor y la densidad de cada uno de los fluidos. Además, también se determina el peso del reactor lleno de agua. Se utiliza la *Ecuación 11.6.32*.

$$Peso_{lleno} = Peso_{vacío} + Peso_{fluido} \quad (\text{Ec. 11.6.32})$$

Para conocer el peso de los microreactores llenos se ha de determinar exactamente su volumen interno, teniendo en cuenta su geometría. Para este propósito se utilizará la *Ecuación 11.6.33*, que supone que la zona entre el estrechamiento y el diámetro máximo tiene un diámetro

intermedio y presenta forma cilíndrica. Se recuperan los datos de la *Tabla 11.6.16*, donde se presentaba la geometría del microreactor y se aplican *Ecuación 11.6.33..*

$$V = \pi \cdot r_1^2 \cdot h_1 + \pi \cdot r_2^2 \cdot h_2 + \pi \cdot r_3^2 \cdot h_3 \quad (\text{Ec. 11.6.33})$$

En las *Tablas 11.6.21.* y *11.6.22.* se muestran los volúmenes calculados de los microreactores y los pesos de todos los equipos llenos tanto de agua como de fluido de proceso.

Tabla 11.6.21: Valores de los pesos de los colectores llenos.

	Colector 1	Colector 2	Colector 3
Volumen (m³)	75,4	28,27	28,27
Densidad fluido (kg/m³)	1413,89	1367,65	1344,43
Densidad agua (kg/m³)	1000	1000	1000
Peso fluido (kg)	106607,3	38663,5	38007,0
Peso agua (kg)	75400	28270	28270
Peso reactor lleno fluido (kg)	113177,4	41369,5	40713,0
Peso reactor lleno agua (kg)	81970,0	30976,0	30976,0

Tabla 11.6.22: Valores de los pesos de los microreactores llenos.

	Microreactor 1	Microreactor 2	Microreactor 3
Volumen (m³)	0,00864	0,00253	0,00253
Densidad fluido (kg/m³)	1413,89	1367,65	1344,43
Densidad agua (kg/m³)	1000	1000	1000
Peso fluido (kg)	12,22	3,47	3,41
Peso agua (kg)	8,64	2,53	2,53
Peso reactor lleno fluido (kg)	19,39	6,68	6,63
Peso reactor lleno agua (kg)	15,82	5,75	5,75

11.6.7. Cálculo del espesor de aislamiento

El aislamiento tanto de los colectores como de los microreactores resulta necesario para evitar el intercambio de calor con el exterior y mantener las condiciones adiabáticas. Además, resulta conveniente que no se pierda calor por convección, para así poder recuperar la energía en un intercambiador de calor y poderla utilizar en alguna otra zona de la planta que requiera ser calentada. De esta forma se intentará tener un aprovechamiento de todo el calor generado en las reacciones exotérmicas.

Se elige lana de roca mineral, debido a sus buenas propiedades como aislante, tanto a temperaturas altas como a temperaturas bajas, y también como protector contra el fuego. Su estructura multidireccional (que contiene aire en su interior) y sus propiedades mecánicas no se ven afectadas aunque se den temperaturas superiores a 1000°C. Otras de sus propiedades son su resistencia a la humedad y a la compresión, su excelente eficiencia térmica y su composición no corrosiva.

Para el diseño del aislamiento se utiliza el simulador *Insulan* facilitado por la empresa *Calorcol*. Se introducen los datos de temperatura del reactor, temperatura exterior, velocidad del aire (1 m/s) y material. Además, de entre las diferentes posibilidades de densidad de la lana de roca se escogió 140 kg/m³ debido a que se hicieron pruebas y era el tipo de aislante que daba una mejor eficiencia.

Otra particularidad que tiene el simulador es que presenta los datos divididos según si se trata de una sección vertical, una superficie plana horizontal con la cara hacia arriba o una superficie plana horizontal con la cara hacia abajo. Y de cada una de las opciones anteriores, muestra el diseño ideal y el diseño práctico, que corresponde al dimensionamiento del espesor del aislante para que sea un valor típico. En este caso se ha decidido trabajar con el diseño práctico.

En las *Figuras 11.6.16 y 11.6.17* se muestran los resultados obtenidos para los diferentes sistemas de reacción, suponiendo que el aislante utilizado en los microreactores será el mismo que en los colectores. Además, los valores de la última tabla corresponden a los dos últimos sistemas de reacción, que trabajan a la misma temperatura.



CALORCOL S.A.

INFORME TÉCNICO - TRANSFERENCIA DE CALOR PARA SUPERFICIES PLANAS (CALOR)

PRODUCTO: MANTAS AISLANTES DE 140 kg/m³ FECHA: 01/05/2013

Empresa que realiza el estudio: Calorcol S.A.
 Cálculos hechos para: Simio
 Trabajo: Aislamiento R-208

DATOS DE ENTRADA

Producto	Mantas Aislantes de 140 kg/m ³
Temperatura Interior	°C 100.0
Temperatura Superficie Aislam. supuesta	°C 45.0
Temperatura Ambiente	°C 25.0
Velocidad del Aire	mi/h 2.24
Material Superficie Aislamiento	ACERO INOXIDABLE EN SERVICIO (USADO)
Emisividad Superficie Aislamiento	0.3
Material Superficie Desnuda	ACERO INOXIDABLE
Emisividad Superficie Desnuda	0.3

SUPERFICIE PLANA HORIZONTAL CARA HACIA ARRIBA

		EXACTO	RECOMENDADO
Temperatura de la Superficie	°C 38.22	44.51	
Temperatura Media	°C 156.4	162.06	
Coeficiente de Conductividad Térmica	BTU plg/pie ² h °F 0.3	0.3	
Conductancia de la película de aire	BTU/pie ² h °F 1.72	1.7	
ESPESOR DEL AISLAMIENTO	plg 0.81	0.5	
Pérdida de Calor por Radiación	BTU/pie ² h 8.2	12.49	
Pérdida de Calor por Convección	BTU/pie ² h 32.63	53.31	
Pérdida de Calor Total	BTU/pie ² h 40.84	65.8	
Pérdida de Calor Superficie Desnuda	BTU/pie ² h 351.55	351.55	
Eficiencia del Aislamiento	% 88.38	81.28	

SUPERFICIE PLANA VERTICAL

		EXACTO	RECOMENDADO
Temperatura de la Superficie	°C 40.45	47.2	
Temperatura Media	°C 158.4	164.48	
Coeficiente de Conductividad Térmica	BTU plg/pie ² h °F 0.3	0.3	
Conductancia de la película de aire	BTU/pie ² h °F 1.47	1.42	
ESPESOR DEL AISLAMIENTO	plg 0.78	0.5	
Pérdida de Calor por Radiación	BTU/pie ² h 9.69	14.4	
Pérdida de Calor por Convección	BTU/pie ² h 31.15	49.21	
Pérdida de Calor Total	BTU/pie ² h 40.84	63.62	
Pérdida de Calor Superficie Desnuda	BTU/pie ² h 289.37	289.37	
Eficiencia del Aislamiento	% 85.89	78.01	

SUPERFICIE PLANA HORIZONTAL CARA HACIA ABAJO

		EXACTO	RECOMENDADO
Temperatura de la Superficie	°C 45.18	52.3	
Temperatura Media	°C 162.67	169.07	
Coeficiente de Conductividad Térmica	BTU plg/pie ² h °F 0.3	0.3	
Conductancia de la película de aire	BTU/pie ² h °F 1.12	1.05	
ESPESOR DEL AISLAMIENTO	plg 0.72	0.5	
Pérdida de Calor por Radiación	BTU/pie ² h 12.97	18.17	
Pérdida de Calor por Convección	BTU/pie ² h 27.87	40.77	

Figura 11.6.16: Diseño del aislante del primer sistema de reacción



CALORCOL S.A.

INFORME TÉCNICO - TRANSFERENCIA DE CALOR PARA SUPERFICIES PLANAS (CALOR)

PRODUCTO: MANTAS AISLANTES DE 140 kg/m³ FECHA: 01/05/2013

Empresa que realiza el estudio: Calorcol S.A.
 Cálculos hechos para: Simio
 Trabajo: Aislamiento R-209 y R-210

DATOS DE ENTRADA

Producto	Mantas Aislantes de 140 kg/m ³
Temperatura Interior	°C 85.0
Temperatura Superficie Aislam. supuesta	°C 45.0
Temperatura Ambiente	°C 25.0
Velocidad del Aire	m³/h 2.24
Material Superficie Aislamiento	ACERO INOXIDABLE EN SERVICIO (USADO)
Emisividad Superficie Aislamiento	0.3
Material Superficie Desnuda	ACERO INOXIDABLE
Emisividad Superficie Desnuda	0.3

SUPERFICIE PLANA HORIZONTAL CARA HACIA ARRIBA

		EXACTO	RECOMENDADO
Temperatura de la Superficie	°C 38.22	40.3	
Temperatura Media	°C 142.9	144.77	
Coeficiente de Conductividad Térmica	BTU plg/pie ² h °F 0.29	0.29	
Conductancia de la película de aire	BTU/pie ² h °F 1.72	1.7	
ESPESOR DEL AISLAMIENTO	plg 0.6	0.5	
Pérdida de Calor por Radiación	BTU/pie ² h 8.2	9.59	
Pérdida de Calor por Convección	BTU/pie ² h 32.63	39.23	
Pérdida de Calor Total	BTU/pie ² h 40.84	48.82	
Pérdida de Calor Superficie Desnuda	BTU/pie ² h 265.33	265.33	
Eficiencia del Aislamiento	% 84.61	81.6	

SUPERFICIE PLANA VERTICAL

		EXACTO	RECOMENDADO
Temperatura de la Superficie	°C 40.45	42.22	
Temperatura Media	°C 144.9	146.5	
Coeficiente de Conductividad Térmica	BTU plg/pie ² h °F 0.29	0.29	
Conductancia de la película de aire	BTU/pie ² h °F 1.47	1.45	
ESPESOR DEL AISLAMIENTO	plg 0.57	0.5	
Pérdida de Calor por Radiación	BTU/pie ² h 9.69	10.9	
Pérdida de Calor por Convección	BTU/pie ² h 31.15	35.74	
Pérdida de Calor Total	BTU/pie ² h 40.84	46.64	
Pérdida de Calor Superficie Desnuda	BTU/pie ² h 218.27	218.27	
Eficiencia del Aislamiento	% 81.29	78.63	

SUPERFICIE PLANA HORIZONTAL CARA HACIA ABAJO

		EXACTO	RECOMENDADO
Temperatura de la Superficie	°C 45.18	45.64	
Temperatura Media	°C 149.17	149.57	
Coeficiente de Conductividad Térmica	BTU plg/pie ² h °F 0.29	0.29	
Conductancia de la película de aire	BTU/pie ² h °F 1.12	1.12	
ESPESOR DEL AISLAMIENTO	plg 0.51	0.5	
Pérdida de Calor por Radiación	BTU/pie ² h 12.97	13.29	
Pérdida de Calor por Convección	BTU/pie ² h 27.87	28.66	

Figura 11.6.17: Diseño del aislante del segundo y tercer sistema de reacción

11.6.8. Cálculo del calor de la reacción

La reacción de Beckmann es una reacción muy exotérmica, que como se ha comentado anteriormente requiere un gran control de la temperatura, debido a que genera mucho calor. En este subapartado se detallará el método utilizado para el cálculo del calor de reacción.

La Ecuación 11.6.34 permite determinar la entalpía de la reacción a la temperatura de operación.

$$\Delta H(T) = \Delta H(298 \text{ K}) + \int_{298 \text{ K}}^T \Delta C p_i \cdot dT \quad (\text{Ec. 11.6.34})$$

Se determina la capacidad calorífica (Cp) de la *Ecuación 11.6.32* como la capacidad calorífica de la mezcla, teniendo en cuenta la capacidad calorífica de cada uno de los componentes y su coeficiente estequiométrico en la reacción.

La capacidad calorífica de cada componente se calcula mediante la *Ecuación 11.6.35* y los datos bibliográficos de capacidades bibliográficas de la *Tabla 11.6.23*.

$$Cp \left(\frac{\text{cal}}{\text{mol} \cdot \text{K}} \right) = Cp_A + Cp_B \cdot T + Cp_C \cdot T^2 + Cp_D \cdot T^3 + Cp_E \cdot T^4 + Cp_F \cdot T^5 \quad (\text{Ec. 11.6.35})$$

Tabla 11.6.23: Capacidades caloríficas de los componentes de la reacción (cal/mol·K)

Nombre compuesto	CpA (cal/mol·K)	CpB (cal/mol·K)	CpC (cal/mol·K)	CpD (cal/mol·K)	CpE (cal/mol·K)	CpF (cal/mol·K)	Cp (100°C) (cal/mol·K)
CHO	1,17E+01	-5,64E-02	5,64E-04	-8,76E-07	5,83E-10	-1,46E-13	33,87
AS	9,43E+00	4,19E-02	-2,01E-05	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	22,26
CLS	1,17E+01	-5,64E-02	5,64E-04	-8,76E-07	5,83E-10	-1,46E-13	33,87
SO3	5,57E+00	2,80E-02	-1,77E-05	-4,54E-09	9,69E-12	-2,94E-15	13,49

Seguidamente, con la *Ecuación 11.6.36* se determina el flujo de calor que se desprende en los microreactores.

$$Q \left(\frac{\text{kJ}}{\text{h}} \right) = m_i \left(\frac{\text{mol}}{\text{h}} \right) \cdot \Delta H \left(\frac{\text{kJ}}{\text{mol}} \right) \cdot X_i \quad (11.6.36)$$

Donde:

m_i : cabal molar del reactivo limitante (ciclohexanona oxima)

X_i : conversión del reactivo limitante (ciclohexanona oxima)

AH: entalpía de la reacción

Q: flujo de calor

A continuación, se muestra la *Tabla 11.6.24* donde se resumen los valores obtenidos de capacidad calorífica de la mezcla, entalpía de la reacción a la temperatura de operación y calor de la reacción.

Tabla 11.6.24: Valores necesarios para la determinación del flujo de calor en el reactor.

	AH298 K (kJ/mol)	Cpmezcla (kJ/mol·K)	AT	Ahr (kJ/mol·K)	Q (kJ/h)
Reacción 1	-920	-0,0465	75	-95,489	-3,87E+06
Reacción 2	-920	-0,0457	60	-94,740	-1,04E+06
Reacción 3	-920	-0,0457	60	-94,740	-6,03E+05

Con el valor del flujo de calor en el reactor y los datos conocidos de la temperatura de entrada de los diversos reactivos al reactor se puede determinar qué incremento de temperatura se dará dentro del equipo. Para ello se determina una capacidad calorífica media, teniendo en cuenta la fracción molar de cada uno de los compuestos y se aplica la *Ecuación 11.6.37*.

$$Q(kW) = m \cdot Cp \cdot \Delta T \quad (\text{Ec. 11.6.37})$$

En la *Tabla 11.6.25* se muestran todos los datos intermedios del cálculo y la temperatura final de la mezcla en el reactor. Es importante comentar que para determinar la temperatura de entrada de la mezcla se ha tenido en cuenta la temperatura de cada componente multiplicada por su fracción molar.

Tabla 11.6.25: Valores necesarios para la determinación del flujo de calor en el reactor.

Compuesto	Te (°C)	Fracción Molar	Cpmedia (J/mol·K)	AT	Ts (°C)
CHO	154,1	0,0174	0,204	16,52	99,77
H ₂ SO ₄	82	0,3986	3,758		
CPL sulf	82	0,3498	4,101		
SO ₃	82	0,2342	1,304		
		1,0000	9,368		
Compuesto	Te (°C)	Fracción molar	Cpmedia (J/mol·K)	AT	Ts (°C)
CHO	154,1	0,012	0,140	11,09	85,06
H ₂ SO ₄	73	0,331	3,117		
CPL sulf	73	0,434	5,086		
SO ₃	73	0,224	1,245		
		1,000	9,589		
Compuesto	Te (°C)	Fracción molar	Cpmedia (J/mol·K)	AT	Ts (°C)
CHO	154,1	0,010	0,116	8,98	85,75
H ₂ SO ₄	76	0,294	2,775		
CPL sulf	76	0,478	5,604		
SO ₃	76	0,218	1,213		
		1,000	9,708		

11.6.9. Sistema de intercambio de calor

Se ha decidido trabajar con un reactor continuo adiabático y por lo tanto no resulta necesario que este se encuentre encamisado. No obstante, se trabaja con una reacción muy exotérmica y se dispone de un gran cabal de mezcla recirculante a elevada temperatura, de manera que se utiliza un intercambiador de calor externo al reactor para recuperar la energía generada en la reacción.

El diseño y las dimensiones de este equipo de intercambio de calor se explicarán en el *Apartado 11.12.*

11.7. Reactor de neutralización (R-211)

A continuación, se explicará de forma detallada toda la información relacionada con el reactor de neutralización. Se hablará de la reacción que se produce, el método de diseño del reactor y el cálculo del calor generado necesario para el diseño de los sistemas de intercambio de calor.

11.7.1. Reacción de neutralización

La reacción de neutralización se da para liberar la caprolactama que está en forma sulfonada y generar el sulfato de amonio que se venderá como subproducto. En este caso se ha elegido trabajar con una solución acuosa de amoníaco por varios motivos. El primero de ellos es la posibilidad de reutilizar las aguas madre que provienen de la filtración del sulfato de amonio sólido para formar la solución acuosa. Y además no se puede obviar que un reactor líquido-líquido resulta más simple en cuanto a inversión inicial y operación que un reactor gas-líquido.

Las reacciones que se están produciendo en el reactor R-211 son las siguientes:



11.7.2. Diseño reactor

Se utilizan las patentes US4138472 y WO2012/019674A2 para el diseño del reactor y la determinación de las condiciones de operación. Se decide trabajar a una presión de 6 atm, a una temperatura de 160 °C y se toma el tiempo de residencia bibliográfico de 4 minutos. Se requieren presiones elevadas para evitar la formación de dos fases en el sistema y además, se debe trabajar con una cantidad de amoníaco estequiométrica para evitar la formación de bisulfato de amonio, que resulta extremadamente corrosivo. El motivo de la operación a temperaturas elevadas está relacionado con la formación de impurezas, que disminuye al aumentar la temperatura.

Con los caudales máscicos de cada componente en cada una de las corrientes y la densidad de cada componente (calculada a su correspondiente temperatura) se determina el caudal volumétrico de entrada y salida del reactor y se calcula el volumen necesario de reactor utilizando la *Ecuación 11.7.1*.

$$V = \tau \cdot Q_{total} \quad (\text{Ec. 11.7.1})$$

En la *Tabla 11.7.1* se muestra un resumen de los caudales volumétricos de entrada y salida al reactor. Es necesario comentar que debido a la gran exotermicidad de la reacción resulta imposible trabajar con un reactor encamisado, de manera que se utiliza una mezcla recirculante, como en el caso de la reacción de Beckmann, para tener un mejor control de la temperatura.

Tabla 11.7.1: Caudales volumétricos entrada y salida al reactor R-211.

	Entrada 1 (m ³ /h)	Entrada 2 (m ³ /h)	Salida (m ³ /h)
CL	-	20,01	26,57
(NH₄)₂SO₄	-	35,20	46,74
H₂O	27,00	80,95	107,49
NH₃	6,62	-	-
CLS	-	8,19	-
H₂SO₄	-	1,94	-
SO₃	-	1,30	-
Total	33,63	147,58	180,81

Con estos datos se obtiene un volumen del reactor de 12.05 m³ y se determina el diámetro y la altura del reactor utilizando las *Ecuaciones 11.7.2* y *11.7.3*.

$$D = \sqrt[3]{\frac{V_{reactor} \cdot 4}{\pi \cdot 1.5}} \quad (\text{Ec. 11.7.2})$$

$$h = 1.5 \cdot D \quad (\text{Ec. 11.7.3})$$

La relación altura-diámetro se ha escogido entre el rango típico de valores para un reactor agitado (Perry's Chemical Engineer Handbook, 8th edition), siendo el valor de 1.5 el más empleado en la industria. Se obtiene una altura del reactor de 3.26 metros y un diámetro interno de 2.17 metros, que se redondea a la alza a 3.5 metros y 2.5 metros para trabajar con valores más típicos.

El cálculo del agua de entrada en la solución acuosa de amoníaco se ha determinado mediante las leyes de Raoult y Antoine (Ecuaciones 11.7.4 y 11.7.5, respectivamente).

$$P_{total} = P_A^\circ \cdot x_A + P_B^\circ \cdot x_B \quad (\text{Ec. 11.7.4})$$

$$\log P_i^\circ = A - \frac{B}{T+C} \quad (\text{Ec. 11.7.5})$$

Se siguió un procedimiento iterativo en el que se fijaba la temperatura a 25°C y se calculaban las presiones de vapor de los diferentes componentes a esa temperatura. Seguidamente, se iteraba con la fracción mísica de cada uno de los componentes hasta encontrar un valor de presión total igual a la presión atmosférica. Debido al bajo punto de ebullición del amoníaco, la proporción de agua calculada resultó ser del 90%, hecho que no resulta un problema, ya que permite la recuperación de la caprolactama que queda enganchada en los cristales de sulfato de amonio, mediante la recirculación de las aguas madre. Además, se considera que el cálculo es correcto debido a que coincide con el porcentaje de agua utilizado en los ejemplos que mostraban las patentes antes nombradas.

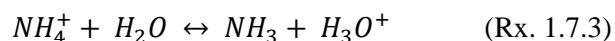
A continuación, se muestra la *Tabla 11.7.2* donde se recogen los valores de los coeficientes de Antoine y las presiones de vapor a 25°C para el amoníaco y el agua.

Tabla 11.7.2: Constantes de la ecuación de Antoine y presión parcial de cada compuesto.

	A	B	C	P _{parcial} (mm Hg)
NH ₃	17,509	2363,20	-22,621	7570,73
H ₂ O	18,304	3816,40	-46,130	23,59

Otro de los cálculos muy importantes en el momento de realizar el diseño de este reactor es la determinación del pH, ya que según las fuentes bibliográficas es importante que este parámetro se mantenga en un rango entre 4.5 y 5 durante la neutralización, porque por el contrario el sulfato de amonio obtenido no es lo suficientemente blanco.

Se ha determinado el pH según el porcentaje mísico de agua calculado anteriormente, para comprobar si se cumplía este requisito. No obstante, no se puede obviar el hecho de que para el cálculo del pH del reactor, únicamente se ha tenido en cuenta el equilibrio del amonio con el agua, debido a que se considera el más importante (Rx. 1.7.3).



Se conoce que el valor del Pka del amonio es de 9.3, de manera que se obtiene un valor de la constante de acidez de 5.01E-10 mediante la aplicación de la *Ecuación 11.7.6*.

$$Pka = -\log ka \quad (\text{Ec. 11.7.6})$$

Y seguidamente, se utiliza la *Ecuación 11.7.7* para determinar la concentración de protones en el sistema, calculando la concentración de amonio en el reactor a partir de la concentración de sulfato de amonio formado.

$$ka = \frac{[NH_3] \cdot [H_3O^+]}{[NH_4^+]} = \frac{x^2}{[NH_4^+]_i - x} \quad (\text{Ec. 11.7.7})$$

Donde:

x: concentración de protones en el reactor $[H^+]$

$[NH_4^+]_i$:Concentración de amonio en el reactor

En la *Tabla 11.7.3* se presentan los valores obtenidos de los parámetros intermedios y del pH estimado para el reactor. No obstante, al haberse calculado este valor de forma simplificada será muy importante en este reactor tener un control de pH que vaya regulando el caudal de entrada de amoníaco.

Tabla 11.7.3: Valores utilizados para la determinación del pH del reactor.

Parámetro	Valor
$(NH_4)_2SO_4$ (mol/h)	361123,83
Q_{total} (L/h)	180805,11
$(NH_4)_2SO_4$ (mol/L)	1,997
NH_4^+ (mol/L)	3,99
$[H^+]$ (mol/L)	4,47E-05
pH	4,35

Por otro lado, al trabajar con un reactor agitado la elección del agitador que se va a utilizar se considera de gran importancia. Hay que tener en cuenta que la caprolactama es un producto con una elevada viscosidad, pero al trabajar en una solución acuosa con un gran porcentaje de agua y a temperatura elevada, la viscosidad de la mezcla disminuye considerablemente.

Con una proporción del 14.5% de caprolactama, el 26% de sulfato de amonio y el 59.5% de agua se calcula una viscosidad de la mezcla de 1.32 cP. Con este valor y el valor del volumen del tanque se encuentra que la mejor opción es o una turbina o una hélice (*Figura 11.7.1*). Se opta por utilizar una turbina Rushton debido a que pueden asumir velocidades más elevadas y funcionan bien para un gran rango de viscosidades, aunque también requieran una potencia más elevada. (Coulson and Richardson's Chemical Engineering, Vol.6)

Se utilizará una turbina Rushton de 6 paletas, que gire a una velocidad de 700 rpm y con un diámetro que sea igual a 0.9 metros. Además, se añaden 4 baffles que permiten aumentar la turbulencia y evitar la formación de vórtices.

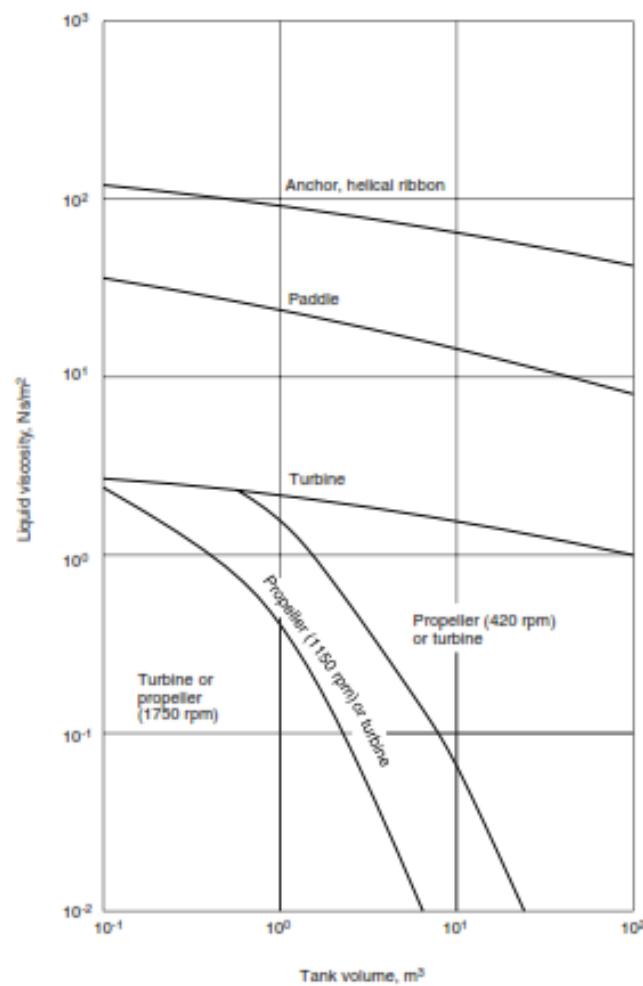


Figura 11.7.1: Elección del agitador para un tanque agitado

Para el cálculo de la potencia del agitador se utilizan las correlaciones bibliográficas presentadas en las *Ecuaciones 11.7.8* y *11.7.9* y la *Figura 11.7.2* (curva 6).

$$Re = \frac{Da^2 \cdot N \cdot \rho}{\mu} \quad (\text{Ec. 11.7.8})$$

$$N_p = \frac{P}{D_a^5 \cdot N^3 \cdot \rho} \quad (\text{Ec. 11.7.9})$$

Donde:

R: Reynolds de agitación

Np: número de potencia

Da: diámetro del agitador (m)

N: velocidad del agitador (rps)

P: potencia del agitador (W)

ρ : densidad de la mezcla (kg/m³)

μ : viscosidad de la mezcla (N·s/m²)

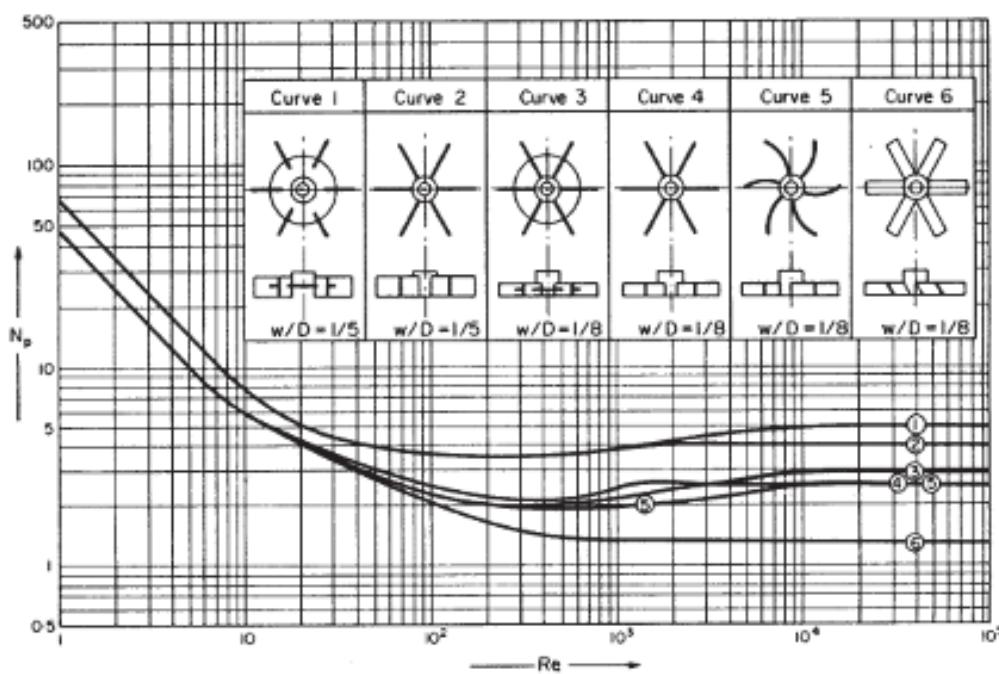


Figura 11.7.2: Relación entre el Reynolds de mezcla y el número de potencia para diferentes agitadores.

En las *Tablas 11.7.4.* y *11.7.5* se presentan los datos utilizados para la determinación de la densidad y la viscosidad de la mezcla. Las densidades de cada componente y la viscosidad del agua a la temperatura de operación se calculan mediante los coeficientes de la *Tabla 11.7.6* y las Ecuaciones *11.7.10* y *11.7.11*. En cambio, los valores de viscosidad de la caprolactama y de la densidad y la viscosidad del sulfato de amonio son bibliográficos.

Tabla 11.7.4: Cálculo de la densidad de la mezcla

	T (°C)	Densidad (kg/L)	Fracción másica	Densidad mezcla (kg/m ³)
CL	90	0,99	0,14	980,53
(NH ₄) ₂ SO ₄		1,02	0,26	
H ₂ O		0,96	0,59	

Tabla 11.7.5: Cálculo de la viscosidad de la mezcla

	T (°C)	Viscosidad (cP)	Fracción másica	Viscosidad mezcla (cP)
CL	90	6,33	0,14	1,320
(NH ₄) ₂ SO ₄		0,84	0,26	
H ₂ O		0,309	0,59	

Tabla 11.7.6: Coeficientes bibliográficos para el cálculo de densidades y viscosidades.

Densidad	CL	H ₂ O	Viscosidad	H ₂ O
Den A	0,7118	4,6137	VisA	656,25
Den B	0,254	0,26214	VisB	283,16
Den C	806	647,29	VisC	0
Den D	0,2857	0,23072	VisD	0

$$Densidad \left(\frac{kmol}{m^3} \right) = \frac{Den A}{Den B \left(1 + \left(1 - \frac{T}{Den C} \right)^{Den D} \right)} \quad (\text{Ec. 11.7.10})$$

$$\log(Viscosidad) \ (cP) = VisA \cdot \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{VisB} \right) \quad (\text{Ec. 11.7.11})$$

Se determina un Reynolds de $21.66 \cdot 10^6$, lo que equivale según la *Figura 11.7.2* a un número de potencia de 1.15. Finalmente, se determina una potencia necesaria para el agitador de 1057.33 kW, lo que corresponde según la *Figura 11.7.3* a una agitación violenta, que era la que se requería por las necesidades de mezcla debido a la presencia de partículas de sulfato de amonio.

Agitation	Applications	Power, kW/m ³
Mild	Blending, mixing	0.04–0.10
	Homogeneous reactions	0.01–0.03
Medium	Heat transfer	0.03–1.0
	Liquid-liquid mixing	1.0–1.5
Severe	Slurry suspension	1.5–2.0
	Gas absorption,	1.5–2.0
	Emulsions	1.5–2.0
Violent	Fine slurry suspension	>2.0

Figura 11.7.3: Requerimientos de potencia para tanques agitados.

Además, también se muestra la *Figura 11.7.4.* donde se puede observar la distribución sugerida para un reactor de tanque agitado. En este caso será necesario disponer de dos agitadores debido a que se ha supuesto una relación entre la altura y el diámetro del reactor mayor a uno. En la *Tabla 11.7.7.* se resumen todas las dimensiones y distribuciones internas del reactor.

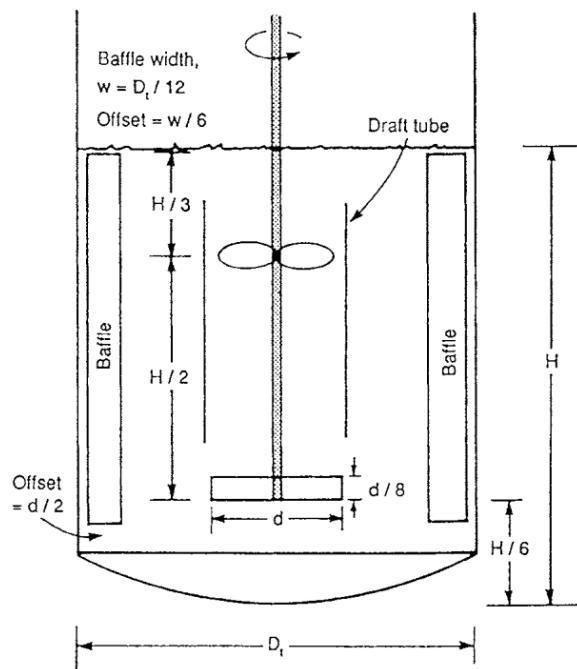


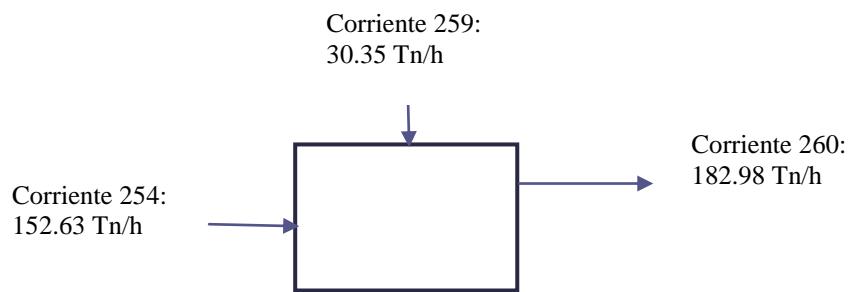
Figura 11.7.4: Distribución interna y dimensiones recomendadas para un reactor de tanque agitado

Tabla 11.7.7: Distribución interna y dimensiones elegidas para el neutralizador.

Parámetro		Valor
Agitador	$D_{agitador}$ (m)	0,9
	$w_{agitador}$ (m)	0,125
	h primer agitador (m)	0,75
	h segundo agitador (m)	2,25
4 baffles	w_{baffle} (m)	0,20
	offset (m)	0,5
	Distancia pared (m)	0,03

- Balance de materia del reactor

En este apartado se mostrará un breve resumen de la parte del balance de materia, para comprobar que se cumple el balance en el neutralizador. Únicamente se mostrarán los valores de caudales máscicos globales de entrada y salida, ya que el resto de valores ya se encuentran detallados en el *Subapartado de Balance de Materia del Apartado 1*. La *Figura 11.7* corresponde a un esquema simplificado del reactor R-211.

**Figura 11.7.5:** Comprobación del balance de materia del reactor R-211.

- Diseño mecánico reactor

Para el cálculo del diseño mecánico del reactor se utilizará la normativa ASME, tal y como se ha realizado en anteriores apartados. Lo primero que se ha de hacer es utilizar las anteriores *Ecuaciones 11.6.19* y *11.6.20* para calcular la temperatura y la presión de diseño.

Como material de diseño también se ha escogido el acero inoxidable AISI 316L, debido a que en este reactor se tiene una entrada de ácido sulfúrico libre, trióxido de azufre y caprolactama,

que son considerados reactivos muy corrosivos. Además, ya se ha comentado que otra de las ventajas de utilizar AISI 316L es que ofrece una buena conductividad térmica.

Se recupera la *Ecuación 11.6.21*, definida en el código ASME para determinar el espesor de la pared del neutralizador y se utiliza la *Tabla 11.6.6* del apartado anterior para la determinación del límite elástico.

$$\text{Espesor} = \frac{P_{dis} \cdot D_i}{2 \cdot S \cdot E - 1.2 \cdot P_{dis}} + C_1 + C_2 \quad (\text{Ec. 11.6.21})$$

Se elige un valor del factor de soldadura de 0.85 debido a que se considera que el radiografiado es doble y parcial. El sobreespesor de corrosión para compensar la corrosión que sufre el equipo será de 2 mm, ya que debía presentar un valor entre 1 y 6 mm. Y la tolerancia de fabricación elegida ha sido de un 10% el espesor total. Finalmente, el resultado obtenido y los valores intermedios se muestran en la *Tabla 11.7.8*.

Tabla 11.7.8: Espesor del neutralizador y valores intermedios para su determinación.

Parámetro	Valor
T (°C)	160
T (°F)	320
P (atm)	6
S (atm)	1068,3
E	0,85
C ₁ (mm)	2
C ₂ (mm)	0,1 · t
T _{diseño}	180
P _{diseño}	6,6
D _i (mm)	2500
t (mm)	11,13
t + C ₂	12,24
t real (mm)	13

- Cálculo del espesor de los cabezales

Se ha decidido utilizar fondos toriesféricos debido a que son los fondos más utilizados en la industria, al ser lo suficientemente planos como para soportar los accesorios que se incluyen en ellos. Además son fáciles de construir y adecuados para la operación a presiones bajas. La distribución del fondo (*Figura 11.6.14*) y la ecuación utilizada para determinar su espesor (*Ecuación 11.6.22*) se han mostrado en el *Apartado 11.6*

Como en el caso de los reactores de Beckmann se ha comprobado que un fondo toriesférico decimal o Klöpper daba un valor de grosor idóneo, se considera que la distribución de este fondo es suficiente para aguantar la presión del reactor y se calculan sus dimensiones.

El valor del límite elástico y del factor se soldadura se mantienen como en el cálculo del espesor del cilindro, suponiendo que el fondo está soldado por dentro y por fuera. Los valores del sobreespesor por corrosión y la tolerancia de fabricación también se mantienen como en el apartado anterior. El valor del factor M se saca de las tablas del código ASME para una relación L/r igual a 10.

A continuación, en la *Tabla 11.7.9* se muestra el espesor determinado para el neutralizador y algunos parámetros intermedios necesarios para el cálculo.

Tabla 11.7.9: Espesor de los fondos del neutralizador.

Parámetro	Valor
S (atm)	1068,3
E	0,85
C ₁ (mm)	2
C ₂ (mm)	0,1·t
T _{diseño}	180
P _{diseño}	6,6
D _i (mm)	2500
L (mm)	2500
M	1,54
t	16,00
t +C ₂	17,60
t real	18

Para la determinación de todas las dimensiones del cabezal, entre ellas la altura, que es muy importante para el cálculo de la altura total del reactor, se ha utilizado la “*Calculadora de fondos Klöpper*” de la empresa metalúrgica especializada en calderería HORFASA. En la *Tabla 11.7.10* se presentan todas las dimensiones obtenidas mediante el simulador para los dos cabezales.

Tabla 11.7.10. Dimensiones de los fondos del neutralizador.

Parámetro	Valor
D_{ext} (mm)	2536
t real (mm)	18
D disco (mm)	2932
R (mm)	2536
r (mm)	253,6
h_{min} (mm)	63
f (mm)	483
H (mm)	564

- Cálculo altura y superficie lateral de los reactores

La altura y la superficie lateral del neutralizador se calcula mediante las *Ecuaciones 11.6.23* y *11.6.24* del apartado anterior, que se volverán a mostrar aquí para facilitar el entendimiento del cálculo.

$$Altura_{total} = h_{reactor} + 2 \cdot h_{fondo} \quad (11.6.23)$$

$$Area_{lateral} = h_{reactor} \cdot \pi \cdot D_e \quad (11.6.24)$$

En la *Tabla 11.7.11* se muestran los valores obtenidos de estos dos parámetros para el equipo en cuestión.

Tabla 11.7.11: Resumen de la altura total y el área lateral del reactor.

Parámetro	Valor
h (m)	3,50
h total (m)	4,63
Área lateral (m^2)	27,88

- Cálculo del peso del reactor vacío

Para el cálculo del peso del reactor vacío se utilizan las *Ecuaciones 11.6.26*, *11.6.27* y *11.6.28*, que tal y como se puede observar a continuación están basadas en el factor entre la densidad del acero inoxidable (7990 kg/m^3 a 20°C) y el volumen de este material en el equipo. Además, se ha de tener en cuenta tanto el volumen de acero en la parte cilíndrica como en los fondos.

$$Peso_{reactor} = Peso_{cilindro} + 2 \cdot Peso_{fondo} \quad (\text{Ec. 11.6.26})$$

$$Peso_{cilindro} = \frac{\pi}{4} \cdot (D_e - D_i)^2 \cdot h \cdot \rho_{acero} \quad (\text{Ec. 11.6.27})$$

$$Peso_{fondo} = V_{fondo} \cdot \rho_{acero} \quad (\text{Ec. 11.6.28})$$

Para conocer el volumen de los dos cabezales se utilizan las *Ecuaciones 11.6.29, 11.6.30 y 11.6.31*. (L.Brownell, E.Young), también extraídas del *Apartado 11.6*. Los resultados obtenidos se presentan en forma de tabla. (*Tabla 11.7.12*).

$$V_i = 0.084672 \cdot D_i^2 \quad (\text{Ec. 11.6.29})$$

$$V_e = 0.084672 \cdot D_e^2 \quad (\text{Ec. 11.6.30})$$

$$V_{total} = V_i - V_e \quad (\text{Ec. 11.6.31})$$

Tabla 11.7.12: Valores del volumen de los fondos del reactor.

Parámetro	Valor
$V_i (m^3)$	0,529
$V_e (m^3)$	0,545
$V (m^3)$	0,01535
$V (L)$	15,351

A continuación, en las *Tabla 11.7.13* se presenta el peso de la parte cilíndrica, el peso de los cabezales y el peso global del reactor vacío.

Tabla 11.7.13: Peso del reactor de neutralización vacío.

Parámetro	Valor
Peso cilindro (kg)	3981,9
Peso cabezales (kg)	245,30
Peso reactor (kg)	4227,2

- Cálculo del peso del reactor lleno

Se calculará el peso del reactor de neutralización lleno de agua y lleno del fluido de operación. Para el segundo de los casos es necesario conocer la relación de composiciones en el sistema y la densidad de cada uno de los componentes que hay presentes. Se vuelve a mostrar la *Ecuación 11.6.32*.que se había utilizado en el apartado anterior.

$$Peso_{lleno} = Peso_{vacío} + Peso_{fluido} \quad (\text{Ec. 11.6.32})$$

En las *Tabla 11.7.14* se muestra los valores del peso del neutralizador ya sea lleno de agua o del fluido de proceso.

Tabla 11.7.14: Peso del reactor de neutralización lleno.

Parámetro	Valor
Volumen (m ³)	17,21
Densidad fluido (kg/m ³)	980,53
Densidad agua (kg/m ³)	1000
Peso fluido (kg)	16875,6
Peso agua (kg)	17210,7
Peso reactor lleno fluido (kg)	21102,8
Peso reactor lleno agua (kg)	21437,9

11.7.3. Cálculo del espesor de aislamiento

El aislamiento del equipo resulta necesario por motivos de seguridad en la planta y además, resulta conveniente para que no se pierda calor por convección y así poder reutilizarla en alguna otra zona de la planta.

Se ha elegido de nuevo lana de roca mineral, debido a sus buenas propiedades como aislante en un amplio rango de temperaturas. Además, su estructura multidireccional y sus propiedades mecánicas no se ven afectadas aunque se den temperaturas superiores a 1000°C, de manera que resulta resistente al fuego. Otras de sus propiedades que lo hacen tan eficaz son su resistencia a la humedad y a la compresión, su excelente eficiencia térmica y su composición no corrosiva.

Para el diseño del aislamiento se utiliza el simulador *Insulan* facilitado por la empresa *Calorcol*. Se introducen los datos de temperatura del reactor, temperatura exterior, velocidad del aire (1 m/s) y material. Entre las diferentes densidades de lana de roca mineral que se puede utilizar, se ha decidido elegir la de 140 kg/m³ debido a que se ha comprobado que es la que mejor eficiencia presenta.

En la *Tabla 11.7.15* se muestran los valores de espesor del aislante, temperatura de la superficie del aislante y eficiencia para las partes horizontales (cara hacia arriba o cara hacia abajo) y la superficie lateral vertical. Y en la *Figura 11.7.5* se muestra la ficha técnica facilitada por la empresa *Insulan*.

Tabla 11.7.15: Diseño del aislante del neutralizador.

Parámetro	Valor
T_{interna}	160
T_{externa}	25
Superficie plana horizontal cara hacia arriba:	
Temperatura superficie Aislante (°C)	38,23
Conductividad térmica K (Btu·plg/pie ² ·h·F)	0,32
Espesor (plg)	2
Espesor (mm)	50,8
Eficiencia (%)	95,27
Superficie plana vertical:	
Temperatura superficie Aislante (°C)	40,6
Conductividad térmica K (Btu·plg/pie ² ·h·F)	0,32
Espesor (plg)	2
Espesor (mm)	50,8
Eficiencia (%)	94,37
Superficie plana horizontal cara hacia abajo:	
Temperatura superficie Aislante (°C)	45,82
Conductividad térmica K (Btu·plg/pie ² ·h·F)	0,32
Espesor (plg)	2
Espesor (mm)	50,8
Eficiencia (%)	92,55



CALORCOL S.A.

INFORME TÉCNICO - TRANSFERENCIA DE CALOR PARA SUPERFICIES PLANAS (CALOR)

PRODUCTO: MANTAS AISLANTES DE 140 kg/m³ FECHA: 01/05/2013

Empresa que realiza el estudio: Calorcol S.A.
 Cálculos hechos para: Simio
 Trabajo: Aislamiento R-211

DATOS DE ENTRADA

Producto	Mantas Aislantes de 140 kg/m ³
Temperatura Interior	°C 90.0
Temperatura Superficie Aislam. supuesta	°C 45.0
Temperatura Ambiente	°C 25.0
Velocidad del Aire	mi/h 2.24
Material Superficie Aislamiento	ACERO INOXIDABLE EN SERVICIO (USADO)
Emisividad Superficie Aislamiento	0.3
Material Superficie Desnuda	ACERO INOXIDABLE
Emisividad Superficie Desnuda	0.3

SUPERFICIE PLANA HORIZONTAL CARA HACIA ARRIBA

		EXACTO	RECOMENDADO
Temperatura de la Superficie	°C 38.22	41.71	
Temperatura Media	°C 147.4	150.54	
Coeficiente de Conductividad Térmica	BTU plg/pie ² h °F 0.29	0.29	
Conductancia de la película de aire	BTU/pie ² h °F 1.72	1.69	
ESPESOR DEL AISLAMIENTO	plg 0.67	0.5	
Pérdida de Calor por Radiación	BTU/pie ² h 8.2	10.55	
Pérdida de Calor por Convección	BTU/pie ² h 32.63	43.86	
Pérdida de Calor Total	BTU/pie ² h 40.84	54.41	
Pérdida de Calor Superficie Desnuda	BTU/pie ² h 293.44	293.44	
Eficiencia del Aislamiento	% 86.08	81.46	

SUPERFICIE PLANA VERTICAL

		EXACTO	RECOMENDADO
Temperatura de la Superficie	°C 40.45	43.9	
Temperatura Media	°C 149.4	152.51	
Coeficiente de Conductividad Térmica	BTU plg/pie ² h °F 0.29	0.29	
Conductancia de la película de aire	BTU/pie ² h °F 1.47	1.44	
ESPESOR DEL AISLAMIENTO	plg 0.64	0.5	
Pérdida de Calor por Radiación	BTU/pie ² h 9.69	12.06	
Pérdida de Calor por Convección	BTU/pie ² h 31.15	40.17	
Pérdida de Calor Total	BTU/pie ² h 40.84	52.23	
Pérdida de Calor Superficie Desnuda	BTU/pie ² h 241.43	241.43	
Eficiencia del Aislamiento	% 83.08	78.37	

SUPERFICIE PLANA HORIZONTAL CARA HACIA ABAJO

		EXACTO	RECOMENDADO
Temperatura de la Superficie	°C 45.18	47.88	
Temperatura Media	°C 153.67	156.09	
Coeficiente de Conductividad Térmica	BTU plg/pie ² h °F 0.29	0.3	
Conductancia de la película de aire	BTU/pie ² h °F 1.12	1.09	
ESPESOR DEL AISLAMIENTO	plg 0.58	0.5	
Pérdida de Calor por Radiación	BTU/pie ² h 12.97	14.9	
Pérdida de Calor por Convección	BTU/pie ² h 27.87	32.64	

Figura 11.7.5: Diseño del aislante del neutralizador.

11.7.4. Cálculo del calor de la reacción

Aunque en un principio no se tienen datos bibliográficos de la entalpía de la reacción de neutralización, se conoce que esta es una reacción bastante exotérmica. Para poder utilizar la *Ecuación 11.6.34* (ya mostrada anteriormente), se requiere conocer el valor de la entalpía de reacción a 298 K. Este parámetro se calcula a partir de la *Ecuación 11.7.12*, que utiliza las entalpías de formación bibliográficas de cada uno de los componentes que participan en la reacción.

$$\Delta H(T) = \Delta H(298 K) + \int_{298 K}^T \Delta C p_i \cdot dT \quad (\text{Ec. 11.6.34})$$

$$\Delta H(298 K) = \sum u_i \cdot \Delta H f_i \quad (\text{Ec. 11.7.12})$$

Donde:

u_i : coeficiente estequiométrico de cada componente

$\Delta H f_i$: entalpía de formación de cada componente

Al llevarse a cabo la reacción de formación de ácido sulfúrico a partir de trióxido de azufre y la reacción de formación de sulfato de amonio, se han de tener en cuenta las entalpías de ambas reacciones, ya que ambas contribuirán en la formación de calor en el sistema.

En la *Tabla 11.7.16* se muestran los valores de entalpía de formación de cada componente, las entalpías de reacción estándar de las dos reacciones que se producen y la entalpía global.

Tabla 11.7.16: Entalpías de reacción estándar de las reacciones producidas en el neutralizador

Compuesto	Ahf (kJ/mol)	Coeficiente Esteq. [1]	Coeficiente Esteq. [2]	Ahr1 (298K)	Ahr2 (298K)	Ahtotal (298K)
SO ₃	-438	-1	0	438	0	
H ₂ O	-241,60	-1	0	241,60	0	
NH ₃	-45,645	0	-2	0	91,291	
CLS	-	0	0	0	0	
(NH ₄) ₂ SO ₄	-1179,3	0	1	0	-1179,3	
CL	-	0	0	0	0	
H ₂ SO ₄	-734,47	1	-1	-734,47	734,47	
Global				-54,86	-353,54	-408,40

Y seguidamente se determina el segundo término de la *Ecuación 11.6.34* para determinar la entalpía a la temperatura de reacción. Los datos intermedios de capacidades caloríficas y el valor final de capacidad calorífica de la mezcla, donde se han tenido en cuenta los coeficientes estequiométricos, se muestran en la *Tabla 11.7.17*.

Tabla 11.7.17: Cálculo de la entalpía a la temperatura de reacción.

Compuesto	CpA	CpB	CpC	CpD	CpE	CpF	Cp a 160°C	Cp ₁ (cal/mol·K)	Cp ₂ (cal/mol·K)
SO ₃	5,57E+00	2,80E-02	-1,77E-05	-4,54E-09	9,69E-12	-2,94E-15	1,43E+01	-1,43E+01	0,00E+00
H ₂ O	7,98E+00	-6,88E-04	2,78E-06	1,92E-09	-3,04E-12	9,16E-16	8,26E+00	-8,26E+00	0,00E+00
NH ₃	8,04E+00	-4,26E-03	2,80E-05	-2,93E-08	1,34E-11	-2,32E-15	9,49E+00	0,00E+00	-1,90E+01
CLS	1,17E+01	-5,64E-02	5,64E-04	-8,76E-07	5,83E-10	-1,46E-13	-	0,00E+00	0,00E+00
(NH ₄) ₂ SO ₄	5,16E+01	-	-	-	-		5,16E+01	0,00E+00	5,16E+01
CL	-	-	-	-	-	-	-	0,00E+00	0,00E+00
H ₂ SO ₄	9,43E+00	4,19E-02	-2,01E-05	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	2,38E+01	2,38E+01	-2,38E+01
Global								1,22	8,81

Hay que comentar que la capacidad calorífica de cada componente se ha calculado a partir de los coeficientes mostrados en la *Tabla 11.7.16* y la *Ecuación 11.6.35* que se había presentado anteriormente. Una vez obtenidos estos parámetros se aplica la *Ecuación 11.6.34* y se obtiene una entalpía global de reacción a 160°C de 468.93 kJ/mol.

Finalmente, se recupera la *Ecuación 11.6.36* del apartado anterior y con el valor del cabal molar del amoníaco se determina un flujo de calor de $-4.18 \cdot 10^7$ kJ/h.

$$Q \left(\frac{kJ}{h} \right) = m_i \left(\frac{mol}{h} \right) \cdot \Delta H \left(\frac{kJ}{mol} \right) \cdot X_i \quad (11.6.36)$$

Donde:

m_i : cabal molar del reactivo limitante (ciclohexanona oxima)

X_i : conversión del reactivo limitante (ciclohexanona oxima)

ΔH : entalpía de la reacción

Q: flujo de calor

Finalmente, se ha querido determinar el calor necesario para calentar hasta la temperatura de reacción todos los reactivos que entran al sistema y así determinar el valor del calor neto de reacción, a partir del cual se diseñará el sistema de intercambio de calor. Para ello se utiliza la *Ecuación 11.6.35*

$$Q(kW) = m \cdot C_p \cdot \Delta T \quad (\text{Ec. 11.6.37})$$

En la *Tabla 11.7.18* se muestran los valores de calor necesario para calentar cada uno de los compuestos que entra al reactor de neutralización.

Tabla 11.7.18: Determinación del calor necesario para calentar los reactivos

Compuesto	M (mol/h)	Te (°C)	Tr (°C)	Salto térmico	Q necesario (J/h)
SO ₃	25845,91	85	160	75	9,93E+07
H ₂ O	1516491,44	25	160	135	6,86E+09
NH ₃	178247,65	25	160	135	8,44E+08
CLS	57872,61	85	160	75	4,68E+08
(NH ₄) ₂ SO ₄	272000,00	100	160	60	3,52E+09
CL	176500,00	100	160	60	1,18E+09
H ₂ SO ₄	34341,61	85	160	75	2,16E+08
H ₂ O recirc.	4551000	100	160	60	9,19E+09

Se obtiene un calor global necesario de $2.24 \cdot 10^7$ kJ/h, que es aproximadamente la mitad del calor de reacción y por lo tanto se tiene un calor neto de reacción de $1.94 \cdot 10^7$ kJ/h. Y además, se ha de añadir el calor generado por la agitación que se determina mediante la *Ecuación 11.7.13*.

$$Q_{\text{agitación}} = \left(\frac{0.92 \cdot P_{\text{agitación}}}{1000} \right) \cdot 3600 \quad (\text{Ec. 11.7.13})$$

Donde:

Q_{agitación}: calor generado por la agitación (kJ/h)

P_{agitación}: Potencia requerida por el agitador (W)

El calor que se genera con la agitación es de $3.502 \cdot 10^6$ kJ/h y por lo tanto, el calor neto en el reactor es de $-2.293 \cdot 10^7$ kJ/mol.

11.7.5. Sistema de intercambio de calor

Se había decidido trabajar con un sistema isotermo con un intercambiador de calor de media caña para mantener la temperatura constante. Sin embargo, en momento de realizar el diseño de la media caña resulta imposible disipar todo el calor con el área máxima disponible establecida según la *Ecuación 11.7.14*.

$$A_{totalmáxima} = 2 \cdot \pi \cdot H \cdot R \quad (\text{Ec. 11.7.14})$$

Por lo tanto, se decide optar por un sistema adiabático con un intercambiador situado a la salida del reactor y que utiliza una masa recirculante para conseguir disipar todo el calor que se genera durante la reacción, que es altamente exotérmica. El diseño de este intercambiador se explicará en el *Apartado 11.12*.

11.8. Columnas de separación

11.8.1. Columnas de destilación

La destilación es una operación básica que se emplea para separar dos o más líquidos miscibles de una mezcla, o para separar el disolvente de los solutos no volátiles. Se aplica, por tanto, para separar y purificar sustancias.

La destilación consiste fundamentalmente en calentar la mezcla hasta su ebullición; los vapores, refrigerados y condensados, se recogen en forma líquida.

Según las condiciones y técnicas operativas empleadas, la destilación puede ser de varios tipos: destilación simple, destilación fraccionada, destilación a presión reducida, etc. La destilación simple es una operación en una sola etapa de vaporización-condensación. Se utiliza un recipiente (matraz de destilación) en el que se calienta la mezcla hasta su punto de ebullición, y un refrigerante en el que se condensan los vapores. En la destilación simple de una mezcla binaria ideal en un intervalo de temperatura, el destilado es una mezcla de composición distinta al líquido original, enriquecida en el componente más volátil, en tanto que el residuo se ha enriquecido en el componente menos volátil. Si el destilado y el residuo se destilan parcialmente de nuevo, por separado, obtendríamos otro destilado más rico en el componente más volátil y otro residuo más rico en el componente menos volátil. Repitiendo estas operaciones varias veces, llegaríamos a obtener un destilado y un residuo que prácticamente serían los componentes puros. Esta serie de destilaciones simples parciales pueden realizarse

automáticamente empleando una columna de fraccionamiento, que se coloca entre el matraz de destilación y el refrigerante. Una columna de fraccionamiento consta de un tubo de vidrio de gran superficie interna (relleno) que facilita el intercambio de calor entre el vapor ascendente (más caliente) y el condensado descendente (más frío). Con ello, aparecen a lo largo de la columna multitud de vaporizaciones y condensaciones (equilibrios líquido-vapor), resultando que, a medida que se asciende en la columna, el vapor es cada vez más rico en uno de los componentes, mientras que el residuo se enriquece en el otro. Con una columna suficientemente larga, los productos de la destilación fraccionada (destilado y residuo) pueden ser los componentes puros.

La columna puede ser de dos tipos, de platos o de relleno, para poder hacer la selección del tipo de columna habrá que tener en cuenta aspectos funcionales: eficacia de contacto, capacidad de carga y caída de presión.

La columna de platos proporciona:

- Una mayor facilidad de limpieza.
- Mayor resistencia a las fluctuaciones de temperatura.
- Menor costo de compra inicial.
- Mayor facilidad de control de la temperatura de trabajo.
- Las corrientes laterales son más fácilmente eliminadas en las torres de platos.
- Eficiencia menor debido a que el área superficial es menor.
- El peso suele ser menor, evitando costes de fundición, soportes...

La columna de relleno proporciona:

- Menor caída de presión del gas.
- Menor tiempo de retención del líquido.
- Valores altos de trabajo de la relación líquido-gas.
- Operan con menor burbujeo de gas en el líquido.
- Óptima para substancias corrosivas.

La planta de producción de caprolactama Simio requiere tres columnas de destilación.

- Columna de destilación a vacío (CD-201)

Esta columna está diseñada para separar la ciclohexanona oxima del tolueno y el agua procedente de los reactores-decantadores de la oximación. Por colas se obtiene ciclohexanona oxima pura, por cabezas sale el tolueno con el agua.

Esta columna trabaja a vacío ya que los tres componentes a separar forman un azeótropo heterogéneo. Para saltar el azeótropo, el punto de éste puede moverse cambiando la presión, la presión se fija de forma tal que el azeótropo quede cerca del 100% de concentración. Esta columna será de relleno para minimizar los efectos de las pérdidas de presión.

- Columna de destilación de agua (CD-202)

Columna de destilación de la solución IPL con un alto contenido en agua, esta columna tiene como objetivo eliminar el agua generada durante la reacción de producción de hidroxilamina y producción de ciclohexanona oxima.

- Columna purificación caprolactama (CD-301)

En esta columna se lleva a cabo la separación de la caprolactama final de su contenido en agua y trazas de tolueno, se trata de una columna de platos en la que el producto por cabezas es una corriente residual de agua y tolueno y por colas el producto final (caprolactama con algo de agua).

11.8.2. Diseño columna CD-201

Para el diseño de las columnas se ha utilizado el simulador informático Hysys 7.1, este programa proporciona los parámetros básicos de diseño y da información sobre las dimensiones y composiciones de las corrientes de salida del equipo simulado.

Inicialmente se realiza un método aproximado (shortcut), este proporciona una primera estimación de los valores de diseño.

Tabla 11.8.1 Shortcut columna CD-201

Parámetro	Valor
Número mínimo de etapas de equilibrio	4.781
Número actual de etapas de equilibrio	8.951
Plato óptimo de alimentación	4.29
Relación de reflujo mínima	0.79

Para la obtención de estos valores se han debido introducir la presión de operación de la columna, la relación de reflujo y la composición, caudal y temperatura de la corriente de entrada.

Gracias a los resultados obtenidos mediante el método aproximado se puede llevar a cabo el método riguroso a través de Hysys y así obtener el diseño final de la columna.

La tabla 11.8.2 y 11.8.3 muestran las características de esta columna y cómo modifica la corriente de entrada para dar dos corrientes de salida con las características deseadas.

Tabla 11.8.2 Propiedades de las corrientes de la columna CD-201.

	ALIMENTO	CABEZAS	COLAS
Caudal másico (Kg/h)	$3.3 \cdot 10^4$	$2.65 \cdot 10^4$	6518
Caudal molar (Kmol/h)	368.4	310.8	57.6
Temperatura (°C)	70	39.66	154.1
Presión (atm)	0.2	0.15	0.2
Densidad (kg/m³)	865.8	873	799.5
Entalpia (KJ/Kg)	-5320	-148.8	$-2.25 \cdot 10^4$
Flujo de calor (KJ/h)	$-1.96 \cdot 10^6$	$-3.95 \cdot 10^6$	$-1.29 \cdot 10^7$

Tabla 11.8.3 Composición de las corrientes de la columna CD-201.

	CHO	TOLUENO	AGUA
ALIMENTO	0.157	0.765	0.077
CABEZAS	0	0.908	0.092
COLAS	1	0	0

Una vez simulada la columna, el programa Hysys mediante la opción Tray Sizing proporciona los parámetros físicos de la columna como son el diámetro, altura, % de inundación...

Los resultados obtenidos para la columna CD-201 son los siguientes:

Tabla 11.8.4 Características de diseño, columna CD-201

Parámetro	Valor
Diámetro (m)	1.896
Altura (m)	5.267
Máxima inundación (%)	81.69
Nº de platos teóricos	9
HETP (m)	0.585

- Diseño interno columna CD-201

El diseño interno de una columna de destilación es un aspecto muy importante, ya que determina el buen funcionamiento de esta. Se ha optado por utilizar una columna de relleno por dos motivos, el primero es que este equipo trabaja a vacío y el relleno provoca una menor caída de presión en el interior de la columna, por lo tanto se garantiza una correcta circulación de los componentes por su interior. La segunda característica es que la corriente a destilar es ácida y el relleno es más adecuado para este tipo de condiciones.

Para un correcto funcionamiento de la columna de relleno en su interior debe albergar diferentes componentes, como son el propio relleno, soportes, distribuidores...

La siguiente figura muestra un corte transversal de una columna de relleno con todos sus componentes.

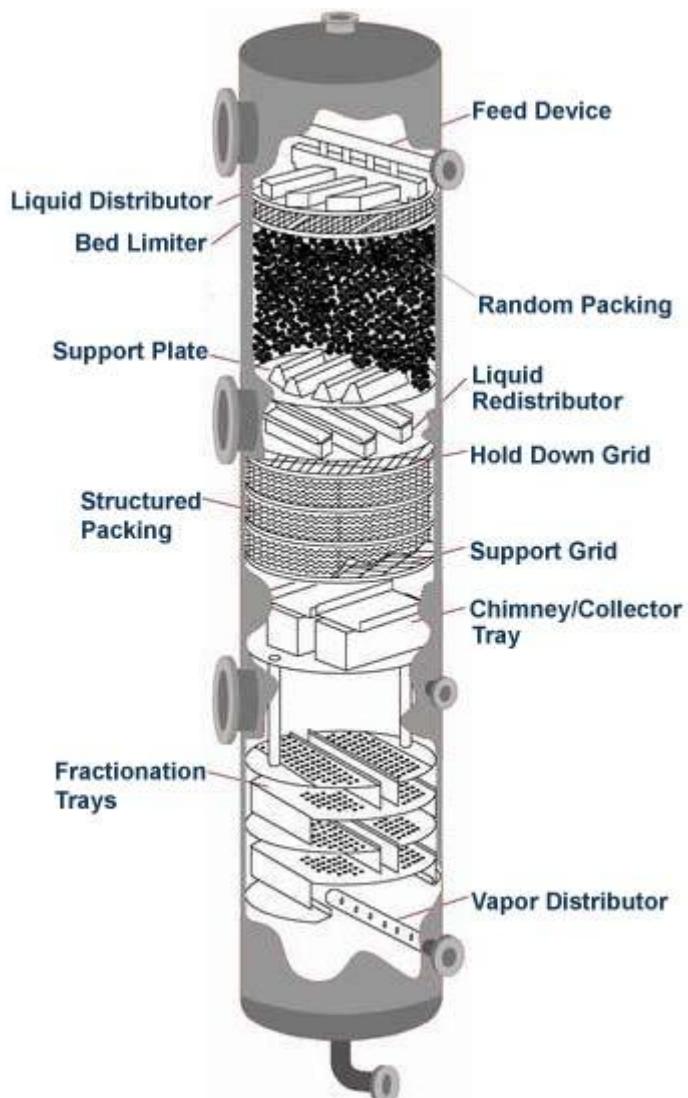


Figura 11.8.1 Componentes internos de una columna de destilación.

- Selección del tipo de relleno

En las columnas de relleno la operación de transferencia de masa se lleva a cabo de manera continua. La función principal del relleno consiste en aumentar la superficie de contacto entre el líquido y el vapor, aumentar la turbulencia y por tanto mejorando la eficacia. A medida que aumenta el tamaño del relleno disminuye la eficiencia de la transferencia de materia y aumenta la pérdida de carga, por tanto para determinar el tamaño óptimo de relleno habrá que llegar a un compromiso entre estos dos factores.

Se tienen varios tipos de relleno:

- Al azar: este tipo de relleno es bastante económico y suele ser de materiales resistentes a la corrosión (metálicos, cerámicos o de plástico). Los rellenos más empleados eran los anillos Rashig y las sillas o monturas Berl, pero ahora han sido reemplazados por otros más eficientes como los anillos Pall, las monturas Intalox y los anillos Bialecki.

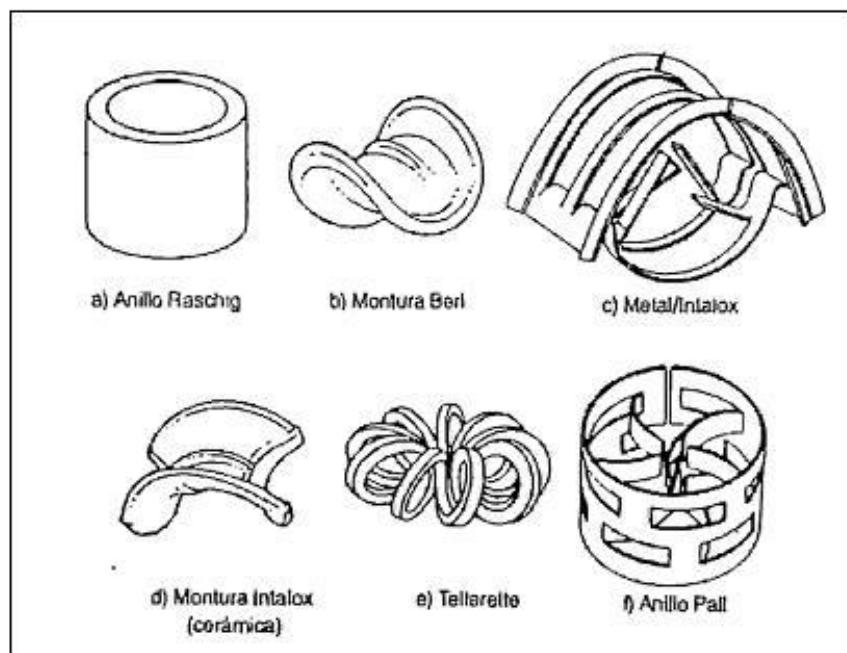


Figura 11.8.2 Tipos de relleno al azar.

- Estructurado: es bastante más caro por unidad de volumen que el relleno al azar, pero ofrece mucha menos pérdida de carga por etapa y tiene mayor eficiencia y capacidad.



Figura 11.8.3 Relleno estructurado Mellapak 250.Y/X.

La columna CD-201 funcionará con un tipo de relleno estructurado debido a las condiciones de trabajo requeridas. El tipo de relleno elegido es el Mellapak 250 X de la empresa Sulzer como se puede ver en la figura anterior. Este relleno es el más utilizado en todo el mundo, tiene un excelente rendimiento en columnas con diámetros de hasta 15m. La caída de presión por etapa teórica es de 0.3-1 mbar.

- Distribuidor de líquido

Es necesario disponer de un distribuidor de líquido en la parte superior de la columna para asegurar que el líquido moje de manera uniforme todo el relleno y no se desplace hacia las paredes. En este caso se ha elegido un distribuidor VK de la empresa Sulzer.

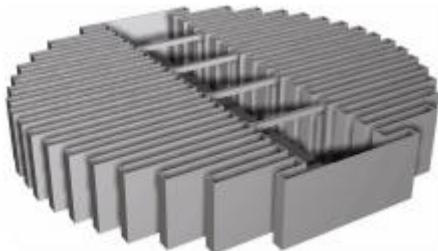


Figura 11.8.4 Distribuidor VK.

- Redistribución

Las columnas de relleno utilizan redistribuidores de líquido por encima de cada paquete de relleno para proporcionar una distribución uniforme del líquido. La redistribución de líquido entre lechos de relleno mejora la eficiencia. Otra propiedad que proporcionan los redistribuidores es soportar parte del peso de la columna empacada que tiene por encima. El

colector SLT de Sulzer combina una rejilla de soporte de relleno con un colector de líquido. Puede soportar la carga directa de rellenos con áreas de superficie de hasta $350 \text{ m}^2/\text{m}^3$. Este elemento se coloca cada 6 metros de distancia, por lo tanto será necesario uno para la columna CD-201.



Figura 11.8.5 Redistribuidor con soporte SLT de Sulzer.

- Soporte de relleno

En este caso solo se utiliza un soporte de relleno en la parte inferior de la columna debido a que el redistribuidor también nos hace de soporte, el soporte elegido es el TE de la empresa Sulzer. Esta diseñado con placas de goteo para evitar la inundación prematura del relleno.

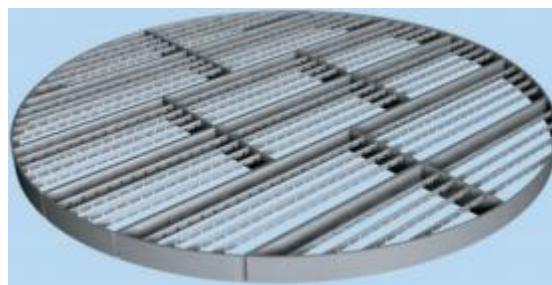


Figura 11.8.6 Soporte de relleno, TE.

- Entrada de líquido

La entrada del alimento líquido se hace a través de un inyector de líquido del tipo LV que se utiliza para alimentos 100% líquidos y columnas con diámetro inferior a 3 m.



Figura 11.8.7 Pipeta de entrada LV.

■ Diseño mecánico de la columna CD-201

El material utilizado para la construcción de esta columna será el acero AISI 304, esta columna tiene una corrosión menor que la CD-202, que utiliza acero AISI 316, por lo tanto con este material cubriremos las necesidades operacionales de este equipo y abarataremos costes de producción del equipo. Se considera que los acabados se harán con un radiografiado de $E=0,85$.

Se utiliza el código ASME para la determinación del grosor de la pared de la columna. La ecuación empleada para el elemento cilíndrico en función del radio es la siguiente.

$$t = \frac{P \cdot R}{S \cdot E - 0.6 \cdot P} + C_1 \quad (Ec. 11.8.1)$$

Para el cálculo de la presión de diseño y la temperatura de diseño se utilizaran las siguientes ecuaciones.

$$P_{diseño} = P_{trabajo} + 0.2 \cdot P_{trabajo} \quad (Ec. 11.8.2)$$

$$T_{diseño} = T_{trabajo} + 20^{\circ}C \quad (Ec. 11.8.3)$$

Donde:

t es el espesor mínimo requerido (mm).

P es la presión de diseño o presión máxima de trabajo permitida (0.24bar).

R es el radio interior (1896 mm).

S es el valor del esfuerzo máximo permisible del material a la temperatura de diseño (951.5 bar)

E es el coeficiente de soldadura (0.85).

C_1 es la tolerancia a la corrosión (1 mm).

El valor obtenido se redondea al alza y se sobredimensiona.

$$t = 1.56\text{mm} \approx 2\text{mm}$$

El espesor del fondo y la cabeza toriesférica en función de la presión interna se obtiene de la siguiente ecuación.

$$t = \frac{P \cdot L \cdot M}{2 \cdot S \cdot E - 0.2 \cdot P} + C_1 \quad (\text{Ec. 11.8.4})$$

Donde:

t es el espesor mínimo requerido (mm).

P es la presión de diseño o presión máxima de trabajo permitida (bar).

R es el radio interior (mm).

S es el valor del esfuerzo máximo permisible del material a la temperatura de diseño (951.5 bar)

E es el coeficiente de soldadura (0.85).

L es la longitud del cilindro y los dos fondos (mm)

M es la relación entre la longitud y el radio interno del fondo (1.54).

El valor obtenido se redondea al alza y se sobredimensiona.

$$t = 0.841\text{mm} \approx 1\text{mm}$$

El espesor del fondo y la cabeza toriesférica en función de la presión externa se obtiene de la siguiente ecuación.

$$t = \frac{1.67 \cdot P \cdot L \cdot M}{2 \cdot S - 0.2 \cdot 1.67 \cdot P} \quad (\text{Ec. 11.8.5})$$

El valor obtenido se redondea al alza y se sobredimensiona.

$$t = 3.87\text{mm} \approx 4\text{mm}$$

El grosor del fondo será el que tenga un valor mayor de los calculados para la presión externa e interna, en este caso el valor mayor es el correspondiente a la presión externa debido a que la columna trabaja a vacío. Por lo tanto el grosor del fondo será de 4 mm.

- Altura de la columna

Para poder calcular la altura total de la columna se necesita la altura del cabezal, para ello se utilizan las relaciones y ecuaciones que se muestran a continuación, que muestran los valores de los parámetros de la figura 11.8.8.

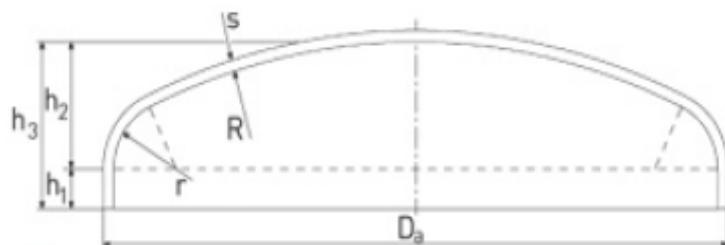


Figura 11.8.8 Medidas de un cabezal torisférico.

$$Di = Da \quad (Ec. 11.8.6)$$

$$r = 01 \cdot Da \quad (Ec. 11.8.7)$$

$$h_1 \geq 3.5 \cdot t \quad (Ec. 11.8.8)$$

$$h_2 = 0.1935 \cdot Da - 0.455 \cdot t \quad (Ec. 11.8.9)$$

$$h_3 = h_1 + h_2 \quad (Ec. 11.8.10)$$

Con esto, la altura del cabezal es la siguiente.

$$h_3 = 359.8 \text{ mm.}$$

Una vez que se conoce la altura de relleno, la altura del cabezal y la altura del fondo, se ha de tener en cuenta el espacio que hay que dejar para los equipos internos, para los conductos por donde se introducen las corrientes y para poder realizar el mantenimiento y limpieza del equipo, este espacio suma un total de 2 m.

$$Altura_{CD-201} = 5.267 + 0.36 \cdot 2 + 2 = 7.99 \text{ m} \simeq 8 \text{ m} \quad (Ec. 11.8.11)$$

- Peso de la columna

Para el cálculo del peso de la columna hay que sumar el peso de la columna vacía, que corresponde al peso de cada uno de sus componentes (cilindro, fondo, cabezal y relleno) y el peso del líquido en operación.

Para poder calcular el peso en vacío se parte de la cantidad de material necesaria, que se sabe a partir de las dimensiones de la columna y el espesor de la chapa.

$$Peso = \text{Área} \cdot \text{Grosor} \cdot \text{Densidad} \quad (\text{Ec. 11.8.12})$$

$$A_{cilindro} = \pi \cdot D_c \cdot L \quad (\text{Ec. 11.8.13})$$

$$A_{toroideférico} = 0.842 \cdot D_c^2 \quad (\text{Ec. 11.8.14})$$

El peso total de la columna vacía será la suma del peso de los componentes.

$$Peso \text{ columna vacía} = P_{cilindro} + P_{cabezal} + P_{fondo} + P_{relleno} \quad (\text{Ec. 11.8.15})$$

La densidad del acero AISI 304 es de 7930 kg/m^3 . La densidad del relleno es de 1140 kg/m^3 .

$$Peso = \pi \cdot D_c \cdot L \cdot t_{cilindro} \cdot \rho_{material} + 2 \cdot (0.842 \cdot t_{fondos} \cdot \rho_{material}) + V_{relleno} \cdot \rho_{material}$$

$$Peso \text{ columna vacía} = 1685 \text{ Kg}$$

El peso del líquido en operación se calcula a continuación.

$$Peso \text{ del líquido} = \frac{V_{columna}}{2} \cdot \rho_{líquido} \quad (\text{Ec. 11.8.16})$$

$$V_{columna} = 2 \cdot (0.0778 \cdot D_c^2) + \frac{\pi}{4} \cdot D_c^2 \cdot h \quad (\text{Ec. 11.8.17})$$

La densidad del líquido es de 865.5 Kg/m^3 .

$$Peso \text{ del líquido} = 9076.5 \text{ kg}$$

Por lo tanto, ya se puede conocer el peso total de la columna CD-201.

$$Peso \text{ total} = 10761.5 \text{ kg}$$

- Diseño del faldón de la columna

Uno de los soportes más frecuentemente empleados en los recipientes verticales es el llamado faldón. El faldón debe soportar el peso de la columna. Se une a la columna por una soldadura continua en la parte inferior y, por lo general, el tamaño requerido de esta soldadura determina el espesor del faldón.

La altura del faldón es de 1m y el material empleado acero al carbono.

Las columnas deberán ir dotadas de una escalera cuya altura será igual a la altura de la columna y su anchura será de 0.4m.

- Aislante térmico de la columna

Mediante el programa informático Insulan que proporciona la empresa Calorcol se calcula el espesor del aislamiento teniendo en cuenta que el material que se utiliza para aislar es lana mineral de roca de 140 kg/m^3

La temperatura deseada de aislamiento será de 45°C , la temperatura ambiente 20°C , la velocidad superficial del aire 1 m/s y la temperatura de trabajo del equipo se escoge la de diseño. El programa también requiere el material de construcción del equipo, se escoge acero inoxidable, tanto para la superficie exterior como para la superficie desnuda.

A continuación se muestran los valores proporcionados por el programa Insulan correspondientes a las características del aislamiento, el aislamiento nos proporciona dos ventajas a la planta, la primera es de carácter operacional ya que reduce el gasto energético y mantiene el equipo en condiciones óptimas, la segunda y no menos importante es evitar posibles daños físicos como quemaduras a trabajadores de planta.

Tabla 11.8.5 Espesor del aislamiento.

Parámetro	Valor
Temperatura de la superficie aislada ($^\circ\text{C}$)	35
Espesor del aislamiento (pulg)	0.5
Eficacia del aislante (%)	81

11.8.3. Diseño columna CD-202

El diseño de esta columna sigue la misma metodología que la columna anterior, también se ha hecho una simulación con el programa Hysys 7.1 dando los valores expresados en la siguiente tabla para el método aproximado (shortcut), a partir de estos datos y definiendo la corriente alimento se procede a hacer el método riguroso.

Tabla 11.8.6 Shortcut columna CD-202.

Parámetro	Valor
Número mínimo de etapas de equilibrio	4.178
Número actual de etapas de equilibrio	5.519
Plato óptimo de alimentación	2.92
Relación de reflujo mínima	0.56

Del cálculo de la columna mediante el método riguroso se obtienen los valores de la tabla 11.8.7, 11.8.8 y 11.8.9.

Tabla 11.8.7 Propiedades de las corrientes de la columna CD-202.

	Alimento	Cabezas	Colas
Caudal mísico (Kg/h)	$2.95 \cdot 10^4$	8239.5	21349.12
Caudal molar (Kmol/h)	943.84	455.64	488.2
Temperatura (°C)	50	99.2	100.3
Presión (atm)	1	1	1
Densidad (kg/m³)	1058.39	958.78	1125.65
Entalpia (KJ/Kg)	$-1.135 \cdot 10^4$	$-1.366 \cdot 10^4$	$-1.628 \cdot 10^4$
Flujo de calor (KJ/h)	$-1.9 \cdot 10^8$	$-5.905 \cdot 10^7$	$-1.277 \cdot 10^8$

Tabla 11.8.8 Composición de las corrientes de la columna CD-202.

	Aqua	IPL	Hidroxilamina
Alimento	0.841	0.153	0.006
Cabezas	0.983	0	0.017
Colas	0.699	0.301	0

Una vez simulada la columna, el programa Hysys mediante la opción Tray Sizing proporciona los parámetros físicos de la columna como son el diámetro, altura, % de inundación...

Los resultados obtenidos para la columna CD-202 son los siguientes:

Tabla 11.8.9 Características de diseño, columna CD-202.

Parámetro	Valor
Diámetro (m)	0.919
Altura (m)	2.54
Máxima inundación (%)	73.85
Nº de platos teóricos	6
HETP (m)	0.4217

▪ Selección del tipo de relleno

Como se ha visto anteriormente uno de los aspectos más importantes cuando se realiza el diseño de una columna es la selección de su interior. En este caso se escoge una columna de relleno ya que el diámetro es inferior a 1 m. En este caso la presión de trabajo es de 1 atmósfera por lo tanto nos decantaremos por un tipo de relleno al azar. Una vez elegido esto, se debe escoger el material de relleno, el que sea más idóneo para las condiciones de trabajo exigidas.

Todo relleno tiene que cumplir una serie de requisitos, como son proporcionar una gran superficie entre el líquido y el gas para favorecer el contacto entre las dos fases, permitir el paso de grandes volúmenes de fluido a través de pequeñas secciones transversales de la columna y ha de ser químicamente inerte respecto a los fluidos de trabajo.

En la siguiente tabla se resumen los distintos tipos de relleno existentes en función del material.

Tabla 11.8.10 Material de relleno.

MATERIAL DE RELLENO	CONDICIONES DE APLICACIÓN
Cerámico	Condiciones ácidas y neutras, excepto cuando se trabaja con solventes
Carbón	pH alcalinos y T elevadas. Cualquier ácido excepto nítrico. Atmósferas no oxidantes
Plástico	pH alcalinos, sales, acuosos y ácidos dependiendo de las resinas.
Metálico	pH alcalinos y T altas para el acero. Otros metales adecuados para condiciones diferentes

Teniendo en cuenta la tabla anterior se ha escogido los anillos P-Ring de la casa Sulzer.



Figura 11.8.9 Relleno aleatorio P-Ring.

Para escoger el tamaño de los anillos se utiliza la tabla 11.8.11 que relaciona el diámetro de la columna con la dimensión del anillo.

Tabla 11.8.11 Medidas del relleno.

DIÁMETRO COLUMNA (m)	MEDIDA DEL RELLENO (pulgadas)
<0.3	<1
0.3-0.9	1-1.5
>0.9	>3

Con el diámetro de aproximadamente 0.9 m. de la columna CD-202 se escoge una medida de relleno de 1.5”.

- Distribuidor de líquido

El relleno por sí solo no proporciona una buena distribución del líquido a lo largo de la columna. El distribuidor es el encargado de introducir el caudal de reflujo procedente del condensador de la columna.

Su objetivo es obtener una óptima distribución del líquido en el lecho evitando así la generación de caminos preferentes en el flujo de líquido entre el relleno.

En este caso se utilizarán los de tipo splash-plate, VEP. Este tipo de distribuidor es uno de los más usados.

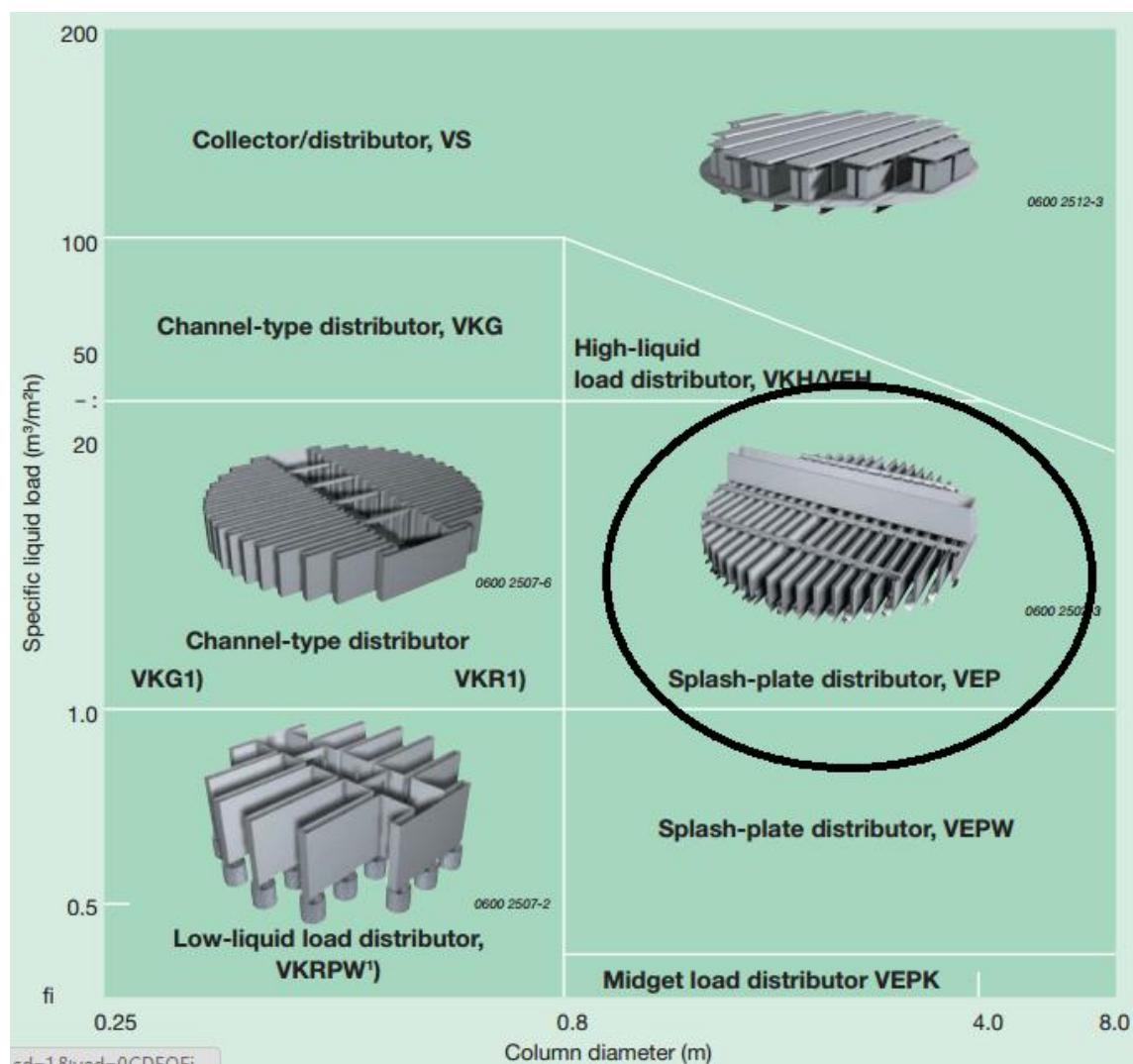


Figura 11.8.10 Distribuidor de líquido VEP.

Como se ve en la figura para las características de la columna es el más correcto.

- **Redistribución**

Es necesario un redistribuidor de líquido en el fondo de la columna debido a que la altura máxima del relleno será 10 veces superior a la del diámetro.

Se ha escogido el redistribuidor de SL de Sulzer.



Figura 11.8.11 Redistribuidor de líquido SL.

- Soporte de relleno

A parte de soportar el peso del relleno, los platos de soporte tienen que estar diseñados para permitir un flujo relativamente no restringido del líquido y del gas.

Con este tipo de platos el líquido desciende a través de las oberturas hacia el fondo, y el vapor asciende a través de la sección superior.

La reja de soporte EMS proporcionada por la empresa Sulzer es la idónea para rellenos aleatorios y diámetro de columna pequeños.



Figura 11.8.12 Reja de soporte EMS.

- Entrada de líquido

La entrada del alimento líquido se hace a través de un inyector de líquido del tipo LV que se utiliza para alimentos 100% líquidos y columnas con diámetro inferior a 3 m.

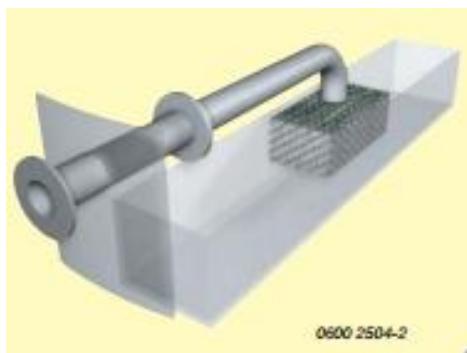


Figura 11.8.13 Pipeta de entrada LV.

■ Diseño mecánico de la columna CD-202

El material utilizado para la construcción de esta columna será el acero AISI 316, debido a que este material nos proporciona una gran resistencia contra la corrosión que provoca la solución IPL. Se considera que los acabados se harán con un radiografiado de $E=0,85$.

Se utiliza el código ASME para la determinación del grosor de la pared de la columna. La ecuación empleada para el elemento cilíndrico en función del radio es la siguiente.

$$t = \frac{P \cdot R}{S \cdot E - 0.6 \cdot P} + C_1 \quad (Ec. 11.8.1)$$

Para el cálculo de la presión de diseño y la temperatura de diseño se utilizaran las siguientes ecuaciones.

$$P_{diseño} = P_{trabajo} + 0.2 \cdot P_{trabajo} \quad (Ec. 11.8.2)$$

$$T_{diseño} = T_{trabajo} + 20^{\circ}C \quad (Ec. 11.8.3)$$

Donde:

t es el espesor mínimo requerido (mm).

P es la presión de diseño o presión máxima de trabajo permitida (1.2bar).

R es el radio interior (919 mm).

S es el valor del esfuerzo máximo permisible del material a la temperatura de diseño (1041.5 bar)

E es el coeficiente de soldadura (0.85).

C_1 es la tolerancia a la corrosión (1 mm).

El valor obtenido se redondea al alza y se sobredimensiona.

$$t = 2.27\text{mm} \approx 3\text{mm}$$

El espesor del fondo y la cabeza toriesférica en función de la presión interna se obtiene de la siguiente ecuación.

$$t = \frac{P \cdot L \cdot M}{2 \cdot S \cdot E - 0.2 \cdot P} + C_1 \quad (\text{Ec. 11.8.4})$$

Donde:

t es el espesor mínimo requerido (mm).

P es la presión de diseño o presión máxima de trabajo permitida (bar).

R es el radio interior (mm).

S es el valor del esfuerzo máximo permisible del material a la temperatura de diseño (1041.5 bar)

R es el radio interno (mm).

E es el coeficiente de soldadura (0.85).

L es la longitud del cilindro y los dos fondos (mm)

M es la relación entre la longitud y el radio interno del fondo (1.54).

El valor obtenido se redondea al alza y se sobredimensiona.

$$t = 2.35\text{mm} \approx 3\text{mm}$$

El espesor del fondo y la cabeza toriesférica en función de la presión externa se obtiene de la siguiente ecuación.

$$t = \frac{1.67 \cdot P \cdot L \cdot M}{2 \cdot S - 0.2 \cdot 1.67 \cdot P} \quad (\text{Ec. 11.8.5})$$

El valor obtenido se redondea al alza y se sobredimensiona.

$$t = 2.87\text{mm} \approx 3\text{mm}$$

El grosor del fondo será el que tenga un valor mayor de los calculados para la presión externa e interna, en este caso es la misma.

- Altura de la columna

Para poder calcular la altura total del reactor se necesita la altura del cabezal, para ello se utilizan las relaciones y ecuaciones que se muestran a continuación. Que muestran los valores de los parámetros de la figura 11.8.14.

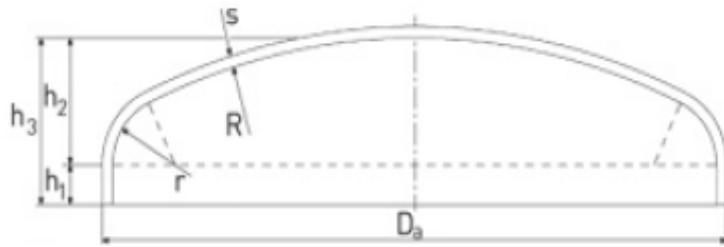


Figura 11.8.14 Medidas de un cabezal toriésferico.

$$D_i = D_a \quad (\text{Ec. 11.8.6})$$

$$r = 0.1 \cdot D_a \quad (\text{Ec. 11.8.7})$$

$$h_1 \geq 3.5 \cdot t \quad (\text{Ec. 11.8.8})$$

$$h_2 = 0.1935 \cdot D_a - 0.455 \cdot t \quad (\text{Ec. 11.8.9})$$

$$h_3 = h_1 + h_2 \quad (\text{Ec. 11.8.10})$$

Con esto, la altura del cabezal es la siguiente.

$$h_3 = 126.48 \text{ mm.}$$

Una vez que se conoce la altura de relleno, la altura del cabezal y la altura del fondo, se ha de tener en cuenta el espacio que hay que dejar para los equipos internos, para los conductos por donde se introducen las corrientes y para poder realizar el mantenimiento y limpieza del equipo, este espacio suma un total de 2 m.

$$\text{Altura}_{CD-202} = 2.54 + 0.126 \cdot 2 + 2 = 4.8 \text{ m} \quad (\text{Ec. 11.8.11})$$

- Peso de la columna

Para el cálculo del peso de la columna hay que sumar el peso de la columna vacía, que corresponde al peso de cada uno de sus componentes (cilindro, fondo, cabezal y relleno), con el peso del líquido en operación.

Para poder calcular el peso en vacío se parte de la cantidad de material necesaria, que se sabe a partir de las dimensiones de la columna y el espesor de la chapa.

$$Peso = \text{Área} \cdot \text{Grosor} \cdot \text{Densidad} \quad (\text{Ec. 11.8.12})$$

$$A_{cilindro} = \pi \cdot D_c \cdot L \quad (\text{Ec. 11.8.13})$$

$$A_{toroideférico} = 0.842 \cdot D_c^2 \quad (\text{Ec. 11.8.14})$$

El peso total de la columna vacía será la suma del peso de los componentes.

$$Peso \text{ columna vacía} = P_{cilindro} + P_{cabezal} + P_{fondo} + P_{relleno} \quad (\text{Ec. 11.8.15})$$

La densidad del acero AISI 316 es de 7990 kg/m^3 . La densidad del relleno es de 480 kg/m^3 .

$$Peso = \pi \cdot D_c \cdot L \cdot t_{cilindro} \cdot \rho_{material} + 2 \cdot (0.842 \cdot t_{fondos} \cdot \rho_{material}) + V_{relleno} \cdot \rho_{material}$$

$$Peso \text{ columna vacía} = 961.14 \text{ Kg}$$

El peso del líquido en operación se calcula a continuación.

$$Peso \text{ del líquido} = \frac{V_{columna}}{2} \cdot \rho_{líquido} \quad (\text{Ec. 11.8.16})$$

$$V_{columna} = 2 \cdot (0.0778 \cdot D_c^2) + \frac{\pi}{4} \cdot D_c^2 \cdot h \quad (\text{Ec. 11.8.17})$$

La densidad del líquido es de 981.5 Kg/m^3 .

$$Peso \text{ del líquido} = 1498.1 \text{ kg}$$

Por lo tanto, ya se puede conocer el peso total de la columna CD-201.

$$Peso \text{ total} = 2459.2 \text{ kg}$$

- Diseño del faldón de la columna

Uno de los soportes más frecuentes empleados en los recipientes verticales es el llamado faldón. El faldón debe soportar el peso de la columna. Se une a la columna por una soldadura continua en la parte inferior y, por lo general, el tamaño requerido de esta soldadura determina el espesor del faldón.

La altura del faldón es de 1m y el material empleado acero al carbono.

Las columnas deberán ir dotadas de una escalera cuya altura será igual a la altura de la columna y su anchura será de 0.4m.

- Aislante térmico de la columna

Mediante el programa informático Insulan que proporciona la empresa Calorcol se calcula el espesor del aislamiento teniendo en cuenta que el material que se utiliza para aislar es lana mineral de roca de 140 kg/m^3

La temperatura deseada de aislamiento será de 45°C , la temperatura ambiente 20°C , la velocidad superficial del aire 1 m/s y la temperatura de trabajo del equipo se escoge la de diseño. El programa también requiere el material de construcción del equipo, se escoge acero inoxidable, tanto para la superficie exterior como para la superficie desnuda.

A continuación se muestran los valores proporcionados por el programa Insulan correspondientes a las características del aislamiento, el aislamiento nos proporciona dos ventajas a la planta, la primera es de carácter operacional ya que reduce el gasto energético y mantiene el equipo en condiciones óptimas, la segunda y no menos importante es evitar posibles daños físicos como quemaduras a trabajadores de planta.

Tabla 11.8.11 Espesor del aislamiento.

Parámetro	Valor
Temperatura de la superficie aislada ($^\circ\text{C}$)	35
Espesor del aislamiento (pulg)	1
Eficacia del aislante (%)	90

11.8.4. Diseño columna CD-301

El diseño de esta columna sigue la misma metodología que la columna anterior, también se ha hecho una simulación con el programa Hysys 7.1 dando los valores expresados en la siguiente tabla para el método aproximado (shortcut), a partir de estos datos y definiendo la corriente alimento se procede a hacer el método riguroso.

Tabla 11.8.12 Shortcut columna CD-301.

Parámetro	Valor
Número mínimo de etapas de equilibrio	3.39
Número actual de etapas de equilibrio	4.519
Plato óptimo de alimentación	2.39
Relación de reflujo mínima	0.56

Del cálculo de la columna mediante el método riguroso se obtienen los valores de la tabla 11.8.13, 11.8.14 y 11.8.15.

Tabla 11.8.13 Propiedades de las corrientes de la columna CD-301.

	Alimento	Cabezas	Colas
Caudal másico (Kg/h)	$3.55 \cdot 10^4$	$2.902 \cdot 10^4$	6498
Caudal molar (Kmol/h)	1665	1607	58
Temperatura (°C)	40	99.98	247.5
Presión (atm)	1	1	1
Densidad (kg/m³)	1009	958.78	871
Entalpia (KJ/Kg)	$-2.87 \cdot 10^5$	$-2.388 \cdot 10^4$	-2388
Flujo de calor (KJ/h)	$-4.74 \cdot 10^8$	$-3.8.33 \cdot 10^7$	$-1.552 \cdot 10^7$

Tabla 11.8.14 Composición de las corrientes de la columna CD-301.

	Agua	CPL	Tolueno
Alimento	0.965	0.0344	0.0006
Cabezas	0.9994	0	0.0006
Colas	0.0118	0.9882	0

Una vez simulada la columna, el programa Hysys mediante la opción Tray Sizing proporciona los parámetros físicos de la columna como son el diámetro, altura, % de inundación...

Los resultados obtenidos para la columna CD-301 son los siguientes:

Tabla 11.8.15 Características de diseño, columna CD-301.

Parámetro	Valor
Diámetro (m)	1.257
Altura (m)	3.155
Máxima inundación (%)	61.51
Nº de platos teóricos	5
HETP (m)	0.631

- Diseño interno de la columna CD-301

En este caso la columna tiene un diámetro mayor de 0.9 m. y las substancias que en ella circulan no son excesivamente corrosivas. Por lo tanto, la columna más adecuada para esta rectificación será la de platos. La columna está formada por una serie de platos, cada uno de ellos atravesado por un tubo que permite el ascenso del vapor desde el plato inferior, pero rematado por una cazoleta invertida que obliga al vapor a borbotear sobre el líquido contenido en el plato. Así se asegura el contacto entre el líquido condensado en el plato y el vapor que ha hervido en el plato inferior. Aquí todos los componentes son habitualmente metálicos.

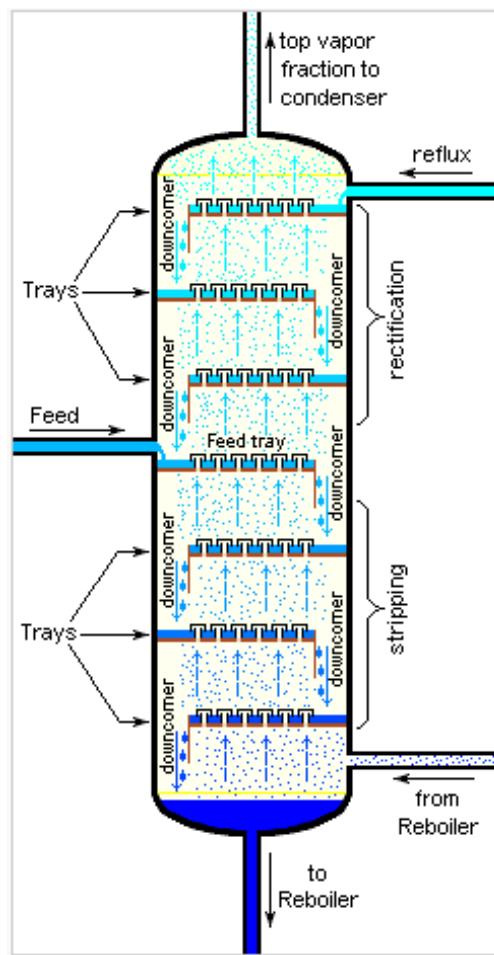


Figura 11.8.14 Funcionamiento de una columna de platos.

El plato elegido es de la empresa Sulzer, el modelo MVG, este modelo proporciona una mayor eficiencia en comparación con un tamiz estándar o con un plato de válvulas, a demás de una menor caída de presión. Los platos MVG están diseñados para trabajar a altas y bajas presiones.

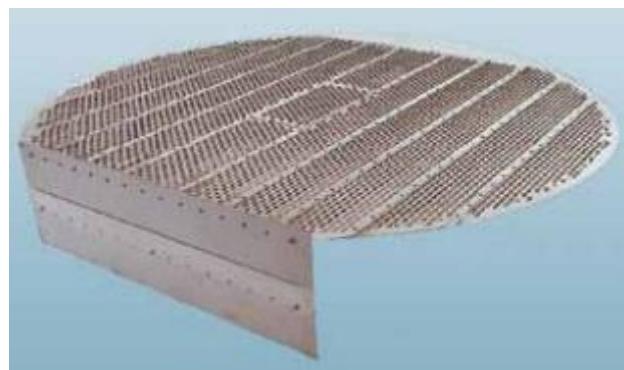


Figura 11.8.15 Plato MVG de Sulzer.

- Entrada de líquido

La entrada del alimento líquido se hace a través de un inyector de líquido del tipo LV que se utiliza para alimentos 100% líquidos y columnas con diámetro inferior a 3 m.

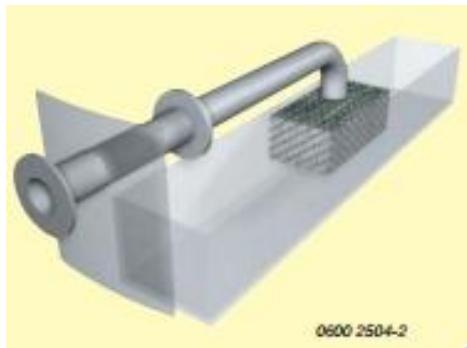


Figura 11.8.16 Pipeta de entrada LV.

- Diseño mecánico de la columna CD-301

El material utilizado para la construcción de esta columna será el acero AISI 304, esta columna tiene una corrosión menor que la CD-202, que utiliza acero AISI 316, por lo tanto con este material cubriremos las necesidades operacionales de este equipo y abarataremos costes de producción del equipo. Se considera que los acabados se harán con un radiografiado de $E=0,85$.

Se utiliza el código ASME para la determinación del grosor de la pared de la columna. La ecuación empleada para el elemento cilíndrico en función del radio es la siguiente.

$$t = \frac{P \cdot R}{S \cdot E - 0.6 \cdot P} + C_1 \quad (Ec. 11.8.1)$$

Para el cálculo de la presión de diseño y la temperatura de diseño se utilizaran las siguientes ecuaciones.

$$P_{diseño} = P_{trabajo} + 0.2 \cdot P_{trabajo} \quad (Ec. 11.8.2)$$

$$T_{diseño} = T_{trabajo} + 20^{\circ}C \quad (Ec. 11.8.3)$$

Donde:

t es el espesor mínimo requerido (mm).

P es la presión de diseño o presión máxima de trabajo permitida (1.2bar).

R es el radio interior (1896 mm).

S es el valor del esfuerzo máximo permisible del material a la temperatura de diseño (1145.5 bar)

E es el coeficiente de soldadura (0.85).

C₁ es la tolerancia a la corrosión (1 mm).

El valor obtenido se redondea al alza y se sobredimensiona.

$$t = 3.45 \text{ mm} \approx 4 \text{ mm}$$

El espesor del fondo y la cabeza toriesférica en función de la presión interna se obtiene de la siguiente ecuación.

$$t = \frac{P \cdot L \cdot M}{2 \cdot S \cdot E - 0.2 \cdot P} + C_1 \quad (Ec. 11.8.4)$$

Donde:

t es el espesor mínimo requerido (mm).

P es la presión de diseño o presión máxima de trabajo permitida (bar).

R es el radio interior (mm).

S es el valor del esfuerzo máximo permisible del material a la temperatura de diseño (1145.5 bar)

R es el radio interno (mm).

E es el coeficiente de soldadura (0.85).

L es la longitud del cilindro y los dos fondos (mm)

M es la relación entre la longitud y el radio interno del fondo (1.54).

El valor obtenido se redondea al alza y se sobredimensiona.

$$t = 2.9 \text{ mm} \approx 3 \text{ mm}$$

El espesor del fondo y la cabeza toriesférica en función de la presión externa se obtiene de la siguiente ecuación.

$$t = \frac{1.67 \cdot P \cdot L \cdot M}{2 \cdot S - 0.2 \cdot 1.67 \cdot P} \quad (Ec. 11.8.5)$$

El valor obtenido se redondea al alza y se sobredimensiona.

$$t = 3.85 \text{ mm} \approx 4 \text{ mm}$$

El grosor del fondo será el que tenga un valor mayor de los calculados para la presión externa e interna, en este caso el valor mayor es el correspondiente a la presión externa. Por lo tanto el grosor del fondo será de 4 mm.

- Altura de la columna

Para poder calcular la altura total del reactor se necesita la altura del cabezal, para ello se utilizan las relaciones y ecuaciones que se muestran a continuación. Que muestran los valores de los parámetros de la figura 11.8.17.

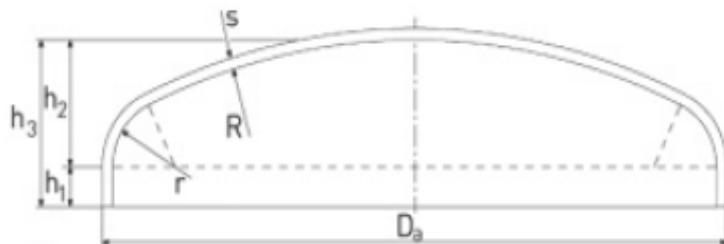


Figura 11.8.17 Medidas de un cabezal torisférico.

$$D_i = D_a \quad (\text{Ec. 11.8.6})$$

$$r = 0.1 \cdot D_a \quad (\text{Ec. 11.8.7})$$

$$h_1 \geq 3.5 \cdot t \quad (\text{Ec. 11.8.8})$$

$$h_2 = 0.1935 \cdot D_a - 0.455 \cdot t \quad (\text{Ec. 11.8.9})$$

$$h_3 = h_1 + h_2 \quad (\text{Ec. 11.8.10})$$

Con esto, la altura del cabezal es la siguiente.

$$h_3 = 379.1 \text{ mm.}$$

Una vez sabemos la altura de relleno, la altura del cabezal y la altura del fondo, se ha de tener en cuenta el espacio que hay que dejar para los equipos internos, para los conductos por donde se introducen las corrientes y para poder realizar el mantenimiento y limpieza del equipo, este espacio suma un total de 2 m.

$$Altura_{CD-301} = 3.155 + 0.38 \cdot 2 + 2 = 5.92 \text{ m} \simeq 6 \text{ m} \quad (\text{Ec. 11.8.11})$$

- Peso de la columna

Para el cálculo del peso de la columna hay que sumar el peso de la columna vacía, que corresponde al peso de cada uno de sus componentes (cilindro, fondo, cabezal y relleno), con el peso del líquido en operación.

Para poder calcular el peso en vacío se parte de la cantidad de material necesaria, que se sabe a partir de las dimensiones de la columna y el espesor de la chapa.

$$Peso = \text{Área} \cdot \text{Grosor} \cdot \text{Densidad} \quad (\text{Ec. 11.8.12})$$

$$A_{cilindro} = \pi \cdot D_c \cdot L \quad (\text{Ec. 11.8.13})$$

$$A_{toriesférico} = 0.842 \cdot D_c^2 \quad (\text{Ec. 11.8.14})$$

El peso total de la columna vacía será la suma del peso de los componentes.

$$Peso \text{ columna vacía} = P_{cilindro} + P_{cabezal} + P_{fondo} + P_{platos} \quad (\text{Ec. 11.8.15})$$

La densidad del acero AISI 304 es de 7930 kg/m³.

$$\begin{aligned} Peso = \pi \cdot D_c \cdot L \cdot t_{cilindro} \cdot \rho_{material} + 2 \cdot (0.842 \cdot t_{fondos} \cdot \rho_{material}) + 5 \cdot (V_{plato} \\ \cdot \rho_{material}) \end{aligned}$$

$$Peso \text{ columna vacía} = 1059 \text{ Kg}$$

El peso del líquido en operación se calcula a continuación.

$$Peso \text{ del líquido} = \frac{V_{columna}}{2} \cdot \rho_{líquido} \quad (\text{Ec. 11.8.16})$$

$$V_{columna} = 2 \cdot (0.0778 \cdot D_c^2) + \frac{\pi}{4} \cdot D_c^2 \cdot h \quad (\text{Ec. 11.8.17})$$

La densidad del líquido es de 1009 Kg/m³.

$$Peso \text{ del líquido} = 7688.8 \text{ kg}$$

Por lo tanto, ya se puede conocer el peso total de la columna CD-301.

$$Peso \text{ total} = 8747.8 \text{ kg}$$

Como se puede ver el peso de la columna de platos es menor que el de una columna de relleno, para unas dimensiones similares, por lo tanto una de las características bibliográficas se cumple en nuestro diseño, hecho que nos indica que esta realizado de manera correcta.

- Diseño del faldón de la columna

Uno de los soportes más frecuentes empleados en los recipientes verticales es el llamado faldón. El faldón debe soportar el peso de la columna. Se une a la columna por una soldadura continua en la parte inferior y, por lo general, el tamaño requerido de esta soldadura determina el espesor del faldón.

La altura del faldón es de 1m y el material empleado acero al carbono.

Las columnas deberán ir dotadas de una escalera cuya altura será igual a la altura de la columna y su anchura será de 0.4m.

- Aislante térmico de la columna

Mediante el programa informático Insulan que proporciona la empresa Calorcol se calcula el espesor del aislamiento teniendo en cuenta que el material que se utiliza para aislar es lana mineral de roca de 140 kg/m^3 .

La temperatura deseada de aislamiento será de 45°C , la temperatura ambiente 20°C , la velocidad superficial del aire 1 m/s y la temperatura de trabajo del equipo se escoge la de diseño. El programa también requiere el material de construcción del equipo, se escoge acero inoxidable, tanto para la superficie exterior como para la superficie desnuda.

A continuación se muestran los valores proporcionados por el programa Insulan correspondientes a las características del aislamiento, el aislamiento nos proporciona dos ventajas a la planta, la primera es de carácter operacional ya que reduce el gasto energético y mantiene el equipo en condiciones óptimas, la segunda y no menos importante es evitar posibles daños físicos como quemaduras a trabajadores de planta.

Tabla 11.8.16. Espesor del aislamiento.

Parámetro	Valor
Temperatura de la superficie aislada (°C)	28.2
Espesor del aislamiento (pulg)	1.7
Eficacia del aislante (%)	97

11.8.5. Columnas extracción

La extracción es una operación de transferencia de masa en la cual una solución líquida (alimentación) entra en contacto con un segundo líquido, inmiscible o parcialmente miscible (solvente) que ha sido cuidadosamente escogido para extraer preferiblemente el componente deseado (sóluto). Dos corrientes resultan de este contacto: el extracto, la fase rica en solvente y el refinado, la fase rica en disolvente.

En la extracción líquido-líquido la separación de los componentes de una mezcla se basa en la diferencia de solubilidad de cada uno respecto a un solvente en particular. Existen dos requisitos muy importantes que deben ser cumplidos para que la extracción sea factible:

- El sóluto debe disolverse preferiblemente en el solvente (alta selectividad).
- Las fases de alimentación y solvente deben ser sustancialmente inmiscibles (baja miscibilidad entre el solvente y el disolvente)

Los equipos industriales de contacto continuo más empleados para extracción se clasifican en dos grupos:

- Extractores simples. Una fase es dispersada en la otra a flujo en contracorriente alcanzado por el movimiento de las dos fases bajo la influencia de la fuerza de gravedad.
- Extractores mecánicos. La dispersión se alcanza mediante agitación mecánica

Ejemplos de los dos grupos de observan en la tabla 11.8.2.1.

Tabla 11.8.17.: Ejemplos de algunos equipos de extracción líquido-líquido.

Extractor	Comentarios
Extractores Simples	
Columnas de rocío, platos y empacadas	Pueden ser usados cuando se requieren pocas etapas de equilibrio.
Extractores Mecánicos	
Mezcladores-Decantadores	Manejan líquidos con alta viscosidad, el sistema puede ser complejo y costoso.
Columna de platos reciprocatores (Karr)	Maneja líquidos que contienen sólidos suspendidos.
Extractor Centrífugo	Tiempo de contacto corto para materiales inestables; poco espacio requerido para su instalación; maneja materiales emulsificados; maneja sistemas de baja diferencia de densidades.

En la presente planta de producción de caprolactama son necesarias tres columnas de extracción líquido-líquido, en las que ninguna requiere un número elevado de etapas de equilibrio, por lo que se ha optado por extractores simples. Dentro de este grupo encontramos:

- Extractor de rocío; es económico pero sufre una considerable ineficiencia puesto que en las torres que poseen un gran diámetro se genera un retromezclado considerable en la fase continua. Este retromezclado reduce la fuerza impulsora disponible para la transferencia de masa generada por la diferencia de concentraciones. También, se aprecia una pérdida en el rompimiento y formación de las gotas en la fase dispersa. Los extractores de rocío generalmente no producen el equivalente a más de una o dos etapas de equilibrio.
- Extractores de platos perforados; en este tipo de columna las gotas de la fase dispersa se forman directamente en las perforaciones de cada plato. La fase continua se desplaza a contracorriente en los “compartimentos” ubicados entre los platos. El contacto interfacial entre las gotas que se elevan de la fase dispersa, y la fase continua a contracorriente, ocurre en estos compartimentos.
- Extractor empacado; igual que el extractor de platos perforados, el extractor empacado o columna empacada, es más eficiente que la columna de rocío. Los elementos empacados reducen el retromezclado en la fase continua, y promueven la transferencia de masa rompiendo las gotas de la fase dispersa, cuando éstas hacen contacto con los elementos del empaque. Debido a que los elementos del empaque reducen el área de

flujo, el diámetro de la columna requerido para un flujo dado será mayor que el necesario para una columna de rocío. Sin embargo, esta desventaja es generalmente descartada al observarse el aumento de la eficiencia de transferencia de masa que se obtiene en la torre empacada. Los empaques dentro de la torre pueden estar distribuidos de forma aleatoria o estructurada.

De los tipos de equipos simples citados se opta por la columna empacada. Cuando la tasa de flujo es relativamente baja el empaque desordenado puede ser la mejor elección; se suelen emplear para separaciones sencillas y para sistemas con diferencias de densidad relativamente grandes ($\Delta\rho > 150 \text{ kg/m}^3$). En la presente planta, tratamos con tasas de flujo altas y, por lo tanto, el empaque estructurado es preferible.

El empaque seleccionado para las columnas de relleno es el elemento de mezclado estático Sulzer SMVP (Figura 11.8.2.1), que se utiliza exitosamente para resolver problemas de separación en diferentes sectores industriales, entre ellos, en la extracción de caprolactama con tolueno o benceno. Éste favorece la formación de gotas de la fase dispersa y promueve el mezclado radial. Su estructura ordenada permite alcanzar una caída de presión mínima por etapa teórica, lo que es muy beneficioso en procesos de separación que consumen elevadas cantidades de energía. Además, la fuerza impulsora, es decir, el gradiente de concentraciones, se mantiene elevada a lo largo de toda la unidad, lo que permite disponer de un equipo con alta eficiencia de separación.

EL empaque Sulzer SMVP permite alcanzar altas capacidades máximas, es adecuado para sistemas con pequeñas diferencia de densidades, es económico y presenta un amplio rango de operación.



Figura 11.8.18.: Mezclador estático estructurado Sulzer SMVP.

En el interior de la columna se destaca el empleo de platos de flujo dual, que son piezas metálicas planas circulares que presentan una serie de perforaciones circulares, y se encargan de redistribuir el flujo dentro de la torre, evitando la formación de canales en el empaque.

■ Selección del solvente

En el procedimiento de selección de un solvente adecuado para un proceso de extracción líquido-líquido se deben considerar varios factores. El solvente debe tener una selectividad favorable para obtener una buena separación y una alta capacidad con el fin de reducir la cantidad de disolvente requerida. Además el solvente debe ser preferiblemente químicamente estable, de baja toxicidad, no corrosivo, barato, fácilmente recuperable a partir del extracto y la pérdida de disolvente en la fase de refinado debe ser tan pequeño como sea posible.

Los solventes propuestos en la bibliografía para la extracción de caprolactama incluyen compuestos aromáticos y sus derivados, alcoholes, éteres e hidrocarburos clorados.

La solubilidad de un soluto es la primera indicación de la capacidad de extracción de un solvente y muestra si existe una interacción solvente-soluto favorable. La solubilidad de la caprolactama en función de la temperatura para varios solventes propuestos se muestra en la figura 11.8.2.2.

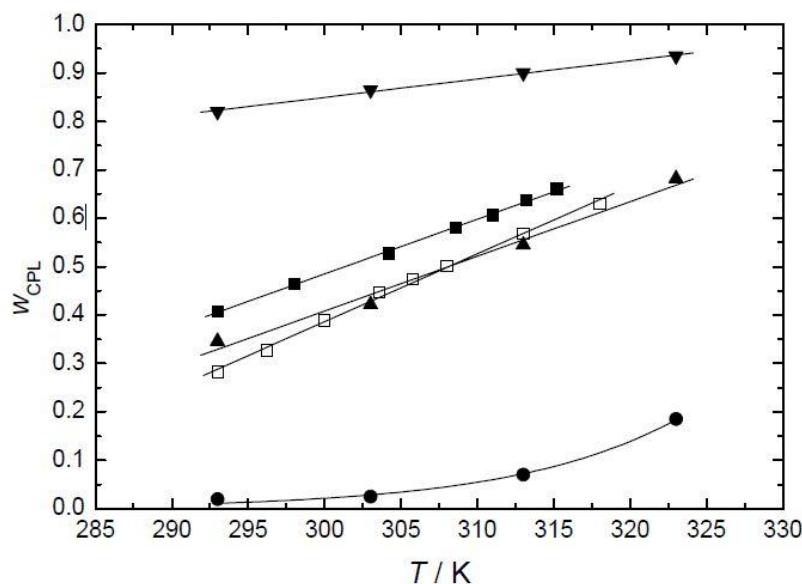


Figure 1.6. Solubility of caprolactam, w_{CPL} , as function of temperature, T/K , for various solvents: ■, benzene;⁵⁰ □, toluene;⁵⁰ ●, cyclohexane;² ▲, cyclohexanone;² ▼, water.²

Figura 11.8.19.: Solubilidad de la caprolactama, W_{CPL} en función de la temperatura, para varios solventes.

La figura 11.8.2.2 muestra que la solubilidad de la caprolactama en el agua es la más alta, mientras que es parecida para el benceno, el tolueno y la ciclohexanona, y la más baja es para el ciclohexano. Por lo tanto se espera que la interacción de caprolactama con agua sea fuerte, moderada con el benceno, el tolueno y la ciclohexanona, y débil con ciclohexano.

En los procesos de extracción comerciales se aplica normalmente benceno como solvente, seguido del tolueno y los hidrocarburos clorados.

Debido a la creciente conciencia de los efectos negativos de benceno en la salud y medio ambiente, y la estricta legislación que resulta en el uso del benceno, el tolueno se ha convertido en una importante alternativa como solvente.

En la presente planta se opta por el uso del tolueno como solvente para la extracción.

- Diseño de la columna empacada de extracción líquido-líquido

La velocidad de flujo está directamente relacionada con el caudal y con el área de la sección transversal. Con las siguientes ecuaciones se determinaran el área transversal y posteriormente el diámetro de la columna de relleno. Para hallar el área transversal de la columna se determina un valor de velocidad del fluido en el rango de velocidades típicas de la fase dispersa en columnas de relleno de 15-30 m/h.

$$A = \frac{Q}{v} \quad (\text{Ec. 11.8.2.1})$$

$$D = \sqrt{\frac{4}{\pi} A} \quad (\text{Ec 11.8.2.2})$$

Donde:

A= área de la sección trasversal (m)

Q= Caudal volumétrico total en la columna (m³/s)

V= velocidad de flujo a través de la columna (m/s)

D =diámetro de la columna (m)

A continuación se debe determinar la altura de la columna que se necesita para llevar a cabo la separación específica. El método a emplear es el que involucra el cálculo de la altura equivalente a una etapa ideal (plato teórico), conocido por las siglas HETP. Empleando la ecuación:

$$Z_T = HETP \times NET \quad (\text{Ec. 11.8.2.3})$$

Se conoce a NET como el número de etapas teóricas de la torre necesarias para alcanzar la concentración de soluto deseada en la corriente de refinado. Dicho valor será determinado mediante el simulador HYSYS.

En ausencia de datos se puede aproximar HETP igual al diámetro de la columna (Ludwig, E. E., Applied process design for chemical and petrochemical plants. 2 ed. Gulf Pub. Co. Vol.2. Houston, 1979) para columnas con menos de 5 etapas de equilibrio. Para columnas con más de 5 etapas de equilibrio se opta por un valor de HETP en un rango de valores típicos de 0.75-1.2 m.

11.8.6. Diseño de la columna E-201

En la columna E-201 el solvente a emplear es el tolueno, que debe recuperar la ciclohexanona oxima de la fase inorgánica acuosa. El extracto, conformado por tolueno y ciclohexanona oxima, se devuelve al reactor de oximación. El refinado, corresponde a la solución acuosa inorgánica libre de ciclohexanona oxima. En la tabla 11.8.2.2 se presenta la composición de cada una de las corrientes. La separación ha sido determinada mediante el simulador HYSYS, y requiere 5 etapas de equilibrio.

Tabla 11.8.18.: Composiciones de las corrientes de entrada y salida del la columna de extracción E-201 en el estado estacionario.

	Flujo másico (kg/h)			
	Alimentación	Solvente	Extracto	Refinado
Fosfato de hidroxilamina	98,27	-	-	98,27
Nitrato amónico	1200,65	-	-	1200,65
Ácido fosfórico	7055,28	-	-	7055,28
Fosfato de amonio	6901,56	-	-	6901,56
Agua	13764,67	514,04	-	14278,71
Tolueno	13,08	25978,62	25991,7	-
Ciclohexanona oxima	83,25	-	83,25	-

Con las ecuaciones 11.8.2.1 y 11.8.2.2 se calcula el área de la sección transversal y el diámetro de la columna. El caudal volumétrico, Q , es la suma del caudal de solvente y de alimentación. El valor de velocidad del líquido de la columna seleccionado en el rango de valores típicos es de 20 m /s.

$$A = \frac{0.0138 \text{ m}^3/\text{s}}{0.0055 \text{ m/s}} = 2.5 \text{ m}^2$$

$$D = \sqrt{\frac{4}{\pi} 2.484 \text{ m}^2} = 1.8 \text{ m}$$

A continuación, se calcula la altura de la columna mediante la ecuación 11.8.2.3 con el número de etapas de equilibrio necesarias (5 etapas) y la altura equivalente a una etapa teórica (1.8 m).

$$Z_T = 1.8 \text{ m} \times 5 = 8.9 \text{ m}$$

- Diseño mecánico

El diseño mecánico se basa en el código ASME (American Society of Mechanical Engineers), sección VIII, división I.

- Material de construcción

El material elegido es el AISI 304; presenta una buena resistencia a la corrosión, facilidad de maquinado, excelente formabilidad, y alta resistencia con bajo peso.

- Presión de diseño

La presión de operación del diseñador, P_O , es de 0.2 atmósfera (101325 Pa). La presión de diseño, P , se calcula según la ecuación 11.0.3

$$P = 1.1 \times 0.2 = 0.22 \text{ atm}$$

- Temperatura de diseño

La temperatura de diseño se calcula en base a la máxima temperatura alcanzada en la columna. En este caso es de 75° C. Se calcula la temperatura de diseño según la ecuación 11.0.4.

$$T = 75 + 20 = 95 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

- Cálculo del espesor

El espesor de la pared del cuerpo cilíndrico del recipiente se calculará dada la ecuación 11.0.5.

$$t = \frac{P R}{S E - 0.6 P} + C_1 \quad (\text{Ec. 11.0.5})$$

Donde, t : espesor de la pared (m)

P: presión de diseño (22291.5 Pa)

S: límite elástico del material de diseño a la temperatura deseada según la Tabla 11.0.1
($145 \cdot 10^6$ N/m²)

E: eficiencia de soldadura (0.85)

C_1 = tolerancia a la corrosión (0.003m)

R = radio interno del cilindro (0.89 m)

Por lo tanto, el espesor calculado para el cuerpo cilíndrico es de 4 mm. El espesor de los cabezales toriesféricos en los extremos se calcula según la ecuación 11.0.6.

$$t_{cabezal} = \frac{P L M}{2 S E - 0.2 P} + C_1 + C_2 \quad (\text{Ec. 11.0.6})$$

Donde, $t_{cabezal}$ = espesor mínimo del cabezal (m)

P = presión interna de diseño (22291.5 Pa)

L = radio esférico interior (1.787 m)

M = relación r/L (1.54)

S = esfuerzo máximo admisible ($145 \cdot 10^6$ Pa)

C_1 = Sobreespesor por corrosión (0.003 m)

C_2 = Tolerancia a la corrosión (+10%)

E = Eficiencia de soldadura (0.85)

Operando la ecuación 11.0.6 se obtiene un espesor para los extremos toriesféricos de 4 mm.

- Peso del equipo vacío

El peso de la columna E-201 vacía resulta de la suma del peso de la parte cilíndrica (ecuación 11.0.7) y el peso de los extremos toriesféricos (ecuación 11.0.8), teniendo en cuenta el espesor calculado para el equipo y la densidad del material de construcción elegido. La densidad del acero inoxidable AISI 304 es de 7800 kg/m^3 .

$$M_{cilindro} = \pi L_{cil.} \left(\left(\frac{D_e}{2} \right)^2 - \left(\frac{D_i}{2} \right)^2 \right) \rho_{material} \quad (\text{Ec. 11.0.7})$$

Donde, L_{cil} = longitud del cilindro (8.9 m)

D_i = diámetro interior del cilindro (1.778 m)

D_e = diámetro exterior del cilindro ($D_i + 2 \cdot \text{espesor} = 1.787$)

$$M_{cabeza} = \left((0.08089 D_e^3) - (0.08089 D_i^3) \right) \rho_{material} \quad (\text{Ec. 11.0.8})$$

Donde, D_i = diámetro interior (1.778 m)

D_e = diámetro exterior ($D_i + 2 \cdot \text{espesor} = 1.787$ m)

Operando dichas ecuaciones se obtiene que;

$$M_{CILINDRO} = 1553.5$$

$$M_{EXTREMOS} = 96.3 \text{ kg}$$

Resultando un peso total del equipo vacío de 1649.8 kg.

- Peso del equipo en operación

El peso de la columna E-201 en operación se obtiene añadiendo al peso del equipo vacío el peso que corresponde a la mezcla. La densidad de la mezcla es 935 kg/ m³. Se calcula el peso del equipo en operación mediante la ecuación 11.0.9.

$$M_{op.} = M_{equip.} + (V_{liq.} \rho_{liq.}) \quad (\text{Ec. 11.0.9})$$

El peso de la mezcla líquida en la columna es de 10451.4 kg, por lo que resulta una peso del equipo en operación de 22307.1 kg.

- Aislamiento

Para aislar el equipo se utiliza la Lana Mineral de Roca, ya que es un producto versátil y extremadamente útil, posee una excelente calidad y eficiencia. La Lana Mineral de Roca presenta las siguientes ventajas:

- Es Incombustible-ignífugo- y resistente al fuego.
- Alta densidad (2 a 16 lb/pie³)

- Excelente eficiencia térmica (bajo K)
- Excepcionales propiedades acústicas
- Gran capacidad para soportar picos de temperatura
- No corrosiva (Contenido de cloruros máximo de 1.46 p.p.m)
- Resistente a la humedad
- Resistente a la compresión
- Amigable con el medio ambiente (PH Neutro, no contiene CFC ni HCFC)
- Fácil de manejar, ajustar e instalar

Para determinar el aislante necesario se utiliza el simulador *Insulan* facilitado por la empresa *Calorcol*. Se introducen los datos de temperatura del reactor, temperatura exterior, velocidad del aire (1 m/s) y material. Además, de entre las diferentes posibilidades de densidad de la lana de roca se escogió 140 kg/m³.

11.8.7. Diseño de la columna E-301

En la columna E-301, el sistema está formado por agua, caprolactama, sulfato de amonio y tolueno. La corriente de alimentación está conformada por caprolactama y un pequeño porcentaje de sulfato de amonio disuelto en agua. El solvente a emplear es el tolueno, que es recuperado en la extracción de la columna E-302 como refinado y recirculado. Se obtiene dos corrientes producto: el extracto, conformado por caprolactama, tolueno y una pequeña cantidad de agua, y el refinado, compuesto por agua, sulfato de amonio y cantidades pequeñas de solvente y de soluto no extraído. En la tabla 11.8.2.3 se presenta la composición de cada una de las corrientes. La separación ha sido determinada mediante el simulador HYSYS, y requiere 12 etapas de equilibrio.

Tabla 11.8.19.: Composiciones de las corrientes de entrada y salida del la columna de extracción E-301 en el estado estacionario.

	Flujo másico (kg/h)			
	Alimentación	Solvente	Extracto	Refinado
Agua	2661,8	-	0,1325	2661,7
Caprolactama	6485,7	0,65	6480,9	5,4
Sulfato de amonio	117,7	-	-	117,7
Tolueno	-	98500	98497,1	2,8

Siguiendo el mismo procedimiento, se usan las ecuaciones 11.8.2.1 y 11.8.2.2 para calcular el área de la sección transversal y el diámetro de la columna. El caudal volumétrico, Q , es la suma del caudal de solvente y de alimentación. El valor de velocidad del líquido de la columna seleccionado en el rango de valores típicos es de 20 m /s.

$$A = \frac{0.0341 \text{ m}^3/\text{s}}{0.0055 \text{ m/s}} = 6.13 \text{ m}^2$$

$$D = \sqrt{\frac{4}{\pi} 6.13 \text{ m}^2} = 2.8 \text{ m}$$

A continuación, se calcula la altura de la columna mediante la ecuación 11.8.2.3 con el número de etapas de equilibrio necesarias (12 etapas) y la altura equivalente a una etapa teórica (1.2 m).

$$Z_T = 1.2 \text{ m} \times 12 = 14.5 \text{ m}$$

■ Diseño mecánico

El diseño mecánico se basa en el código ASME (American Society of Mechanical Engineers), sección VIII, división I.

- Material de construcción

El material elegido es el AISI 304, dadas sus excelentes propiedades para el conformado y el soldado, y su excelente resistencia a la corrosión.

- Presión de diseño

La presión de operación del diseñador, P_0 , es de 0.1 atm (101325 Pa). La presión de diseño, P , se calcula según la ecuación 11.0.3.

$$P = 1.1 \times 0.1 = 0.11 \text{ atm}$$

- Temperatura de diseño

La temperatura de diseño se calcula en base a la máxima temperatura alcanzada en la columna. En este caso es de 95° C. Se calcula la temperatura de diseño según la ecuación 11.0.4.

$$T = 95 + 20 = 115 \text{ °C}$$

- Cálculo del espesor

El espesor de la pared del cuerpo cilíndrico del recipiente se calculará dada la ecuación 11.0.5.

$$t = \frac{P R}{S E - 0.6 P} + C_1 \quad (\text{Ec. 11.0.5})$$

Donde, t : espesor de la pared (m)

P: presión de diseño (11145.75 Pa)

S: límite elástico del material de diseño a la temperatura deseada según la Tabla 11.0.1
(145·10⁶ N/m²)

E: eficiencia de soldadura (0.85)

C₁ = tolerancia a la corrosión (0.003m)

R = radio interno del cilindro (1.397 m)

Por lo tanto, el espesor calculado para el cuerpo cilíndrico es de 4 mm. El espesor de los cabezales toriesféricos en los extremos se calcula según la ecuación 11.0.6.

$$t_{cabezal} = \frac{P L M}{2 S E - 0.2 P} + C_1 + C_2 \quad (\text{Ec. 11.0.6})$$

Donde, t _{cabezal} = espesor mínimo del cabezal (m)

P = presión interna de diseño (11145.75 Pa)

L = radio esférico interior (2.7994 m)

M = relación r/L (1.54)

S = esfuerzo máximo admisible (145·10⁶ Pa)

C₁ = Sobreespesor por corrosión (0.003 m)

C₂ = Tolerancia a la corrosión (+10%)

E = Eficiencia de soldadura (0.85)

Operando la ecuación 11.0.6 se obtiene un espesor para los extremos toriesféricos de 4 mm.

- Peso del equipo vacío

El peso de la columna E-301 vacía resulta de la suma del peso de la parte cilíndrica (ecuación 11.0.7) y el peso de los extremos toriesféricos (ecuación 11.0.8), teniendo en cuenta el espesor calculado para el equipo y la densidad del material de construcción elegido. La densidad del acero inoxidable AISI 304 es de 7800 kg/m³.

$$M_{cilindro} = \pi L_{cil.} \left(\left(\frac{D_e}{2} \right)^2 - \left(\frac{D_i}{2} \right)^2 \right) \rho_{material} \quad (\text{Ec. 11.0.7})$$

Donde, L_{cil} = longitud del cilindro (14.5 m)

D_i = diámetro interior del cilindro (2.795 m)

D_e = diámetro exterior del cilindro ($D_i + 2 \cdot \text{espesor} = 2.803 \text{ m}$)

$$M_{cabeza} = \left((0.08089 D_e^3) - (0.08089 D_i^3) \right) \rho_{material} \quad (\text{Ec. 11.0.8})$$

Donde, D_i = diámetro interior (2.785 m)

D_e = diámetro exterior ($D_i + 2 \cdot \text{espesor} = 2.803 \text{ m}$)

Operando dichas ecuaciones se obtiene que;

$$M_{CILINDRO} = 3949.2 \text{ kg}$$

$$M_{EXTREMOS} = 237.3 \text{ kg}$$

Resultando un peso total del equipo vacío de 4186.6 kg.

- Peso del equipo en operación

El peso de la columna E-301 en operación se obtiene añadiendo al peso del equipo vacío el peso que corresponde a la mezcla. La densidad de la mezcla es 944.75 kg/ m³. Se calcula el peso del equipo en operación mediante la ecuación 11.0.9.

$$M_{op.} = M_{equip.} + (V_{liq.} \rho_{liq.}) \quad (\text{Ec. 11.0.9})$$

El peso de la mezcla líquida en la columna es de 83452.5 kg , por lo que resulta una peso del equipo en operación de 87639 kg.

- Aislamiento

Para aislar el equipo se utiliza la Lana Mineral de Roca, ya que es un producto versátil y extremadamente útil, posee una excelente calidad y eficiencia.

Para determinar el aislante necesario se utiliza el simulador *Insulan* facilitado por la empresa *Calorcol*. Se introducen los datos de temperatura del reactor, temperatura exterior, velocidad del

aire (1 m/s) y material. Además, de entre las diferentes posibilidades de densidad de la lana de roca se escogió 140 kg/m³.

11.8.8. Diseño de la columna E-302

En la columna E-302, el sistema está formado por agua, caprolactama y tolueno. La corriente de alimentación está formada por caprolactama, tolueno y una pequeña cantidad de agua. El solvente a emplear es agua, que es recuperada en la en la columna de destilación CD-301 y recirculada. El extracto está formado por caprolactama, agua y una pequeña cantidad de tolueno, y el refinado, se compone mayoritariamente por tolueno, y es recirculado a la columna E-201. En la tabla 11.8.2.4 se presenta la composición de cada una de las corrientes. La separación ha sido determinada mediante el simulador HYSYS, y requiere 4 etapas de equilibrio.

Tabla 11.8.20.: Composiciones de las corrientes de entrada y salida del la columna de extracción E-302 en el estado estacionario.

	Flujo másico (kg/h)			
	Alimentación	Solvente	Extracto	Refinado
Agua	0,1235	24600	24600,1	-
Caprolactama	6480,9	0,0009	6480,2	0,65
Tolueno	98497	12,4	12,4	98497

Con las ecuaciones 11.8.2.1 y 11.8.2.2 se calcula el área de la sección transversal y el diámetro de la columna. El caudal volumétrico, Q, es la suma del caudal de solvente y de alimentación. El valor de velocidad del líquido de la columna seleccionado en el rango de valores típicos es de 20 m/s.

$$A = \frac{0.036 \text{ m}^3/\text{s}}{0.0055 \text{ m/s}} = 6.49 \text{ m}^2$$

$$D = \sqrt{\frac{4}{\pi} 6.49 \text{ m}^2} = 2.8 \text{ m}$$

A continuación, se calcula la altura de la columna mediante la ecuación 11.8.2.3 con el número de etapas de equilibrio necesarias (4 etapas) y la altura equivalente a una etapa teórica (2.8 m).

$$Z_T = 2.8 \text{ m} \times 4 = 11.5 \text{ m}$$

- Diseño mecánico

El diseño mecánico se basa en el código ASME (American Society of Mechanical Engineers), sección VIII, división I.

- Material de construcción

El material elegido es el AISI 304, uno de los aceros inoxidables más versátiles y uno de los más usados de la serie 300 por sus excelentes propiedades.

- Presión de diseño

La presión de operación del diseñador, P_o , es de 0.1 atm (101325 Pa). La presión de diseño, P , se calcula según la ecuación 11.0.3.

$$P = 1.1 \times 0.1 = 0.11 \text{ atm}$$

- Temperatura de diseño

La temperatura de diseño se calcula en base a la máxima temperatura alcanzada en la columna. En este caso es de 45° C. Se calcula la temperatura de diseño según la ecuación 11.0.4.

$$T = 45 + 20 = 65 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

- Cálculo del espesor

El espesor de la pared del cuerpo cilíndrico del recipiente se calculará dada la ecuación 11.0.5.

$$t = \frac{P R}{S E - 0.6 P} + C_1 \quad (\text{Ec. 11.0.5})$$

Donde, t : espesor de la pared (m)

P : presión de diseño (11145.75 Pa)

S : límite elástico del material de diseño a la temperatura deseada según la Tabla 11.0.1
($145 \cdot 10^6 \text{ N/m}^2$)

E : eficiencia de soldadura (0.85)

C_1 = tolerancia a la corrosión (0.003m)

R = radio interno del cilindro (1.436 m)

Por lo tanto, el espesor calculado para el cuerpo cilíndrico es de 4 mm. El espesor de los cabezales toriesféricos en los extremos se calcula según la ecuación 11.0.6.

$$t_{cabezal} = \frac{P L M}{2 S E - 0.2 P} + C_1 + C_2 \quad (\text{Ec. 11.0.6})$$

Donde, $t_{cabezal}$ = espesor mínimo del cabezal (m)

P = presión interna de diseño (11145.75 Pa)

L = radio esférico interior (2.877 m)

M = relación r/L (1.54)

S = esfuerzo máximo admisible ($145 \cdot 10^6$ Pa)

C_1 = Sobreespesor por corrosión (0.003 m)

C_2 = Tolerancia a la corrosión (+10%)

E = Eficiencia de soldadura (0.85)

Operando la ecuación 11.0.6 se obtiene un espesor para los extremos toriesféricos de 4 mm.

- Peso del equipo vacío

El peso de la columna E-302 vacía resulta de la suma del peso de la parte cilíndrica (ecuación 11.0.7) y el peso de los extremos toriesféricos (ecuación 11.0.8), teniendo en cuenta el espesor calculado para el equipo y la densidad del material de construcción elegido. La densidad del acero inoxidable AISI 304 es de 7800 kg/m^3 .

$$M_{cilindro} = \pi L_{cil.} \left(\left(\frac{D_e}{2} \right)^2 - \left(\frac{D_i}{2} \right)^2 \right) \rho_{material} \quad (\text{Ec. 11.0.7})$$

Donde, L_{cil} = longitud del cilindro (11.5 m)

D_i = diámetro interior del cilindro (2.873 m)

D_e = diámetro exterior del cilindro ($D_i + 2 \cdot \text{espesor} = 2.881 \text{ m}$)

$$M_{cabezal} = \left((0.08089 D_e^3) - (0.08089 D_i^3) \right) \rho_{material} \quad (\text{Ec. 11.0.8})$$

Donde, D_i = diámetro interior (2.873 m)

D_e = diámetro exterior ($D_i + 2 \cdot \text{espesor} = 2.881 \text{ m}$)

Operando dichas ecuaciones se obtiene que;

$$M_{CILINDRO} = 3238.8 \text{ kg}$$

$$M_{EXTREMOS} = 250.65 \text{ kg}$$

Resultando un peso total del equipo vacío de 3489.42 kg.

- Peso del equipo en operación

El peso de la columna E-302 en operación se obtiene añadiendo al peso del equipo vacío el peso que corresponde a la mezcla. La densidad de la mezcla es 935 kg/m³. Se calcula el peso del equipo en operación mediante la ecuación 11.0.9.

$$M_{op.} = M_{equip.} + (V_{liq.} \rho_{liq.}) \quad (\text{Ec. 11.0.9})$$

El peso de la mezcla líquida en la columna es de 69612.75 kg, por lo que resulta una peso del equipo en operación de 73102.2 kg.

- Aislamiento

Para aislar el equipo se utiliza la Lana Mineral de Roca, ya que es un producto versátil y extremadamente útil, posee una excelente calidad y eficiencia.

Para determinar el aislante necesario se utiliza el simulador *Insulan* facilitado por la empresa *Calorcol*. Se introducen los datos de temperatura del reactor, temperatura exterior, velocidad del aire (1 m/s) y material. Además, de entre las diferentes posibilidades de densidad de la lana de roca se escogió 140 kg/m³.

11.9. Cristalización

El subproducto de la síntesis de caprolactama es el sulfato de amonio. El proceso mejor establecido para la recuperación del sulfato de amonio cristalino es la cristalización por evaporación de múltiple efecto.

Es muy importante recuperar el sulfato de amonio producido como subproducto durante el proceso, ya que se obtiene en mayor cantidad que el producto deseado. Si se logra realizar una buena gestión de este subproducto se puede mejorar el beneficio económico ya que este se comercializa como fertilizante.

En este proceso todo el sulfato de amonio se produce en la etapa de transformación de Beckmann, produciendo 1.8 Tn de sulfato de amonio por Tn de caprolactama.

La corriente a tratar es la corriente 261, una corriente diluida de sulfato de amonio en agua y trazas de caprolactama. El objetivo de esta operación es obtener el sulfato de amonio sólido. Se utilizarán cristalizadores para la evaporación de la solución de sulfato de amonio.

La cristalización es una operación de transferencia de materia en la que se produce la formación de un sólido (cristal o precipitado) a partir de una fase homogénea (sóluto en disolución). Los tipos básicos de cristalización desde soluciones son los que se muestran en la Tabla.11.9.1.

Tabla.11.9.1. Tipos básicos de cristalización desde soluciones.

Tipo de Cristalización	Sobresaturación producida por:
Cristalización por enfriamiento	Reducción de temperatura
Cristalización por evaporación	Evaporación de disolvente
Cristalización por reacción	Reacción química
Cristalización por salting-out	Adición de otra sustancia
Cristalización al vacío	Flashing y evaporación
Métodos combinados	Combinación de métodos anteriores

En la Tabla.11.9.2. se muestran los datos de solubilidad del sulfato de amonio (*Perry Table 2-122, page2-126*).

Tabla.11.9.2. Solubilidad del sulfato de amonio en agua.

T [°C]	g $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4/100\text{gH}_2\text{O}$
0	70.6
10	73.0
20	75.4
30	78.0
40	81.0
60	88.0
80	95.3
100	103.3

Como se puede observar en la Tabla.11.9.2. la solubilidad del sulfato de amonio no varía mucho frente a la temperatura. Esta dependencia se observa mejor en la representación gráfica de solubilidades de diferentes sales en agua, Figura.11.9.1. Cuando el coeficiente de solubilidad dC/dT es muy pequeño, como en este caso en particular, donde la solubilidad no se ve afectada por la temperatura, la cristalización no se puede realizar por enfriamiento. La cristalización solo se ve afectada por la evaporación. El método para crear la sobresaturación en la solución, y así poder obtener sulfato de amonio sólido, será realizando la evaporación del disolvente de la solución.

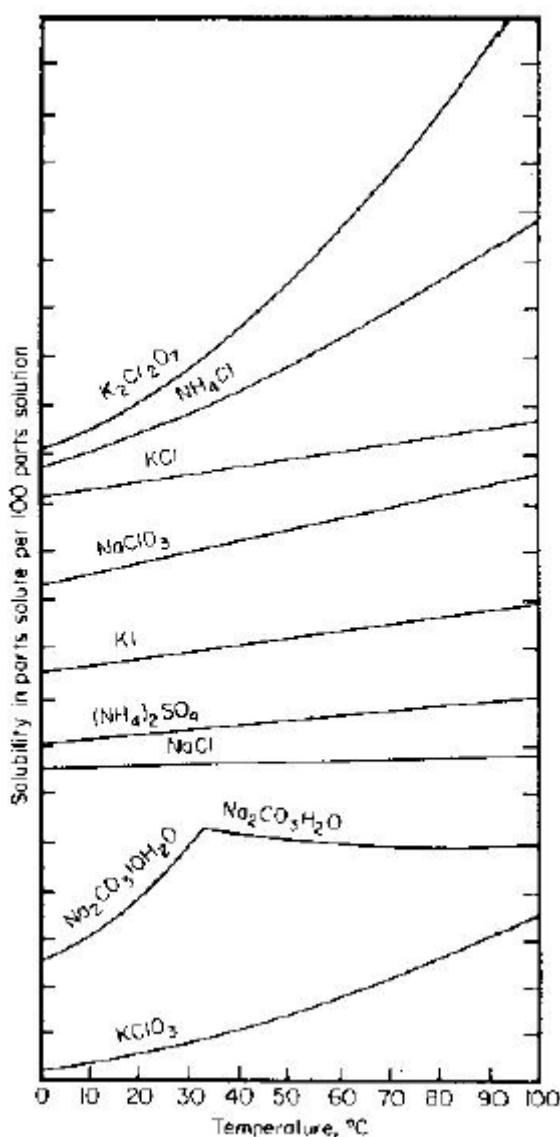


Figura.11.9.1. Curvas de solubilidad en agua.

Los cristales de sulfato de amonio se forman haciendo circular el licor de sulfato de amonio a través de un evaporador de agua, que espesa la solución. Los cristales de sulfato de amonio se separan del licor en una centrífuga. El licor saturado se devuelve a la corriente de sulfato de amonio diluido del evaporador.

En la Figura.11.9.2. se muestra un diagrama de un proceso típico de producción de sulfato de amonio como subproducto de la caprolactama. A lo largo de este apartado se explicará este diagrama en más detalle.

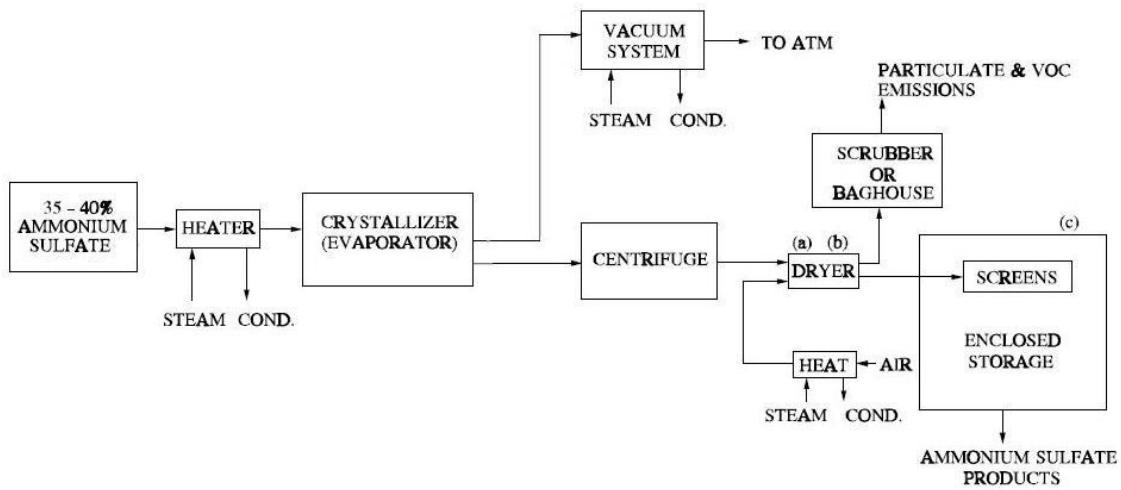


Figura.11.9.2. Diagrama típico del proceso de sulfato de amonio.

11.9.1. Cristalizador

Los cristalizadores se clasifican según dos características:

1. Clasificación según el método de creación de la sobresaturación.
2. Clasificación según el método de suspensión de los cristales en crecimiento.

Como se ha explicado en la introducción en este caso la sobresaturación se crea por evaporación. Se circulará la disolución saturada para la producción de cristales más pequeños y uniformes. Este tipo de cristalizador se denomina cristalizador Oslo (Krystal).

En los cristalizadores con licor circulante solamente el licor está circulando, con la masa de cristales creciendo estáticamente. La sobresaturación es impartida al licor en una parte del equipo; entonces el licor se hace circular a otra parte del cristalizador donde este incrementa su sobresaturación hasta el crecimiento de los cristales, y entonces es recirculado otra vez. En la Figura.11.9.3. se muestra un cristalizador Oslo por evaporación (*Perry's, página 18-54*).

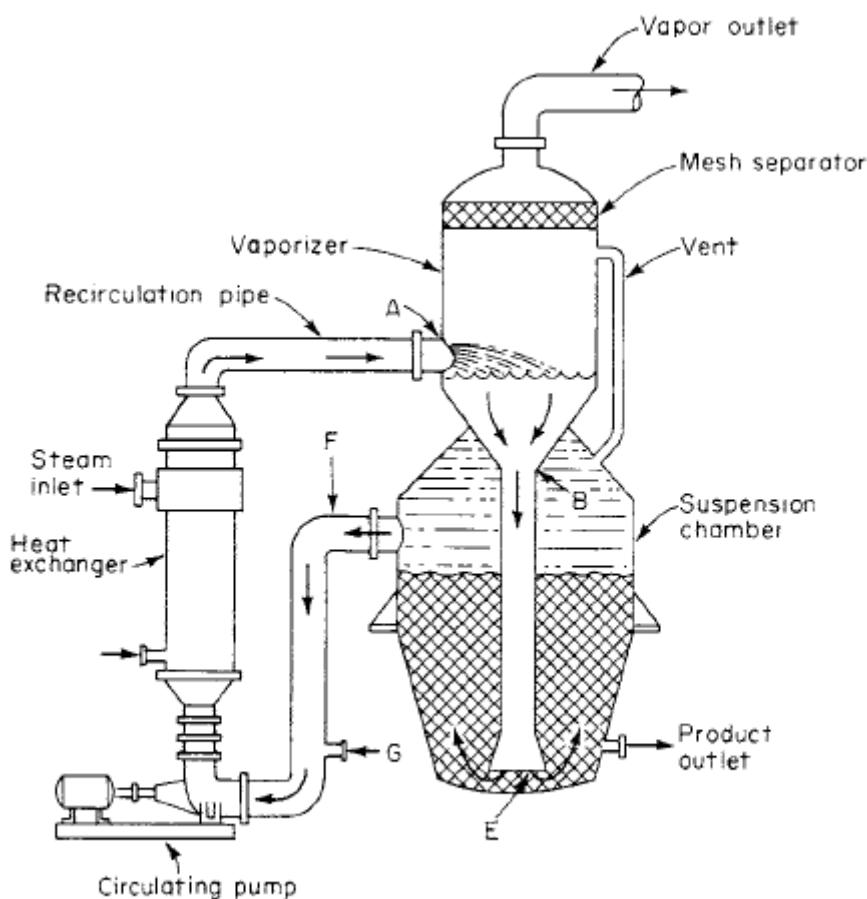


Figura.11.9.3. Cristalizador Oslo por evaporación.

El evaporador se calentará con vapor de agua, aprovechando de esta manera el calor generado en la transformación de Beckmann. El vapor de agua utilizado en el evaporador condensará sobre los tubos metálicos. Se recomienda que el vapor sea de baja presión, inferior a 3 atm absolutas. Una buena práctica sería realizar un vacío moderado, de hasta 0.05 atm absolutas para reducir la temperatura de ebullición del líquido y aumentar la diferencia de temperatura entre el vapor condensante y el líquido de ebullición y, por tanto, aumentar la velocidad de transmisión de calor en el evaporador.

Si se utiliza un evaporador de efecto simple, en el cual el vapor procedente del líquido en ebullición se condensa y se desecha, se utiliza ineficazmente el vapor. En un evaporador de efecto simple se requieren de 1 a 1.3 kg de vapor para evaporar 1 kg de agua de la disolución. El método general para aumentar la evaporación por kilogramo de vapor de agua utilizando una serie de evaporadores entre el suministro de vapor vivo y el condensador es la evaporación en efecto múltiple. Con evaporadores de efecto múltiple se aprovecha el vapor que sale a alta temperatura realizando una concentración progresiva de la disolución, utilizando en la etapa

siguiente el vapor condensado. Por esta razón los evaporadores de efecto múltiple son equipos energéticamente muy eficientes.

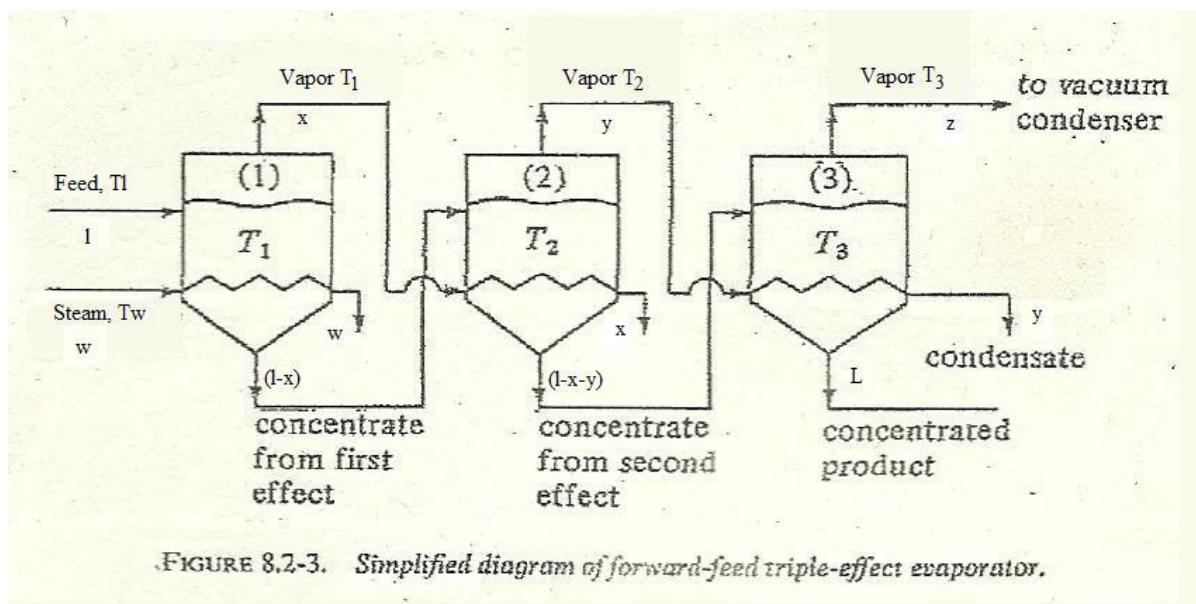


FIGURE 8.2-3. Simplified diagram of forward-feed triple-effect evaporator.

Figura.11.9.4. Diagrama simplificado de evaporador de triple efecto.

Figura.11.9.4. se puede observar un diagrama simplificado de un evaporador de triple efecto y en la Figura.11.9.5. se puede observar una imagen real de una instalación de un cristalizador evaporativo de 3efectos.



Figura.11.9.5. Cristalizador evaporativo de triple efecto.

- Cálculo del vapor necesario

Durante el cálculo del evaporador se usará la nomenclatura de las corrientes especificada en la Figura.11.9.4.

Considerando un evaporador de triple efecto se pueden escribir siete ecuaciones: un balance de entalpía para cada efecto, una ecuación de capacidad para cada efecto y la evaporación total, que es conocida, o bien la diferencia entre los flujos de las disoluciones concentrada y diluida.

Consideraciones de cálculo:

- Se considera que no hay pérdidas, $T_i = T_{w,i}$
- Superficie de calentamiento en cada efecto es la misma, $A_1=A_2=A_3=A_m$
- Elevación del punto de ebullición despreciable.

$$\text{Suma vapor generado: } V = x + y + z \quad (\text{Ec.11.9.1.})$$

$$\text{Balance global: } l = L + V \quad (\text{Ec.11.9.2.})$$

$$\text{Balance } (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 : \quad l x_l = L x_L \quad (\text{Ec.11.9.3.})$$

Balance de energía por efectos:

$$\text{Efecto 1: } w\lambda_w = lC_{p1}(T_1 - T_l) + x\lambda_1 \quad (\text{Ec.11.9.4.})$$

$$\text{Efecto 2: } x\lambda_1 + (1-x)C_{p1}(T_1 - T_2) = y\lambda_2 \quad (\text{Ec.11.9.5.})$$

$$\text{Efecto 3: } y\lambda_2 + (1-x-y)C_{p2}(T_2 - T_3) = z\lambda_3 \quad (\text{Ec.11.9.6.})$$

Se considera que en los tres efectos se transfiere la misma cantidad de calor:

$$q_1 = q_2 = q_3 \quad (11.9.7.)$$

$$U_1 A_1 \Delta T_1 = U_2 A_2 \Delta T_2 = U_3 A_3 \Delta T_3 \quad (\text{Ec.11.9.8.})$$

$$\frac{\Delta T_1}{1/U_1} = \frac{\Delta T_2}{1/U_2} = \frac{\Delta T_3}{1/U_3} = \frac{\Delta T_1 + \Delta T_2 + \Delta T_3}{1/U_1 + 1/U_2 + 1/U_3} = \frac{T_w - T_3}{1/U_1 + 1/U_2 + 1/U_3} \quad (\text{Ec.11.9.9.})$$

$$w\lambda_w = U_1 A_1 \Delta T_1 \rightarrow A_1 = \frac{w\lambda_w}{U_1 \Delta T_1} \quad (\text{Ec.11.9.10.})$$

$$x\lambda_1 = U_2 A_2 \Delta T_2 \rightarrow A_2 = \frac{x\lambda_1}{U_2 \Delta T_2} \quad (\text{Ec.11.9.11.})$$

$$y\lambda_2 = U_3 A_3 \Delta T_3 \rightarrow A_3 = \frac{y\lambda_2}{U_3 \Delta T_3} \quad (\text{Ec.11.9.12.})$$

$$A_n = \frac{A_1 + A_2 + A_3}{3} \quad (\text{Ec.11.9.13.})$$

Las incógnitas a resolver de estas ecuaciones son siete: (1) el flujo de vapor vivo que entra en el primer efecto, (2) a (4) la velocidad de flujo desde cada efecto, (5) la temperatura de ebullición en el primer efecto, (6) la temperatura de ebullición en el segundo efecto, y (7) la superficie de calefacción por efecto.

El vapor utilizado para realizar la evaporación es vapor a presión moderada, 2 bar, y una temperatura de $T_w=120^\circ\text{C}$. Los coeficientes globales estimados de cada efecto son $U_1=2700\text{kcal/m}^2\text{h}^\circ\text{C}$, $U_2=1700\text{kcal/m}^2\text{h}^\circ\text{C}$ i, $U_3=975\text{kcal/m}^2\text{h}^\circ\text{C}$. En el tercer efecto la presión y temperatura son $P_3=0.16\text{bar}$ y $T_3=55^\circ\text{C}$.

La corriente de alimentación, l , corresponde al corriente de proceso 261. El corriente total a tratar es de 35916.25 kg/h , del cual 24192.58kg/h son agua, 11658.17kg/h sulfato de amonio y 65.50kg/h de caprolactama como impureza.

$$l = 35916.25\text{kg/h}$$

$$x_l = 0.324$$

$$T_l = 70^\circ\text{C}$$

El objetivo de la cristalización será obtener una corriente al 80% en sulfato de amonio. Se considera mejor evaporar hasta el 80% y no hasta el 100% para no tener problemas de solidificación. Posteriormente mediante la filtración y el secado se acabará de eliminar el agua restante y las impurezas. La caprolactama que está presente como impurezas de la corriente de sulfato de amonio se devolverá al tanque de neutralización. En el sulfato de amonio tendrá muy poca presencia o nula de caprolactama ya que la cristalización es un proceso con un factor de separación elevado. En el proceso de formación de cristales no se incorpora impurezas dentro de los cristales.

Para la obtención de las 7 incógnitas anteriormente mencionadas se realiza un método iterativo ya que la resolución simultánea de todas las ecuaciones resulta tediosa. El método de cálculo iterativo es el siguiente:

1. Se supone $q_1=q_2=q_3$ (Ec.11.9.7.), se calcula T_1 y T_2 (Ec.11.9.9.)
2. De los balances Ec.11.9.1 hasta Ec.11.9.6. se calculan los valores de w , x , y , z .
3. Se calcula la superficie de calefacción que se requiere en cada efecto A_1 , A_2 y A_3 (Ec.11.9.10-12)
4. Si las áreas de calefacción así encontradas no son aproximadamente iguales, se calcula el valor medio de las áreas A_n y se recalculan $\Delta T_1'$, $\Delta T_2'$, $\Delta T_3'$. Se estiman nuevos valores para las temperaturas de ebullición T_1' T_2' y se repiten las partes 2 y 3 hasta que las superficies de calefacción sean iguales.

Para facilitar el cálculo iterativo y obtener una ecuación que relacione los calores latentes del vapor de agua saturado con la temperatura, λ_{Ti} , se ha realizado una regresión lineal de los valores de los calores latentes a diferentes temperaturas bibliográficas (Apéndice 8 Mc. Cabe, página 1075). Estos datos se muestran en la Tabla.11.9.3.

Tabla.11.9.3. Calor latente del vapor de agua saturado.

T_i °C	λ_{Ti} kcal/kg	T_i °C	λ_{Ti} kcal/kg	T_i °C	λ_{Ti} kcal/kg
0	595.4	40	574.2	125	522.1
2	594.4	42	573.1	130	518.6
4	593.3	44	571.9	135	515.1
6	592.3	46	570.8	140	511.5
8	591.2	48	569.6	145	507.8
10	590.2	50	568.4	150	504.1
12	589.1	55	565.6	155	500.3
14	588.1	60	562.8	160	496.5
16	587.0	65	559.9	165	492.6
18	585.9	70	556.9	170	488.7
20	584.9	75	554.0	175	484.7
22	583.9	80	551.1	180	480.6
24	582.8	85	548.1	185	476.6
26	581.8	90	544.9	190	472.3
28	580.7	95	541.9	195	468.1
30	579.6	100	538.7	200	463.8
32	578.6	105	535.6	205	459.4
34	577.4	110	532.3	210	455.0
36	576.4	115	528.9	215	450.6
38	575.3	120	525.6	220	446.0

La regresión lineal de los datos de la Tabla.11.9.3. corresponde a la ecuación Ec.11.9.14.

$$\lambda_{Ti} = -0.6597 T_i + 600.17 \quad (\text{Ec.11.9.14.})$$

$$R^2 = 0.9941$$

Siguiendo el proceso iterativo Figura.11.9.5. y realizando la resolución del sistema lineal de cuatro ecuaciones Ec.11.9.1., Ec.11.9.4., Ec.11.9.5. y Ec.11.9.6, con cuatro incógnitas (x, y, z, w). La resolución se realiza como solución algebraica de un sistema de ecuaciones no homogéneo $x = A^{-1}b$, con el software Matlab.

En la Tabla.11.9.4. se muestran los valores de las temperaturas de cada efecto, el calor latente de estas temperaturas y el incremento de temperatura entre el intercambiador y el cristalizador.

Tabla.11.9.4. Temperaturas, incremento de temperatura y calor latente para cada efecto

	Efecto 1	Efecto 2	Efecto 3
$T_i \text{ } ^\circ\text{C}$	103.9	83.8	55.3
$\Delta T_i \text{ } ^\circ\text{C}$	16.1	20.1	28.5
$\lambda_{Ti} \text{ (kcal/kg)}$	531.6	5.44.9	563.7

Con los datos de la Tabla.11.9.4. se soluciona el sistema $x=Ab$, Ec.11.9.15, obteniendo los valores de vapor consumido w y el vapor generado V, representados en la Tabla.11.9.5.

$$\begin{pmatrix} x \\ y \\ z \\ w \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} -\lambda_{T_1} & 0 & 0 & \lambda_w \\ \lambda_{T_1} - (T_1 - T_2) & -\lambda_{T_2} & 0 & 0 \\ -\lambda_{T_2} - (T_2 - T_3) & \lambda_{T_2} - (T_2 - T_3) & -\lambda_{T_3} & 0 \\ 1 & 1 & 1 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} l(T_1 - T_l) \\ l(T_1 - T_2) \\ -l(T_2 - T_3) \\ V \end{pmatrix} \quad (\text{Ec.11.9.15.})$$

$$A = \begin{bmatrix} -531.626144 & 0 & 0 & 521.006 \\ 511.542347 & -544.875425 & 0 & 0 \\ -28.4784217 & 516.397003 & -563.662639 & 0 \\ 1 & 1 & 1 & 0 \end{bmatrix}$$

$$b = \begin{bmatrix} 1217616.75 \\ 721334.678 \\ -1022838.11 \end{bmatrix}$$

21370.1688]

La resolución de este sistema se realiza con el operador \ de Matlab: $x=A\b{b}$.

Tabla.11.9.5. Caudales básicos de vapor.

x (kg/h)	8038
y (kg/h)	6223
z (kg/h)	7109
w (kg/h)	10539
V (kg/h)	21370

Resolviendo las ecuaciones Ec.11.9.10.-13. se obtiene la superficie de calentamiento en cada efecto:

$$A_n = 124.5m^2$$

Una de las razones por las cuales se escoge un sistema de evaporación de múltiple efecto es por la economía del sistema E, que se estable como la relación de vapor producido por vapor consumido. En la Tabla.11.9.5. se muestra la economía de cada efecto y la global.

Tabla.11.9.6. Economía de cada efecto y global del sistema.

E ₁	0.76
E ₂	0.77
E ₃	1.14
E _{global}	2.03

Como se puede observar en los resultados, Tabla.11.9.5., en cada efecto se tiene una economía menor a 1 o próxima, pero en global la economía tiene un valor de 2. Esto significa que por cada 2 kg de vapor producido se ha consumido un 1 kg de vapor. Comparando con la economía que se obtiene con un solo efecto se comprueba que trabajando con múltiple efecto la operación resulta más económica hablando en términos de vapor.

- Cristalizador

Los cristales de sulfato de amonio se forman haciendo circular el licor de sulfato de amonio a través de un evaporador de agua, que espesa la solución, como se muestra en la Figura.11.9.3.

En el apartado anterior se ha realizado el cálculo del vapor necesario para evaporar el agua de la solución de sulfato de amonio. Para el diseño exhaustivo del cristalizador es necesario determinar la masa total de cristales, el tamaño, la forma y los números de cristales. Para la masa total de cristales y la pureza es necesario realizar los cálculos de equilibrio con los datos de solubilidad y los balances de materia con los datos de entalpia-concentración.

Para conocer el tamaño, forma y número de cristales se requiere la cinética de nucleación, la cinética de crecimiento y las curvas de distribución de tamaño, el CSD (Cell Size Distribution).

Para realizar una estimación del tamaño necesario para cristalizar se han usado valores típicos de cristales para cristalización evaporativa (*Perry's página 18-58*). El crecimiento de cristales es un proceso por capa, le tiempo de retención requerido en muchos de los equipos comerciales para producir cristales del tamaño deseado son del orden de 2 a 6 horas. Las velocidades de crecimiento son del orden de 1 a 2 $\mu\text{m}/\text{min}$. Para el sulfato de amonio el tamaño medio de cristal es de 2mm (www.gea-crystallization.com).

Suponiendo que la cristalización es ideal MSMPR (Mixed Suspension, Mixed Product Removal) y realizando el balance de densidad de población en masa acumulativa se obtiene la ecuación (Ec.11.9.16).

$$\phi_M = \frac{M}{M_T} = 1 - (1 + z + \frac{1}{2}z^2 + \frac{1}{6}z^3)e^{-z} \quad (\text{Ec.11.9.16})$$

Donde $z = \frac{L}{G\tau}$

G es la velocidad de crecimiento de los cristales

L es la longitud característica de un sólido, que depende de la esfericidad de la partícula como se muestra en la ecuación (Ec.11.9.17).

$$L = \phi_s D_p \quad (\text{Ec.11.9.17})$$

Sabiendo que los cristales son rómbicos bipiramidales (Ullmann's Enc) se realiza una simplificación suponiendo que son esféricos con un coeficiente de esfericidad de 1. Aproximando que la longitud característica del sólido L es igual al diámetro

Para la dimensión media de sólido la masa acumulativa ϕ_M es de 0.5. Igualando la ecuación Ec.11.9.16. a 0.5 se obtiene que el valor de $z=3.67$ (Ec.11.9.18.).

$$z = 3.67 = \frac{L_M}{G \tau} \text{ (Ec.11.9.18)}$$

Como se ha comentado anteriormente la longitud media para los cristales de sulfato de amonio es de 2 mm con un crecimiento en cristalizadores evaporativos de $2\mu\text{m}/\text{min}$. Sustituyendo estos valores en la ecuación Ec.11.9.18. se obtiene el tiempo de residencia τ .

$$\tau = \frac{L_M}{3.67G} = \frac{2\text{mm} \cdot 1\text{h}/60\text{min}}{3.67 \cdot 2 \cdot 10^{-3}\text{mm}/\text{min}} = 4.5\text{h}$$

Para el cálculo del volumen necesario de cristalización es necesario conocer el caudal volumétrico a tratar, este se obtiene con el caudal mísico y la densidad de la mezcla (Ec.11.9.19.).

$$Q_L = \frac{35916.25\text{kg}/\text{h} \cdot 10^3\text{l}/\text{m}^3}{1237.2\text{kg}/\text{m}^3} = 29030.27\text{l}/\text{h} \quad \text{(Ec.11.9.19.)}$$

El volumen necesario se obtiene con el valor del tiempo de residencia estimado como se muestra en la ecuación (Ec.11.9.20.)

$$V = Q_L \cdot \tau = 131\text{m}^3 \quad \text{(Ec.11.9.20.)}$$

Sobredimensionando un 10% el volumen necesario estimado es de 144 m^3 . Esta operación se va a realizar en un cristalizador evaporativo de triple efecto, por lo tanto suponemos que el volumen necesario de cada unidad va ha ser una tercera parte, siendo este de 48 m^3 .

11.10. Centrifugación y secado

11.10.1. Centrífuga

Después del proceso de cristalización, se separan los cristales producidos de sulfato de amonio del licor en una centrífuga. En el proceso de subproducto caprolactama, el producto se transfiere primero a un tanque de sedimentación para reducir la carga de líquido en la centrífuga. El licor saturado se devuelve a la parte de neutralización donde volverá a pasar por el evaporador.

La centrifuga se ha comprado a la empresa *RIERA NADEU SA* y se ha elegido el modelo de decantadoras continuas RINA 600D.

Se trata de un equipo centrífugo de rotor cilíndrico/cónico no perforado y eje horizontal, cuya aplicación principal es la separación continua de suspensiones sólido/líquido. El principio fundamental de su funcionamiento es el de sedimentación centrífuga.

Su gran versatilidad permite tratar mezclas de sólido y líquido con diferentes proporciones, sólidos con diferente granulometría e incluso suspensiones concentradas en sólido.

Su funcionamiento consiste en introducir la suspensión por la tubería axial (con o sin floculante), que es acelerada gracias a la acción del distribuidor y penetra en la parte cónica inicial del rotor. Los sólidos son separados del líquido gracias a la acción del extractor helicoidal que se mueve a la velocidad diferencial de arrastre y posteriormente son descargados por el colector.

Por otro lado, el líquido que es clarificado en la parte cilíndrica sale por rebosadero hacia el tubo de salida, según el nivel fijado previamente. El secado del sólido se ve favorecido por un conjunto de diafragmas y también gracias a la óptima relación longitud/diámetro de este modelo de centrífuga.

Las partes estructurales de la máquina son de acero especial tratado y las que están en contacto con la mezcla de proceso son de acero inoxidable AISI 316, debido a que se ha visto que este era el material más idóneo al trabajar con sulfato de amonio.

Algunas de las ventajas de este equipo se presentan a continuación:

- Son equipo autónomos
- Han sido construidas sobre bancadas y bloques antivibratorios
- Son de fácil desmontaje y mantenimiento

En la *Figura 11.10.1* se muestra la centrífuga RINA 600D pero para información más detallada sobre sus dimensiones y sus detalles técnicos se recomienda mirar la ficha técnica que se muestra en el *Apartado 2*.



Figura 11.10.1: Centrífuga RINA 600D

11.10.2. Secado

Los cristales, que contienen aproximadamente 1 a 2,5 por ciento en peso de humedad después de la centrifugación, se alimentan ya sea a un lecho fluidizado o un secador de tambor rotatorio. El secador de lecho fluidizado son continuamente alimentados con vapor de agua calentada, mientras que los secadores rotatorios se disparan directamente con el petróleo o el gas natural o pueden utilizar calentado con vapor de aire.

Los gases de escape del secador pasan a través de un dispositivo de recogida de partículas, venturi o scrubber centrífugo. Esto permite controlar las emisiones.

Después de ser secado, los cristales de sulfato de amonio se criban en cristales gruesos y finos. Este examen se realiza en un área cerrada para restringir la fuga de polvo en el edificio.

Se ha elegido un secador rotatorio que se ha comprado a la empresa *GMF Gouda*. Este equipo es calentado interiormente con aire caliente directo a contracorriente, es decir, el sólido a secar se introduce continuamente por uno de los extremos del cilindro giratorio mientras que el aire caliente fluye por el otro extremo, tal y como se muestra en la *Figura 11.10.2*. Como se puede comprobar el cilindro está instalado en un pequeño ángulo respecto la horizontal y así el sólido se mueve lentamente a través del aparato. El sólido está continuamente expuesto a la acción secadora del gas gracias a unos elevadores que lo van moviendo hacia una cortina móvil.

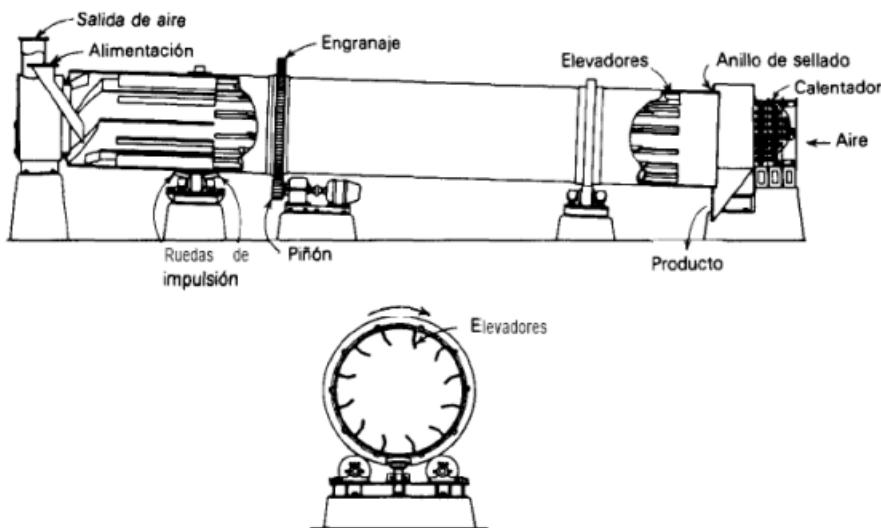


Figura 11.10.2 Secador rotatorio

El vapor que es introducido condensa en el interior del equipo y es retirado continuamente del tambor para asegurar que se mantiene siempre la misma área de secado disponible. Además, el sistema de secado es independiente de manera que resulta imposible que el producto, en este caso sulfato de amonio, entre en contacto con el vapor o el condensado.

Se ha elegido el modelo “single drum dryer” o E que se muestra en la *Figura 11.10.3*

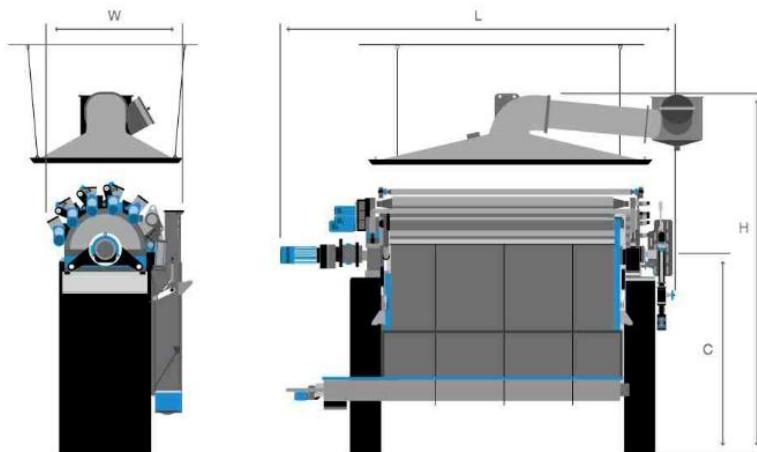


Figura 11.10.3. Esquema simplificado del secador rotatorio tipo E

Las dimensiones del secador se han elegido según el caudal de sulfato de amonio producido y suponiendo que el cilindro tiene una frecuencia de giro de una revolución por minuto. Además, se ha supuesto que el grosor de la capa de sulfato de amonio formada es igual a 2 mm. En la *Tabla 11.10.1* se muestra un breve resumen de las principales características del equipo.

Tabla 11.10.1. Características principales del secador E 20/45.

Parámetro	Unidades	Valor
Área secado	m^2	28,2
Diámetro tambor	mm	2000
Longitud tambor	mm	4500
Numero cilindros		4
Diámetro cilindro	mm	300
Longitud	m	8,8
Anchura	m	3
Altura	m	6,5
Peso	ton	30
Grosor capa	mm	2
Revoluciones	rpm	1
Cabal SA	kg/h	11658,17
SA por minuto	m^3/min	0,056
SA por hora	m^3/h	3,38
Densidad	kg/m^3	1770

11.11. Escamadora

La ε-caprolactama final se va a vender en estado sólido y se va a presentar en forma de Big-Bags de 800 kg. Para cambiar el estado de la caprolactama líquida que sale de la zona de purificación (área 300) se va a utilizar una escamadora, que se ha comprado a la empresa *GMF GOUDA*.

Se ha elegido una escamadora para obtener el producto final sólido debido a que las escamadoras son equipos compactos que requieren relativamente poco espacio, no pueden ser contaminadas al tratarse de sistemas cerrados, presentan costes bajos de operación y mantenimiento, se cierran herméticamente, son fáciles de limpiar y además existen en diferentes tipos de materiales a elegir según las necesidades del proceso.

El proceso de solidificación o cristalización empieza cuando entra en contacto la mezcla de caprolactama líquida con el tambor rotatorio que se encuentra a una temperatura más reducida. Después de una vuelta completa del tambor rotatorio la capa sólida sale del tambor y es conducida hacia unas cuchillas que rompen fácilmente la caprolactama en escamas.

La forma de las escamas finales depende de varios factores, como las condiciones del proceso, el tipo de escamadora utilizada y la naturaleza del producto que se quiere tratar.

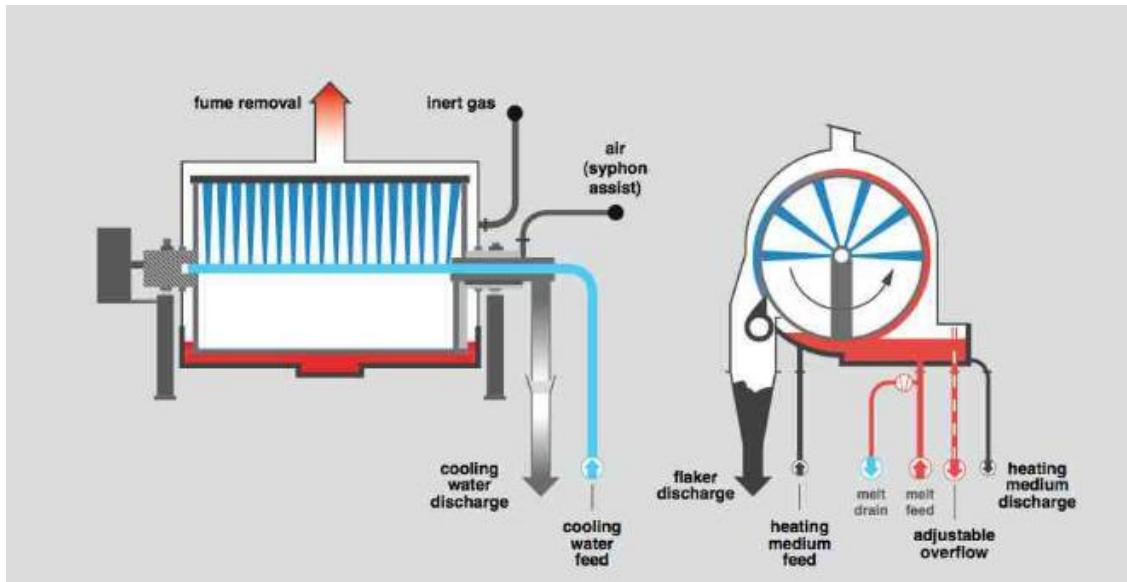


Figura 11.11.1. Esquema simplificado del funcionamiento de una escamadora.

Los factores más importantes a tener en cuenta son el diseño del tambor rotatorio y del conjunto rascador y la circulación del fluido refrigerante. En el caso de la escamadora elegida se tiene un tambor de acero inoxidable, diseñado para asegurar una máxima estabilidad y asegurar que no haya diferentes gradientes de temperatura en el equipo. Además, el diseño del tambor permite que se mantenga una transferencia de calor constante y homogéneo en todo el equipo, para así conseguir el mismo tamaño de escamas en todo momento.

El fluido refrigerante utilizado se introduce directamente sobre la superficie interna del tambor rotatorio de forma pulverizada y se descarga a través de un sifón. No obstante, en todo momento se mantienen condiciones estériles para no contaminar el producto.

Por último, el conjunto rascador se ha de elegir según el material cortante más adecuado y el diseño final de *GMF Gouda* consigue prevenir las vibraciones en el equipo.

En la *Figura 11.11.1.* se muestra un esquema simplificado del funcionamiento de este tipo de equipos.

De entre los dos tipos de escamadoras ofrecidos por la empresa *GMF Gouda*, la *K-Flaker* y la *KBO-Flaker*, se ha elegido la versión *KBO* debido a que se utiliza para tratar productos con viscosidades entre moderadas y altas.

Este tipo de escamadora presenta un rodillo de aplicación climatizado encima del tambor rotatorio, de manera que la mezcla fundida se aplica fácilmente entre la línea de contacto que separa los dos elementos. En la *Figura 11.11.2.* se muestra un esquema básico de su funcionamiento interno.

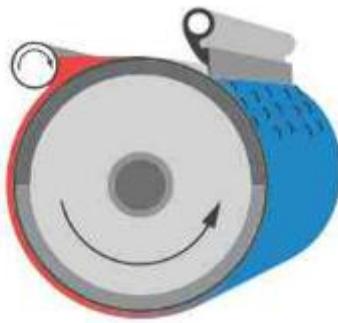


Figura 11.11.2. Esquema simplificado del funcionamiento de una escamadora KBO

Para la determinación del número de escamadoras necesarias según las necesidades de producción de la planta se ha supuesto una velocidad de giro de 1 revolución por minuto y se han calculado las dimensiones de la capa de caprolactama formada en cada vuelta. Para ello se han utilizado los datos facilitados por el fabricante que se muestran en la *Figura 11.11.3*.



DRUM FLAKER MODEL K	5/5	5/10	10/10	10/15	10/20	15/20	15/30	15/40			20/40	20/45
								15	25	35		
Cooling surface	m ²	0,75	1,5	3,1	4,7	8,3	8,3	14	19	25	35	
Drum diameter	mm	500	500	1000	1000	1000	1500	1500	1500	2000	2000	
Drum length	mm	500	1000	1000	1500	2000	2000	3000	4000	4000	4500	
Length (L)	m	1,8	2,6	2,6	3,6	3,6	4,6	6,6	8,6	8,6	10,6	
Width (W)	m	1,8	1,8	1,8	1,8	1,8	2,6	3,6	4,6	4,6	5,6	
Height (H)	m	0,65	0,85	1,8	1,8	1,8	2,4	2,4	2,4	2,4	2,4	
Centre height (CH)	m	0,65	0,65	1,1	1,1	1,1	1,4	1,4	1,4	1,7	1,7	
Foundation weight	ton	0,8	1,2	2,7	3,6	4,0	10,0	10,0	11,2	15,0	15,0	
Net shipping weight	ton	0,8	1,1	2,6	3,0	3,7	7,0	8,6	10,2	12,6	13,1	
Gross shipping weight	ton	0,9	1,3	2,8	3,7	4,1	8,0	9,6	10,8	13,2	13,8	
Shipping volume	m ³	2,6	3,5	11,5	13,5	16	24	30	36	51	56	
Motor power	kW	0,25	1,75	1,5	1,5	2,2	8,5	7,0	7,0	10	15	
Maximun	kW	0,75	1,1	2,2	3	4	7,5	11	11	20	30	
DRUM FLAKER MODEL KBO	5/5	5/10	10/10	10/15	10/20	15/20	15/30	15/40			20/40	20/45
								15	25	35		
Cooling surface	m ²	0,75	1,5	3,1	4,7	8,3	8,3	14	19	25	35	
Drum diameter	mm	500	500	1000	1000	1000	1500	1500	1500	2000	2000	
Drum length	mm	500	1000	1000	1500	2000	2000	3000	4000	4000	4500	
Length (L)	m	2,0	2,6	2,6	3,1	3,6	4,2	5,2	6,2	8,0	8,5	
Width (W)	m	1,5	1,5	1,8	1,8	1,8	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6	
Height (H)	m	1,4	1,4	2,0	2,0	2,0	2,6	3,6	3,6	3	3	
Centre height (CH)	m	0,8	0,8	1,1	1,1	1,1	1,4	1,4	1,4	1,7	1,7	
Foundation weight	ton	1,0	1,5	3,1	4,1	4,8	10,7	12,1	13,8	15,0	15,6	
Net shipping weight	ton	1,0	1,3	3,2	4,0	4,6	8,8	9,7	10,5	12,6	13,1	
Gross shipping weight	ton	1,1	1,5	3,6	4,4	5,1	9,3	11,4	11,0	13,2	13,8	
Shipping volume	m ³	5,8	8,5	12	16,5	17	38	43	50	61	66	
Motor power	kW	0,25	1,1	1,5	2,0	2	5,5	7,0	7,0	20	25	
Applicator roll	kW	pinion	pinion	0,25	0,37	0,55	0,75	1,5	1,5	3	3	

Figura 11.11.3. Especificaciones de los diferentes tipos de escamadoras.

Primeramente se ha calculado la distancia libre entre el tambor y el extremo de la escamadora restando el diámetro del tambor rotatorio a la altura total del equipo, según se muestra en la *Ecuación 11.11.1*.

$$Distancia_{libre} = h_{escamadora} - D_{tambor}$$

Seguidamente, se ha supuesto que la capa de caprolactama formada tenía un grosor de 2 mm. Con este dato y el valor facilitado por el fabricante de la superficie refrigerada se puede calcular el volumen de la capa y consecuentemente el cabal volumétrico.

Por último, se multiplica el cabal volumétrico por la densidad de la caprolactama y se obtiene el cabal másico que cada tipo de escamadora puede tratar.

Este cálculo se ha repetido para todos los modelos disponibles, pero finalmente se ha decidido comprar el modelo KBO 20/45, ya que el número de equipos necesarios al trabajar con escamadoras más pequeñas resultaba excesivamente elevado. En este caso se necesitaran un total de 2 escamadoras, debido a que se tiene una elevada producción de caprolactama.

En la *Tabla 11.11.1* se puede observar un breve resumen de las principales características de la escamadora elegida y en la *Figura 11.11.4* se presenta un esquema de su distribución física.

Tabla 11.11.1. Resumen características de la escamadora KBO 5/5

Modelo KBO 20/45		
Parámetro	Unidades	Valor
Superficie refrigerante	m^2	28
Diámetro tambor	m	2
Longitud tambor	mm	4500
Ancho tambor	m	6,5
Altura tambor	m	2,8
Centro altura	m	3
Altura del centro	m	1,7
Peso base	tn	13,6
Peso neto de envío	tn	13,1
Peso bruto de envío	tn	13,8
Volumen de envío	m^3	55
Potencia motor	kW	15
Máximo	kW	30
Grosor capa	m	0,002
Revoluciones	rpm	1
Cabal CL	kg/h	6545,76
CL por minuto	m^3/min	0,056
CL por hora	m^3/h	3,36
Densidad	kg/m^3	1020
CL tratada	kg/h	3427,20
Nº equipos		2,00

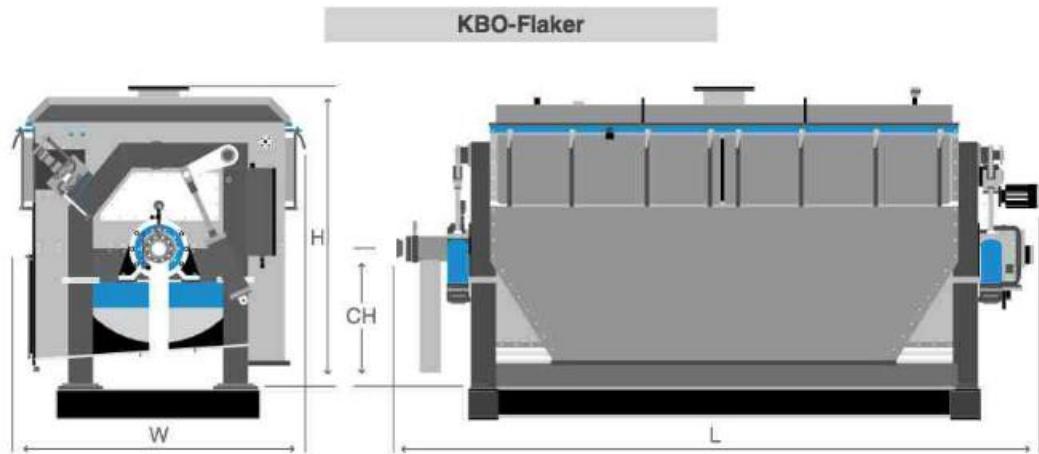


Figura 11.11.4. Distribución física de la escamadora KBO-Flaker

11.12. Intercambiadores de calor

Los intercambiadores son equipos altamente utilizados en la industria. En la planta *SIMIO* se dispone de un total de 16 intercambiadores, de entre los cuales se pueden diferenciar intercambiadores de carcasa y tubos, condensadores de columnas y kettle-reboilers de las columnas de destilación. Tanto en los kettle-reboilers como en los condensadores se produce el cambio de fase. En cambio, se pueden encontrar intercambiadores de carcasa y tubos con y sin cambio de fase.

A continuación, se presentan las principales características de cada uno de los tipos de intercambiadores utilizados:

- **Intercambiadores de carcasa y tubos**

Es el tipo de intercambiador más utilizado en la industria, presentan una gran diversidad de configuraciones y permiten trabajar en un amplio rango de temperaturas y presiones. Además, presentan grandes áreas de contacto, de hasta 6000 m^2 , de manera que se pueden utilizar en casos en que se requiera tener un gran intercambio de calor entre el fluido de proceso y el fluido refrigerante. Otra de las ventajas que presentan son su bajo coste y su fácil operación.

Como su nombre indica consiste en una carcasa cilíndrica que presenta en su interior un haz de tubos cilíndricos, con su eje paralelo al eje de la carcasa. Los tubos pueden ser lisos, aleteados, longitudinales y también pueden ser rectos o curvados en U.

- Kettle-reboilers

Son intercambiadores de carcasa y tubos especiales, que se utilizan en fondos de columnas de destilación para evaporar parte del corriente de entrada el intercambiador, crear el reflujo y proporcionar el calor de reebullición que se necesita para la destilación. Para su diseño se ha utilizado vapor a presión (15 atm) y 198°C que se obtiene a partir de una caldera de vapor.

- Condensadores de columnas

También son intercambiadores de carcasa y tubos, pero el fluido de proceso entra en fase gas y pasa a líquido. El refrigerante, que es agua que viene de torre de refrigeración a 30°C o 40°C, circula por carcasa y el fluido de proceso circula por tubos.

En la *Tabla 11.12.1* se muestra un resumen de todos los intercambiadores y el fluido refrigerante que utilizan para la transmisión de calor. Se ha intentado recuperar la energía creada en las reacciones exotérmicas tratando las corrientes a elevada temperatura con intercambiadores de cambio de fase que generen vapor a 120°C y una atmósfera. Este vapor será utilizado en equipos como el evaporador de triple efecto y el secador, donde hay necesidad de una corriente de aire a elevada temperatura. No obstante, en una planta de las características de la que se está diseñando se requeriría un extenso trabajo computacional para obtener una solución óptima a los problemas de aprovechamiento de energía que se presentan.

Tabla 11.12.1: Resumen general de los intercambiadores

Item	Tipo	Fluido refrigerante (entrada)	Fluido refrigerante (salida)
I-201	Carcasa y tubos BEM	Agua de torre a 30°C	Agua a 40 ° C a torre
I-202	Carcasa y tubos BEM	Vapor de caldera a 110°C y 1 atm	Agua a 99,65°C a caldera de vapor
I-203	Kettle-reboiler AKU	Vapor de caldera a 198°C y 15 atm	Agua a 195°C a caldera de vapor
I-204	Condensador cabeza columna BEM	Agua de torre a 30°C	Agua a 40 ° C a torre
I-205	Kettle-reboiler AKU	Vapor de caldera a 198°C y 15 atm	Agua a 195°C a caldera de vapor
I-206	Condensador cabeza columna BEM	Agua de torre a 30°C	Agua a 40 ° C a torre
I-207	Carcasa y tubos BEM	Agua de torre a 30°C	Agua a 40 ° C a torre
I-208	Carcasa y tubos BEM	Agua de torre a 30°C	Agua a 40 ° C a torre
I-209	Carcasa y tubos BEM	Agua de torre a 30°C	Agua a 40 ° C a torre
I-210	Carcasa y tubos BEM	Agua de 75°C de I-305	Vapor a 1 atm y 120°C a equipos
I-211	Carcasa y tubos BEM	Agua de servicios a 30°C	Vapor 1 atm y 120 °C a equipos
I-301	Carcasa y tubos BEM	Vapor de caldera a 110°C y 1 atm	Agua a 99,65°C a caldera de vapor
I-302	Kettle-reboiler AKU	Vapor de caldera a 198°C y 15 atm	Agua a 195°C a caldera de vapor
I-303	Condensador cabeza columna BEM	Agua de torre a 30°C	Agua a 40 ° C a torre
I-304	Carcasa y tubos BEM	Agua de torre a 30°C	Agua a 40 ° C a torre
I-305	Carcasa y tubos BEM	Agua de servicios a 30°C	Agua a 75°C a intercambiador I-210

Todos los intercambiadores han sido diseñados con el programa *AspenBJAC* que permite el diseño de los diferentes tipos de intercambiadores y presenta una extensa base de datos de propiedades físicas y modelos termodinámicos. No obstante, a pesar de utilizar un software que permite facilitar y optimizar el diseño es necesario conocer los diferentes parámetros que afectan al diseño.

A continuación, se presenta una lista de ellos:

Parámetros de proceso:

- Decidir qué fluido circula por carcasa y qué fluido circula por tubos.
- Selección del incremento de temperatura del fluido de proceso.
- Establecer los límites de pérdidas de presión tanto en carcasa como en tubos.
- Selección de los modelos de transferencia de energía y los coeficientes de ensuciamiento.

Parámetros mecánicos:

- Selección del número de pasos por tubo y por carcasa.
- Especificación de parámetros de tubos (tamaño, pitch, material...).
- Especificación de los parámetros de carcasa (bafles, espacio entre bafles, material...).

Se considera una de las elecciones más importantes la distribución de los fluidos en el intercambiador, ya que según esta decisión el tamaño del intercambiador puede variar considerablemente al tener mejor o peor aprovechamiento del calor. Seguidamente, se muestran las reglas básicas de asignación de los fluidos:

- El fluido a mayor temperatura circula por tubos.
- El fluido a mayor presión circula por tubos.
- El fluido más corrosivo circula por tubos.
- El fluido más tóxico circula por tubos.
- El fluido más sucio circula por tubos.
- El fluido con menos pérdida de presión circula por carcasa.
- El fluido más viscoso circula por carcasa.
- El fluido con menos caudal circula por carcasa.
- El fluido a condensar circula por carcasa

Como es obvio, muchas veces se ha de llegar a una solución de equilibrio al decidir la distribución de los fluidos y decidir qué parámetro será más influyente en el resultado final.

La *Ecuación 11.12.1* es utilizada para estudiar la transferencia de energía a través de cualquier superficie.

$$Q = U \cdot A \cdot \Delta T_{ml} = w_t \cdot Cp_{(t)} \cdot (t_2 - t_1) = w_s \cdot Cp_{(s)} \cdot (T_1 - T_2) \quad (\text{Ec. 11.12.1.})$$

Donde:

Q: calor intercambiado por unidad de tiempo (kJ/h)

U: coeficiente global de transferencia de calor (kJ/h·m²)

A: área de transferencia de calor (m²)

ΔT_{ml}: Incremento de temperatura mediana logarítmica

Cp_(t): Capacidad calorífica del fluido que circula por tubos (kJ/kg·K)

W_t: cabal másico del fluido que circula por tubos (kg/h)

Cp_(s): Capacidad calorífica del fluido que circula por carcasa (kJ/kg·K)

W_s : cabal mísico del fluido que circula por carcasa

Además, el incremento de temperatura mediana logarítmica depende de los valores de las temperaturas de entrada y salida a tubos y a carcasa y se puede calcular según la *Ecuación 11.12.2*.

$$\Delta T_{ml} = \frac{(T_1 - t_2) - (T_2 - t_1)}{\ln \frac{(T_1 - t_2)}{(T_2 - t_1)}} \quad (\text{Ec. 11.12.2})$$

Donde:

T_1 : temperatura de entrada a carcasa

T_2 : temperatura de salida de carcasa

t_1 : temperatura de entrada a tubos

t_2 : temperatura de salida de tubos

No obstante, normalmente al realizar el diseño de un equipo de intercambio de calor se tiene en cuenta una corrección del valor de la temperatura mediana logarítmica, que consiste en multiplicar dicho valor por un factor F .

$$\Delta T_{ml} = F \cdot \Delta T_{ml} \quad (\text{Ec. 11.12.3})$$

Este factor se determina en función del número de pasos por tubo y por carcasa y de los parámetros adimensionales R y S . Estos parámetros dependen de la distribución de temperaturas en el intercambiador y se muestran en las *Ecuaciones 11.12.4.* y *11.12.5..*

$$R = \frac{(T_1 - T_2)}{(t_2 - t_1)} \quad (\text{Ec. 11.12.4})$$

$$S = \frac{(t_2 - t_1)}{(T_1 - T_2)} \quad (\text{Ec. 11.12.5})$$

En la *Figura 11.12.1* se muestra la gráfica generada por *Kern* para la determinación del factor F de cualquier intercambiador que presente un paso por carcasa y uno o más pasos por tubo.

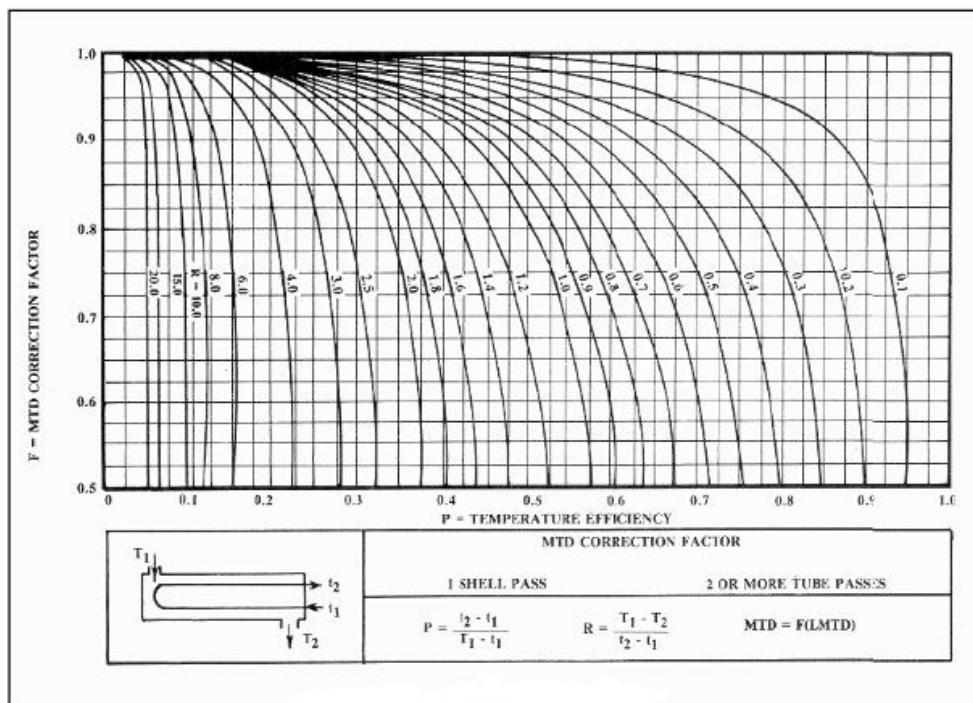


Figura 11.12.1. Determinación gráfica del factor de corrección F

Según los datos de temperatura, con el valor conocido del calor que se quiere intercambiar y un valor típico del coeficiente global de transmisión de calor se puede determinar el área de transferencia necesaria. Este parámetro se considera uno de los más importantes para el diseño del intercambiador.

Sin embargo, a parte del área de intercambio existen una serie de parámetros que se han de tener en cuenta durante el diseño de cualquier tipo de intercambiador de calor. Al trabajar con un software de diseño como *Aspen* el ingeniero ha de vigilar que las dimensiones y la distribución del intercambiador estén dentro de los rangos establecidos según el código TEMA (Tubular Exchanger Manufacturers Association) y ha de conseguir un diseño óptimo cambiando el valor de las variables pertinentes.

A continuación se muestran las directrices de diseño que se han considerado más importantes:

- Diámetro de tubo

Las diámetros de tubo más comunes son de $\frac{3}{4}$ pulgadas de diámetro exterior o 1 pulgada. Normalmente el diámetro de tubo se reduce con motivo de aumentar el área de transferencia disponible, pero se considera $\frac{3}{4}$ el valor mínimo por motivos de limpieza y vibración. Como excepción se puede utilizar un diámetro de 0.5 pulgadas para tubos cortos de menos de 1.2 metros de largo.

- Número de tubos y longitud

El número de tubos se varía con la finalidad de establecer una velocidad óptima del fluido que circula por tubos. En este caso se trabaja únicamente con líquidos de manera que se busca trabajar a una velocidad típica entre 0.9 y 2 m/s. Es posible que con un único paso por tubos la velocidad sea muy lenta, entonces se ha de aumentar el número de pasos por tubo.

En el software utilizado se fijaba una caída de presión máxima. Este parámetro tiene una influencia directa sobre la longitud de tubos y por tanto influye en el número de tubos requeridos según las necesidades de intercambio.

- Disposición, espacio entre tubos y Pitch

En la *Figura 11.12.2.* se muestra un esquema de un pitch cuadrado y de uno triangular, donde el parámetro P_T corresponde al pitch y el parámetro C es la distancia entre tubos.

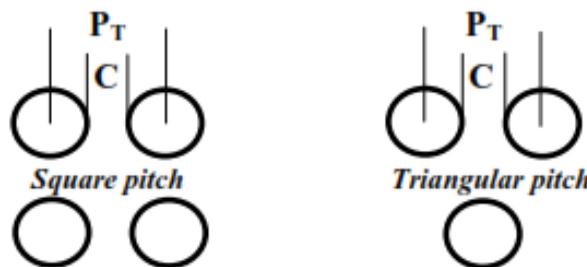


Figura 11.12.2. Esquema de Pitch cuadrado y Pitch triangular

Se define el valor de P_T según la *Ecuación 11.12.6.* y normalmente se utiliza un Pitch triangular ($1.25 \cdot D_{ext}$) para intercambiadores de carcasa y tubos estándares y un Pitch cuadrado ($1.5 \cdot D_{ext}$) para kettle-reboilers.

$$P_T = d_{ext} + C \quad (\text{Ec. 11.12.6})$$

Donde:

D_{ext} : diámetro externo de tubos

- Diámetro de carcasa

El diámetro de carcasa se determina según el número de tubos que se tienen y la velocidad a la que se quiere trabajar en el lado de carcasa. Normalmente se mejora la eficiencia al tener el número máximo de tubos, ya que de esta manera se maximiza la transferencia de calor global.

Además, existe una relación óptima entre la longitud de tubos y el diámetro de carcasa, que corresponde a un rango entre 5 y 10. Según el código TEMA el diámetro de carcasa ha de estar entre 0.15 y 1.5 metros.

- Material de tubos

El material de tubos se ha de elegir teniendo en cuenta las propiedades de los fluidos de proceso y de refrigeración y el coste económico. Normalmente, al trabajar con materiales baratos resulta más económico utilizar dimensiones estándares, aunque esto suponga un pequeño aumento en el espacio necesario.

En cambio, si se trabaja con materiales caros es posible reducir el número de tubos necesarios, pero siempre asegurando un buen diseño mecánico.

- Diseño de los bafles

El área de flujo transversal por carcasa se determina mediante su diámetro, el espacio entre bafles, la distancia entre tubos y la distribución de tubos, tal y como se muestra en la *Ecuación 11.12.7*.

$$Area = \frac{D_{carc} \cdot C \cdot B}{P_T} \quad (\text{Ec. 11.12.7})$$

Donde:

D_{carc} : diámetro de carcasa

B: distancia entre bafles

Por lo tanto, a mayor distancia entre bafles menor número de bafles en el intercambiador y más área de flujo transversal disponible. La distancia mínima entre bafles normalmente corresponde a una quinta parte del diámetro de la carcasa.

Se ha de tener cuidado el fijar la caída de presión en carcasa y en tubos debido a que se ha de tener un diseño mecánico que asegure que la parte superior de cada par de deflectores soporte cada tubo.

Un rango de valores típicos del *baffle cut* o el espacio entre la pantalla y la carcasa sería de 15 a 45% respecto el diámetro interno de la carcasa. El método de Kern utiliza un valor intermedio del 25%.

- Espacio entre bafles

Además, se ha de tener una distancia mínima entre el límite exterior de los tubos y el diámetro del deflector para prevenir el avance del tubo debido a vibraciones generadas en el equipo. La distancia entre bafles normalmente toma valores entre 0.2 y 1 veces el diámetro de la carcasa.

En la *Figura 11.12.3.* se muestran los diferentes intercambiadores de calor existentes en la industria según las características de sus cabezales y sus carcasas. En este caso se ha utilizado el tipo B o BEM para los condensadores y los intercambiadores de carcasa y tubos sin cambio de fase y el tipo AKU para los kettle-reboilers, tal y como se había comentado en la *Tabla 11.12.1..*

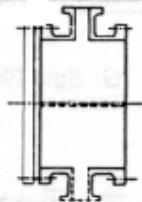
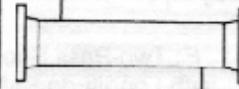
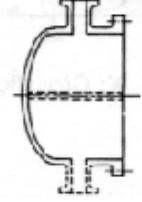
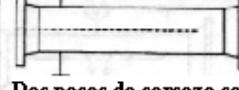
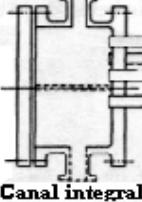
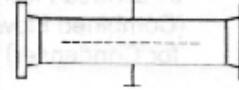
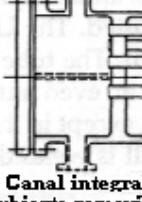
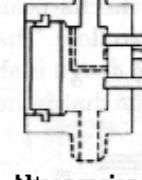
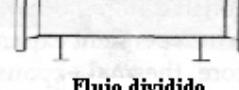
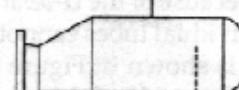
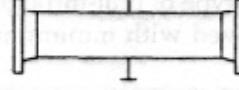
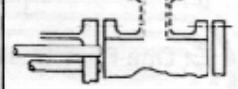
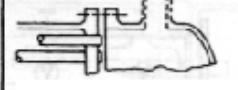
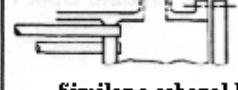
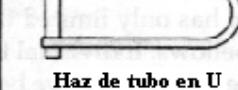
Frente Cabezales estacionarios		Tipo de carcaza	Terminal Tipos de cabezal
A		E	 Un pase de carcaza
B		F	 Dos pases de carcaza con separador horizontal
C		G	 Flujo dividido
N		H	 Doble flujo dividido
D		J	 Flujo dividido
		K	 Rehervidor
		X	 Flujo cruzado
			L
			 Similar a cabezal A
			M
			 Similar a cabezal B
			N
			 Similar a cabezal N
			P
			 Cabezal flotante empacado por el exterior
			S
			 Cabezal flotante
			T
			 Cabezal flotante deslizante
			U
			 Haz de tubo en U
			W
			 Sello externo

Figura 11.12.3. Resumen general de los tipos de intercambiadores de calor

En cada uno de los intercambiadores diseñados se ha comprobado que la velocidad tanto por tubos como por carcasa estuviera dentro de un rango típico o muy próxima a los valores estándar que se muestran seguidamente:

- Líquido por tubos: 0.9-2 m/s
- Líquido por carcasa: 0.3-1 m/s
- Vapor a vacío: 50-70 m/s
- Vapor a presión atmosférica: 10-30 m/s
- Vapor a alta presión: 5-10 m/s

A continuación, se mostrará una breve explicación de la función de cada uno de los intercambiadores y sus necesidades de intercambio. Para información más completa, se muestran las fichas técnicas y el diseño gráfico de cada uno de ellos en el *Apartado 2*.

11.12.2. Intercambiador I-201

Este intercambiador se utiliza para enfriar el fluido de proceso (IPL) de la corriente 205d que proviene de la columna de destilación CD-202. La temperatura de entrada de la IPL de la torre es de 100.3°C y ha de bajar hasta 54°C. Para ello se utiliza agua de torre de refrigeración con un salto térmico de 30 a 40 °C y se requiere un cantidad de 109.4 Tn/h.

El intercambiador presenta unas dimensiones de 2.44 metros de longitud por 0.38 metros de alto y consta de 152 tubos.

11.12.3. Intercambiador I-202

Este intercambiador se utiliza para calentar la mezcla de ciclohexanona y tolueno de la corriente 228a de 58.61 a 70°C. Esta corriente proviene del tanque de mezcla TM-201 y va hacia el reactor R-206 donde se da la reacción de oximación. Se utiliza vapor de caldera a 110°C y 1 atm y se requiere una cantidad de 0.3 Tn/h.

El intercambiador presenta unas dimensiones de 1.83 metros por 0.2 metros y consta de 38 tubos.

11.12.4. Intercambiador I-203

Este intercambiador es el kettle-reboiler de la columna de destilación CD-201 y tiene la función de evaporar parte del fluido de entrada, para así generar el reflujo de la columna. La temperatura de entrada de fluido de proceso al intercambiador es de 152.6°C y la de salida de 154.2°C. Se utiliza para el intercambio de calor vapor de caldera a 198°C y 15 atm y se requiere una cantidad de 11.67 Tn/h.

El kettle-reboiler presenta unas dimensiones de 5.49 metros de longitud por 0.66 y 1.29 metros de alto en cada extremo del equipo respectivamente. El número de tubos necesario es de 226.

11.12.5. Intercambiador I-204

Este intercambiador corresponde al condensador de la columna de destilación CD-201 y tiene la función de condensar el vapor de la parte superior de la torre. La temperatura de entrada del fluido de proceso al intercambiador es de 135.1 y la de salida de 39.66. Se utiliza para el intercambio de calor agua de torre a 30°C y se requiere una cantidad de 407.39 Tn/h.

El condensador presenta unas dimensiones de 4.20 metros de longitud por 0.725 metros de alto y presenta 376 tubos.

11.12.6. Intercambiador I-205

Este intercambiador es el kettle-reboiler de la columna de destilación CD-202 y tiene la función de evaporar parte del fluido de entrada, para así generar el reflujo de la columna. La temperatura de entrada de fluido de proceso al intercambiador es de 99.69°C y la de salida de 100.43°C. Se utiliza para el intercambio de calor vapor de caldera a 198°C y 15 atm y se requiere una cantidad de 108.18 Tn/h.

El kettle-reboiler presenta unas dimensiones de 6.1 metros de longitud por 1.24 y 2.46 metros de alto en cada extremo del equipo respectivamente. El número de tubos necesario es de 1123.

11.12.7. Intercambiador I-206

Este intercambiador corresponde al condensador de la columna de destilación CD-202 y tiene la función de condensar el vapor de la parte superior de la torre. La temperatura de entrada del fluido de proceso al intercambiador es de 100.02 y la de salida de 92.2.

Para el intercambio de calor se utiliza agua de torre de refrigeración con un salto térmico de 30 a 40 °C y se requiere un cantidad de 695.69 Tn/h. El condensador presenta unas dimensiones de 2.4 metros de longitud por 0.7 metros de alto y presenta 558 tubos.

11.12.8. Intercambiador I-207

Este intercambiador se utiliza para enfriar la corriente de entrada al reactor R-208 (corriente 247a) que proviene del mezclador estático ME-201 y contiene la mezcla recirculante de la reacción de Beckmann y el óleum.

La temperatura de entrada del fluido de proceso al intercambiador es de 97.8 y ha de bajar a 82°C. Para ello se utiliza agua de torre de refrigeración con un salto térmico de 30 a 40 °C y se requiere un cantidad de 214.38 Tn/h.

El intercambiador presenta unas dimensiones de 4.27 metros de longitud por 0.53 metros de alto y consta de 331 tubos.

11.12.9. Intercambiador I-208

Este intercambiador se utiliza para enfriar la corriente de entrada al reactor R-209 (corriente 250a) que proviene del mezclador estático ME-202 y contiene la mezcla recirculante de la reacción de Beckmann y la mezcla ácida proveniente de la etapa anterior de reacción (R-208).

La temperatura de entrada del fluido de proceso al intercambiador es de 85 y ha de bajar a 73°C. Para ello se utiliza agua de torre de refrigeración con un salto térmico de 30 a 40 °C y se requiere un cantidad de 70.68 Tn/h.

El intercambiador presenta unas dimensiones de 4.27 metros de longitud por 0.33 metros de alto y consta de 134 tubos.

11.12.10. Intercambiador I-209

Este intercambiador se utiliza para enfriar la corriente de entrada al reactor R-210 (corriente 253a) que proviene del mezclador estático ME-203 y contiene la mezcla recirculante de la reacción de Beckmann y la mezcla ácida proveniente de la etapa anterior de reacción (R-209).

La temperatura de entrada del fluido de proceso al intercambiador es de 85 y ha de bajar a 76°C. Para ello se utiliza agua de torre de refrigeración con un salto térmico de 30 a 40 °C y se requiere un cantidad de 38.41 Tn/h.

El intercambiador presenta unas dimensiones de 3.05 metros de longitud por 0.25 metros de alto y consta de 75 tubos.

11.12.11. Intercambiador I-210

Este intercambiador de carcasa y tubos es muy importante y se utiliza para enfriar la mezcla recirculante del reactor R-211 (corriente 260b) de 158.5 °C a 100°C.

Para el intercambio térmico se utiliza agua a 75°C que proviene del intercambiador I-305 y se aprovecha el gran salto térmico para generar vapor a 120°C y 1 atm que será utilizado en otros equipos, como en el evaporador de triple efecto. Se requieren 12.06 Tn/h de fluido calefactor para el intercambio de calor.

El equipo presenta unas dimensiones de 5.49 metros de longitud por 1.47 metros de alto y consta de 3025 tubos.

11.12.12. Intercambiador I-211

Este intercambiador se utiliza para enfriar la corriente de entrada al separador SE-207 (corriente 260d) que proviene del reactor R-211 y contiene la mezcla acuosa de caprolactama y sulfato de amonio.

La temperatura de entrada del fluido de proceso al intercambiador es de 158.5°C y ha de bajar a 70°C. Para ello se utiliza agua de torre de refrigeración con un salto térmico de 30 a 40 °C y se requiere un cantidad de 26.13 Tn/h.

El intercambiador presenta unas dimensiones de 6.10 metros de longitud por 2.2 metros de alto y consta de 7193 tubos.

11.12.13. Intercambiador I-301

Este intercambiador se utiliza para calentar solución acuosa de caprolactama de la corriente 262 de 70 a 95°C. Esta corriente proviene del separador SE-207 y acaba en la torre de extracción E-301 donde se separa la caprolactama del agua mediante el uso de tolueno como agente extracto. Para el intercambio de calor se utiliza vapor de caldera a 110°C y atm y se requiere una cantidad de 0.43 Tn/h.

El intercambiador presenta unas dimensiones de 4.88 metros de largo por 0.2 metros de alto y consta de 47 tubos.

11.12.14. Intercambiador I-302

Este intercambiador es el kettle-reboiler de la columna de destilación CD-301 y tiene la función de evaporar parte del fluido de entrada, para así generar el reflujo de la columna. La temperatura de entrada de fluido de proceso al intercambiador es de 118.7°C y la de salida de 179.18°C. Se utiliza para el intercambio de calor vapor de caldera a 198°C y 15 atm y se requiere una cantidad de 28.54 Tn/h.

El kettle-reboiler presenta unas dimensiones de 6.10 metros de longitud por 0.91 y 1.35 metros de alto en cada extremo del equipo, respectivamente. El número de tubos necesario es de 453.

11.12.15. Intercambiador I-303

Este intercambiador corresponde al condensador de la columna de destilación CD-301 y tiene la función de condensar el vapor de la parte superior de la torre. La temperatura de entrada del fluido de proceso al intercambiador es de 100.02 y la de salida de 97.09. Se utiliza para el intercambio de calor agua de torre con un salto térmico de 30 a 40°C y se requiere una cantidad de 2871.86 Tn/h.

El condensador presenta unas dimensiones de 2.55 metros de longitud por 0.77 metros de alto y presenta 737 tubos.

11.12.16. Intercambiador I-304

Este intercambiador se utiliza para enfriar la corriente de entrada de agua a la torre de extracción E-302 (corriente 310) que proviene del condensador de la columna de destilación CD-301.

La temperatura de entrada del fluido de proceso al intercambiador es de 100 y ha de bajar a 40°C. Para ello se utiliza agua de refrigeración con un salto térmico de 30 a 40 °C y se requiere un cantidad de 158.72 Tn/h.

El intercambiador presenta unas dimensiones de 3.66 metros de longitud por 0.53 metros de alto y consta de 330 tubos.

11.12.17. Intercambiador I-305

Este intercambiador se utiliza para enfriar la corriente de caprolactama (corriente 307c) que proviene de la columna de destilación CD-301 y va a la escamadora SC-301.

La temperatura de entrada del fluido de proceso al intercambiador es de 179.1 y ha de bajar a 80°C. Para ello se utiliza agua de servicios a 30°C y se generan 3.35 kg/h de agua a 75 °C que se envían al intercambiador I-210. Se requiere un cantidad de 12.06 Tn/h de fluido refrigerante para el intercambio de calor.

El equipo presenta unas dimensiones de 5.49 metros de longitud por 0.38 metros de alto y consta de 204 tubos.

11.13. Impulsión de fluidos

11.13.2. Bombas

- Balance de energía mecánica

La función principal de las bombas es la de proporcionar al fluido la presión necesaria para que se desplace entre dos puntos de la planta. Mediante un balance de energía se puede extraer dónde se requiere y la potencia necesaria de esta.

$$W = g \cdot (z_1 - z_2) + \left(\frac{p_2}{d_2} - \frac{p_1}{d_1} \right) + \frac{1}{2 \cdot \alpha} \cdot (v_2^2 - v_1^2) + \Sigma F \quad (Ec. 11.13.1)$$

Donde:

W es el trabajo por unidad de masa (J/Kg).

g es la gravedad (m/s²).

v₁ y v₂ son la velocidad inicial y final (m/s).

ΣF son las pérdidas de energía mecánica debidas a la fricción.

z es el incremento de altura entre dos puntos.

α es la constante que depende del tipo de flujo del sistema 0.5 para régimen laminar y 1 para régimen turbulento.

- Pérdidas de carga por fricción

Las pérdidas de carga por fricción se llevan a cabo tanto en el tramo recto de la tubería como en los accidentes (codos, válvulas, estrechamientos...). Se tendrán que tener en cuenta todos los tramos, por lo tanto la ecuación agrupa los dos términos.

$$\Sigma F = \Sigma F_{tramo\ recto} + \Sigma F_{accidentes} \quad (Ec. 11.13.2)$$

Las pérdidas de carga que experimenta el fluido en los tramos rectos de instalación son debidas a la fricción del fluido entre las paredes de la tubería y a la turbulencia de este.

Se calcula mediante la ecuación de Fanning.

$$\Sigma F_{tramo\ recto} = 2 \cdot f \cdot \frac{L}{D} \cdot v^2 \quad (Ec. 11.13.3)$$

donde:

v es la velocidad del fluido en la tubería (m/s).

f es el factor de fricción de Fanning.

L es la longitud del tramo recto (m).

D es el diámetro de la tubería (m).

Para conocer el factor de fricción de Fanning se necesita conocer la rugosidad relativa (ϵ) que depende de cada material y el Reynolds.

Tabla 11.13.1 Rugosidad relativa de cada material.

TUBERÍA O REVESTIMIENTO	ϵ mm
Tubos estirados de acero	0,0024
Tubos de latón o cobre	0,0015
Fundición revestida de cemento	0,0024
Fundición con revestimiento bituminoso	0,0024
Fundición centrifugada	0,003
Fundición asfaltada	0,06 - 0,18
Fundición	0,12 - 0,6
Acero comercial y soldado	0,03 - 0,09
Hierro forjado	0,03 - 0,09
Hierro galvanizado	0,06 - 0,24
Madera	0,18 - 0,9
Hormigón	0,3 - 3
Acero roblonado	0,9 - 9

El Reynolds depende del fluido que circula por la tubería.

$$Re = \frac{D \cdot \rho \cdot v}{\mu} \quad (Ec. 11.13.4)$$

Dónde:

μ es la viscosidad del fluido (Kg/m³)

ρ es la densidad del fluido (Kg/m·s)

Con el ábaco de Moody que relaciona ϵ/D y el Reynolds se puede hallar el factor de fricción f .

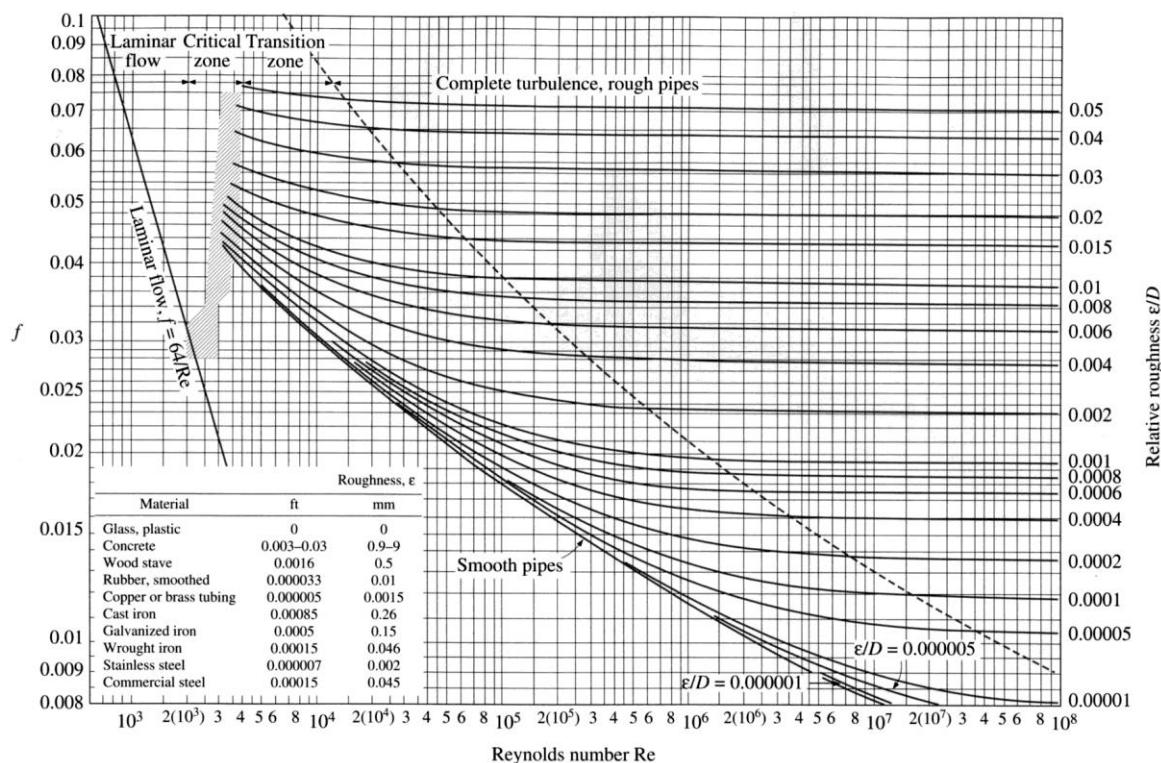


FIGURE A-27

The Moody chart for the friction factor for fully developed flow in circular tubes.

Figura 11.13.1 Ábaco de Moody.

Durante el recorrido, el fluido experimenta también pérdidas de carga al pasar por diferentes accesorios. Este cálculo no es posible por los métodos más rigurosos debido a que no se conoce la forma exacta del recorrido de la implementación de las tuberías en planta. Las pérdidas de carga en tramo recto son más importantes que no en los accidentes, se hará una aproximación y se dice que las pérdidas de carga en los accidentes es un 30% de las pérdidas de carga de los tramos rectos.

$$\Sigma F_{\text{accidentes}} = 0.3 \cdot \Sigma F_{\text{tramo recto}} \quad (\text{Ec. 11.13.5})$$

- Carga total (h)

La carga total es la diferencia entre la carga de aspiración y la carga de impulsión, es decir, la que debe suministrar la bomba.

$$h = \frac{W}{g} \quad (Ec. 11.13.6)$$

- Potencia total de la bomba

Una vez determinadas las pérdidas de carga totales y conociendo el término de energía potencial, se puede conocer el trabajo de la bomba por unidad de masa. La energía en forma de potencia que la bomba debe ceder al fluido.

$$P_{teórica} = W \cdot m \quad (Ec. 11.13.7)$$

Dónde:

P es la potencia de la bomba (W).

m es el caudal másico (Kg/s)

W es el trabajo por unidad de masa (J/Kg)

El valor encontrado anteriormente es la potencia teórica de la bomba, pero toda la potencia que suministra la bomba no la recibe el fluido, ya que parte se disipa en forma de calor. Entonces la potencia real de la bomba será un porcentaje menor, en este caso se fija que el rendimiento es de un 65%. Este valor es el factor de rendimiento η .

$$P_{real} = \frac{P_{teórica}}{\eta} \quad (Ec. 11.13.8)$$

11.13.3. Bombas de vacío

Se elige para hacer el vacío en los equipos una bomba de vacío de anillo líquido. Este tipo de bomba nos proporciona una serie de ventajas ya que funciona sin lubricación interna, una compresión casi isotérmica y tiene la capacidad de trabajar con la mayoría de gases y vapores.

El principio de funcionamiento es el siguiente. En un cuerpo cilíndrico parcialmente lleno de líquido están montados excéntricamente uno o dos impulsores provistos de aletas. Cuando los impulsores giran, el líquido de servicio forma un anillo que gira concéntrico con el eje del

cuero cilíndrico. Como los impulsores son excéntricos respecto a este último, el líquido funciona como un pistón creando simultáneamente un proceso de aspiración y compresión.

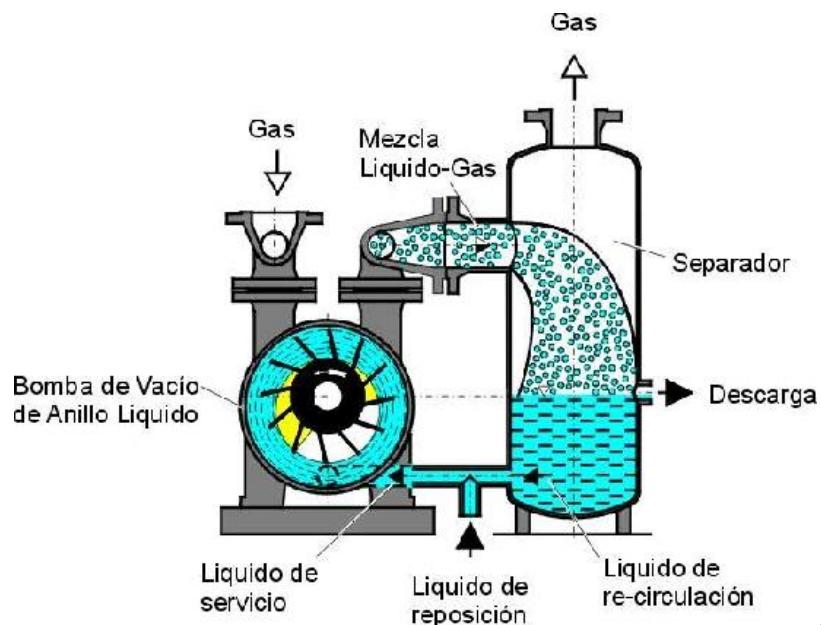


Figura 11.13.2. Bomba de vacío de anillo líquido.

Para poder hacer la elección de la bomba a utilizar en nuestros equipos se utilizará la Ec. 11.13.9.

$$t = \frac{V}{Q} \cdot \frac{\ln P_1}{\ln P_2} \quad (\text{Ec. 11.13.9})$$

Dónde:

V es el volumen donde hay que hacer el vacío (m^3).

Q es el caudal que se trata (m^3/min).

t es el tiempo de evacuación.

P_1 es la presión inicial y P_2 la presión final.

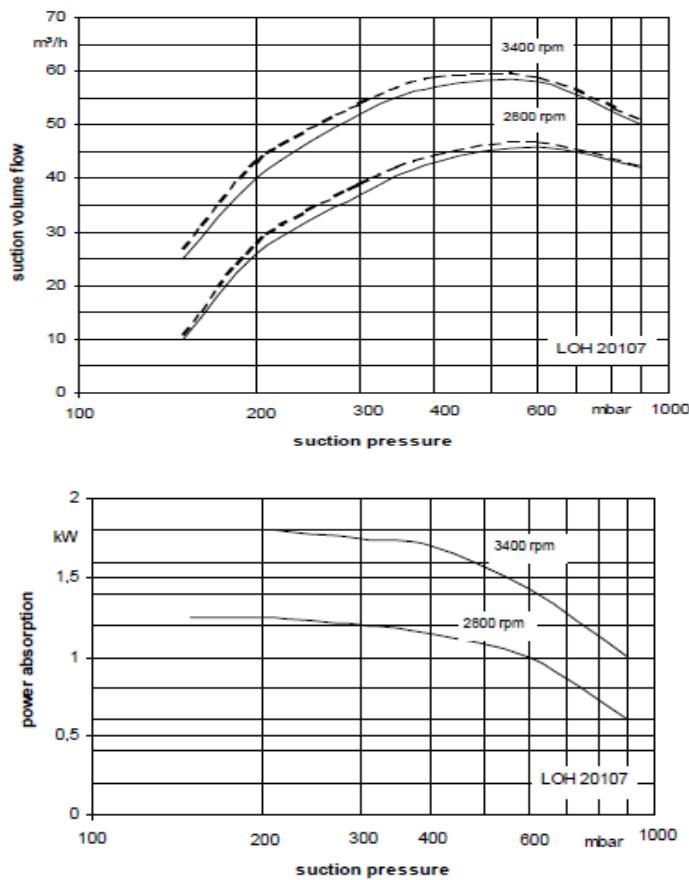
Fijando el caudal de la bomba se encuentra el tiempo que emplea la bomba en ejercer el vacío deseado sobre nuestros equipos. Este valor sirve para escoger la bomba que más se adapta a las exigencias.

La bomba elegida es de la casa STERLING SIHI y el modelo es el LOH



Figura 11.13.3. Bomba LOH de la empresa STERLING.

Del catalogo facilitado por el vendedor se extrae la potencia.



El vacío a crear en las dos zonas de la planta es de 0.2 atm para la columna de extracción CD-201 y E-201 y 0.1 atmosferas para las columnas de extracción E-301 y E-302.

11.13.4. Soplantes y ventiladores

Los soplantes y ventiladores tienen un funcionamiento análogo al de las bombas, solo que en estos el fluido a transportar es un gas y no un líquido. Para saber cual elegir nos basaremos en el caudal que tiene que impulsar ya que el balance de energía no aporta suficiente información como para decantarnos por uno u otro.

$$p_1^2 - p_2^2 = G^2 \cdot \frac{R \cdot T}{PM} \cdot \left(\frac{4 \cdot f \cdot L}{D_H} + 2 \cdot \ln \left(\frac{p_1}{p_2} \right) \right) \quad (Ec. 11.13.10)$$

donde:

D_H es el diámetro hidráulico (m).

G es la velocidad másica (Kg·m/s).

PM es el peso molecular (Kg/Kmol).

R es la constante de los gases ideales (8.314 J/Kg·Kmol·k).

Los soplantes de la planta Simio se dispondrán en las corrientes de amoníaco para la entrada del neutralizador de Beckman y del cambio de pH en la reacción de oximación. Los ventiladores serán requeridos en la torres de refrigeración.

11.13.5. Compresores

Un compresor es una máquina de fluido que está construida para aumentar la presión y desplazar fluidos a diferencia de los ventiladores y los sopladores, los cuales impulsan fluidos compresibles, pero no aumentan su presión, densidad o temperatura de manera considerable.

La utilización de un compresor, un soplador o un ventilador se decidirá mediante la relación entre la presión de salida y de entrada, para relaciones menores de 1,1 se escogerá un ventilador, para relaciones entre 1,1 y 3 un soplante y para compresores una relación mayor de 3.

Para el cálculo de la potencia se utiliza la ecuación 11.13.12.

$$W = \left(\frac{\gamma}{(\gamma - 1)} \right) \cdot \left(\frac{z \cdot R \cdot T}{PM} \right) \cdot \left(\left(\frac{P_2}{P_1} \right)^{\frac{1}{\gamma-1}} - 1 \right) \quad (Ec. 11.13.11)$$

Dónde:

γ es la eficacia de compresión Cp/Cv.

PM es el peso molecular (Kg/Kmol).

R es la constante de los gases ideales (8.314 J/Kg·Kmol·k).

W es la potencia real del equipo (KJ/Kg).

El compresor se utilizará para devolver el hidrógeno sobrante de la reacción de producción de hidroxilamina al tanque de almacenaje que está presurizado. Otro compresor necesario es el de servicios, este nos proporciona la energía necesaria para el accionamiento de las válvulas.

11.14. Impulsión de sólidos

Será necesario el uso de un tipo de bomba capaz de transportar compuestos sólidos puesto que tanto el producto principal (caprolactama) como el subproducto (sulfato de amonio) se obtendrán de esta forma.

Se elige un sistema de impulsión neumática debido a las ventajas relacionadas con su seguridad, higiene y bajo coste. El transporte neumático se usa con éxito en la industria desde hace muchos años, puede transportarse desde harina a granos, desde pellets plásticos hasta carbón. Al comienzo se utilizaba aire a alta velocidad para transportar pocos sólidos que quedan suspendidos por el aire (transporte en fase diluida), sin embargo este método requiere altos caudales de aire. Desde los años 1960 se presta atención al transporte en fase densa donde los sólidos no están totalmente suspendidos, pero los requerimientos de aire se reducen drásticamente. Si bien se utiliza un menor caudal de aire se requiere una mayor presión para impulsar los sólidos. Al trabajar con menores caudales, la atrición de las partículas provocada por el choque entre sí mismas y con las paredes de los conductos de transporte también disminuye.

El sistema de transporte neumático de sólidos consiste en trasladar material a través de una tubería hacia cierto destino, con el movimiento de aire causado al aumentar o disminuir la presión a partir de la presión normal o atmosférica. Así, el aire se mueve para restaurar su presión normal, y cuando se mueve con suficiente velocidad puede transportar materiales en su trayectoria, dependiendo entre otras variables, de tipo y densidad del material.

Transporte neumático de sólidos por presión o vacío: En estos sistemas, el sólido que puede estar fluidificado o no, se agrega a una corriente de aire motivada por medio de una presión o de una aspiración. La diferencia de presión se logra generalmente por medio de soplantes, compresores o bombas de vacío.

La tabla 11.14.1 muestra el sistema de transporte más ventajoso para cada producto.

Tabla 11.14.1. Sistemas de impulsión de sólidos.

Modo de flujo	Descripción	Depresión hasta bar (abs.)	Sobrepresión hasta bar (abs.)	Granulometría de - hasta μm (mm)	Velocidad m/seg comienzo - fin	Relación $\mu\text{Kg/prod. Kg/gas}$	Aplicación en productos
solids Fly Pneu 	Transporte en fase diluida Clásico sistema de transporte neumático, tanto por presión como vacío, donde el producto es transportado en suspensión y diluido en un flujo de aire.	0,5	2,5	0,0005 - 20	Producto 12 - 36 Aire 15 - 45	Hasta aprox. 10	Harinas, cereales, sémola, pulverulentos, recortes, polvo en general
solids Fluid Pneu 	Transporte en fase densa Sistema de transporte en fase densa, para productos fluidificables, el producto en mezcla homogénea con el aire, utilizando fuerza de empuje del aire.	0,2	4,0	0,01 - 1	Producto 3 - 15 Aire 5 - 20	15 - 30	Cemento, caliza molida, cenizas volantes, bentonita, cal viva, hidróxido cálcico, adsorbentes, polvo, ácido tereftálico, creta
solids Vacu Fill 	Transporte en fase densa por vacío y baches Transporte neumático en fase densa, secuencial y por vacío. Productos en estado fluidicados o atravesados por el aire de transporte aprovechando la fuerza del vacío	0,2	/	0,01 - 5	Producto 1 - 15 Aire 3 - 20	15 - 30	Polvos, fibras, granulados plásticos, minerales, harinas, sémolas, granulados alimentarios
solids Step Pneu 	Transporte por empuje de cartuchos Transporte neumático por empuje a presión, adecuado para productos con un espectro granulométrico uniforme, los cartuchos formados por impulsos de aire, permeables por su granulometría, son atravesados y empujados por el aire a presión.	/	6,0	1-10	Producto 0,5 - 10 Aire 1 - 15	20 - 40	Arenas, granulados, cenizas, nueces, guisantes, alubias, HOK, píldoras, pastillas, café en grano

La caprolactama se encuentra en forma de pellets, se considera un granulado plástico, por lo tanto su transporte será en fase densa por vacío y baches. Se fija una relación de 20 kg producto/kg de aire, por lo tanto si la producción de caprolactama es de 6554,99Kg/h, serán necesarios unos 327.7 Kg de nitrógeno/h..

La empresa HAPMAN nos proporciona un transportador de vacío que se adapta a las características que tenemos en la planta SIMIO.



Figura 11.14.1. Bomba de sólidos por vacío de la empresa Hapman.

El transporte de sulfato amónico se puede realizar tanto a vacío como a presión positiva, según la tabla 11.14.1 el transporte será en fase densa. Debido al riesgo de explosión y a la elevada temperatura de salida de la sal del cristalizador se decide trabajar con un sistema de impulsión positiva, este sistema nos va a proporcionar la ventaja de poder realizar la presión mediante un gas inerte, en este caso nitrógeno, y así eliminar la atmósfera explosiva. En este caso harán falta 583 kg de nitrógeno/h para transportar los 11658.17 Kg/h de sulfato amónico.

En este caso la bomba escogida es de la empresa ABEL, será una bomba de pistón para sólidos.



Figura 11.14.2. Bomba de sólidos por pistón de la empresa Abel.

11.15. Cálculo de tuberías

El tipo de tubería a escoger viene dado por el tipo de fluido y el caudal que circula por dicha tubería, también es necesario conocer las condiciones de temperatura, presión y demás parámetros físicos e hidrodinámicos, ya que influyen en mayor o menor medida a la selección del tipo de tubería para cada corriente.

El cálculo del diámetro interno de una tubería viene dado por la ecuación 11.15.1.

$$\varnothing_{interno} = \sqrt{\frac{Q \cdot 4}{\pi \cdot v}} \quad (Ec. 11.15.1)$$

Donde:

Q es el caudal volumétrico (m³/s).

v es la velocidad del fluido (m/s).

Ø es el diámetro interno de la conducción (m).

Mediante la ecuación anterior, si se fija la velocidad de circulación del fluido, se obtiene el diámetro interno de la conducción.

A continuación se presentan una serie de tablas con velocidades típicas de fluidos por dentro de conducciones y también se adjuntan tablas con diversa información útil.

Tabla 11.15.1 Velocidad máxima en líneas de acero al carbono para servicio con agua.

Servicio	Velocidad máxima [ft/s]
Servicios generales	2 - 16
Diámetro (pulgadas)	
1	2 - 3
2	3 - 4,5
4	5 - 7
6	7 - 9
8	8 - 10
10	10 - 12
12	10 - 14
16	10 - 15
20 y mayores	10 - 16
Succión de bombas y drenajes	4 - 7
Descarga de bombas	5 - 10
– Presiones mayores de 700 psig	4 - 6
– Cabezales	—
Agua de condensadores (General)	3 - 5
– Carcasa	9
– Tubos	3 - 10
Drenajes	2,5 - 5,0
Intercambiador doble tubo	1,7 - 6,7
Drenajes horizontales	2,5 mín.
Mangueras contra incendio	10
Canales abiertos	1,5 - 6,0
Flujo por gravedad	3 - 8

Tabla 11.15.2 Velocidad típica de hidrocarburos líquidos en conducciones de acero.

Diámetro nominal	2" o menos	3" a 10"	10" a 20"
Clase de conducción	velocidad (m/s)	velocidad (m/s)	velocidad (m/s)
Zona de succión	-----	0,5 a 1	0,75 a 1,5
viscosidad media	-----	0,12 a 0,24	0,15 a 0,8
alquitrán y fueloil	-----	1 a 1,5	1,25 a 1,8
Descarga corta	-----	0,45 a 1	-----
Drenajes	0,3	0,45 a 1	-----

Tabla 11.15.3 Velocidad máxima en tuberías.

Material	Velocidad (m/s)
Acero	5.00
Acero galvanizado	5.00
Asbesto cemento	5.00
Fierro fundido	5.00
Hierro dúctil	5.00
Polietileno de alta densidad	5.00
P.V.C (cloruro de polivinilo)	5.00

Tabla 11.15.4 Diámetros comerciales habituales y su equivalencia.

Diámetro nominal en pulgadas	Diámetro exterior en mm	Espesor nominal en mm
1/4	13,7	2,24
1/2	21,3	2,77
3/4	26,7	2,87
1	33,4	3,38
1 1/4	42,2	3,56
1 1/2	48,3	3,88
2	60,3	3,91
2 1/2	73,0	5,16
3	88,9	5,49
4	114,3	6,02
5	141,3	6,55
6	168,3	7,11
8	219,1	8,18
10	273,0	9,27
12	323,8	10,31

11.16. Torres de refrigeración

En las torres de refrigeración, el agua caliente procedente de otros procesos, normalmente de los intercambiadores de calor, se pone en contacto con una corriente de aire seco que provoca su vaporización y con ello el enfriamiento del agua líquida (pérdida de calor por transferencia de calor latente de vaporización) mientras que se libera aire húmedo y vapor de agua.

Su mecanismo es el siguiente: el agua caliente se introduce por la parte superior de la torre y atraviesa el relleno encontrándose con una corriente ascendente de aire que sube bien por convección natural o bien por convección forzada mediante ventiladores o soplantes. El agua, ya enfriada, se evaca por la parte inferior. El aire seco también se introduce por la parte inferior, por encima del recipiente donde se deposita el agua líquida que desciende de la torre.

En todas estas operaciones interesa que la superficie de contacto entre ambas fases sea lo mayor posible. Además conviene inducir y mantener en la fase gaseosa un régimen turbulento que facilite la admisión de agua desde la fase líquida.

Las torres de refrigeración elegidas para la planta son del tipo EWB 2875/09 de la empresa EWK, por sus buenas prestaciones y óptima calidad. Dicho modelo es resistente a la corrosión, es de fácil mantenimiento y está diseñado para tratar con grandes capacidades.

Las torres de refrigeración EWB son torres de ventilación forzada y funcionan en base al principio del flujo a contra-corriente. Las características de diseño se citan a continuación:

- La estructura de la torres está formada por perfiles de galvanizado en caliente y el revestimiento lo componen planchas de poliéster reforzado con fibra de vidrio.
- El agua fluye a las toberas de pulverización a través de los tubos de distribución fabricados en polipropileno. Su disposición permite una óptima distribución del agua dentro de la torre.
- El cuerpo de intercambio consta de varias capas de relleno de torre de alto rendimiento, fabricado en materiales de larga duración.
- Con objeto de reducir las pérdidas de agua por arrastre se instala un separador de gotas por encima del sistema distribuidor de agua.
- Las torres están equipadas con ventiladores axiales de bajo nivel de ruido situados en aspiración en la parte superior de la torre.

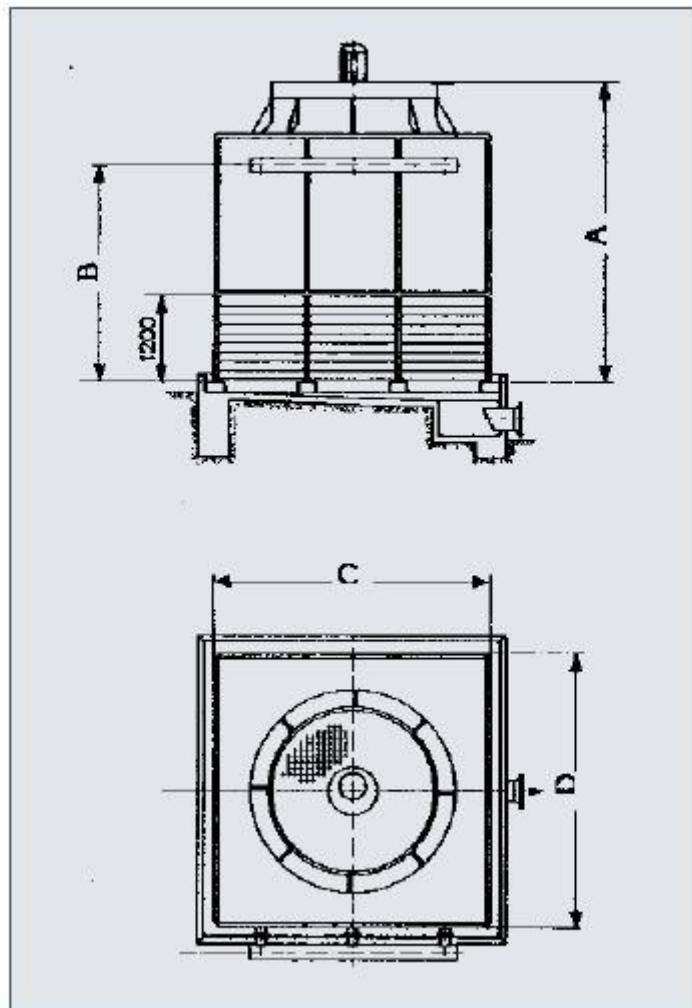
La figura 11.16.1 corresponde a una torre de refrigeración EWB 2875/09 cuyas dimensiones y propiedades se presentan en la tabla 11.16.1. El valor de calor disipado es a las siguientes condiciones de operación:

Temperatura de entrada del agua: 40°C

Temperatura de salida del agua: 30 °C

Temperatura del aire: 24 °C

Torres tipo EWB 1300 - EWB 2875

**Figura 11.16.1:** Torres de refrigeración tipo EWB 2875/09.**Figura 11.16.1:** Dimensiones y propiedades de la torres de refrigeración EWB 2875/09.

Torre EWB 2875/09	
Potencia disipada (KW)	7093
Peso en operación (kg)	9200
Peso vacío (kg)	6800
Potencia motor (KW)	30
Dimensiones (mm)	
A	4322
B	2848
C	4900
D	6100

La composición de agua de refrigeración tiene una gran importancia para el funcionamiento de las torres de refrigeración. Tiene gran influencia en la capacidad de intercambio de calor, la vida útil y la rentabilidad. Por todo ello se recomienda, en la fase de diseño o, al menos, antes de la puesta en marcha, disponer de un análisis del agua, y en caso necesario, consultar a una empresa especializada.

Para una eficiencia óptima y una vida útil máxima, la calidad del agua del circuito debe ser tal que sus parámetros estén comprendidos dentro de los valores límites de la tabla 11.16.2.

Tabla 11.16.2: Valores recomendados de la calidad del agua.

Dureza al carbonato	7 - 9	°dH
Dureza al carbonato con la adición de estabilizantes	bis 20	°dH
Contenido de cloruros aprox.	300	mg/l
• En caso de aceros austeníticos aprox.	50	mg/l
Valor de pH	7 - 8	
Para metales ligeros	7 - 7,5	
Contenido de sulfatos aprox.	500	mg/l
Hierro aprox.	0,3	mg/l
Contenido de sales, total	2000	mg/l
Sólidos en suspensión aprox.	50	mg/l
Conductividad	1200	μS/cm

▪ Cálculo de la cantidad de agua a reponer

La cantidad total de agua perdida que es necesario reponer se compone de : pérdidas por evaporación, arrastre y purga.

$$m_{wz} = m_{wv} + m_{ws} + m_{wa} \quad (\text{Ec. 11.16.1})$$

Donde:

m_{wz} = cantidad de agua de reposición

m_{wv} = pérdidas por evaporación

m_{ws} = pérdidas por arrastre

m_{wa} = purga

- Pérdidas por evaporación

Las pérdidas por evaporación dependen de la cantidad de calor disipada y de las condiciones atmosféricas. Para condiciones de funcionamiento determinadas se puede hacer un cálculo bastante exacto, aunque en la mayoría de los casos se puede hacer una estimación muy aproximada, que suele ser suficiente,

El método de cálculo aproximado de las pérdidas por evaporación, m_{WV} es como sigue:

$$m_{WV} \text{ (m}^3/\text{h)} = \frac{m_W(t_{W1}-t_{W2})}{600} \quad (\text{Ec. 11.16.2})$$

Donde:

m_W = caudal de agua a refrigerar (m^3/h)

t_{W1} = temperatura de entrada de agua ($^{\circ}\text{C}$)

t_{W2} = temperatura de salida de agua ($^{\circ}\text{C}$)

- Pérdidas por arrastre

El arrastre ocurre a la salida del aire saturado de la torre. Debido a la alta eficiencia del separador de gotas, las pérdidas por arrastre, m_{WS} , son normalmente menores que el 0.02% del agua recirculada.

- Purga

Con objeto de evitar altas concentraciones de sólidos disueltos en el agua del circuito, una parte de la misma debe ser drenada continuamente. La cantidad purgada depende de la calidad del agua del circuito y de la calidad del agua de aporte. Si se toma como criterio la dureza al carbonato (o contenido de cloruros u otros minerales) la cantidad de agua de purga puede calcularse según la ecuación 11.16.3, en función del índice de concentración del agua, E , y las pérdidas por evaporación m_{WV} . El índice de concentración se obtiene al dividir la dureza al carbonato del agua del circuito entre la dureza al carbonato del agua de aporte, y debe ser menor que $E= 3-4$, ya que, a valores menores la cantidad de purga y en consecuencia la cantidad de agua de reposición se incrementará considerablemente.

$$m_{WA} \text{ (m}^3/\text{s)} = \frac{m_{WV}}{E-1} \quad (\text{Ec. 11.16.3})$$

Una vez especificados los parámetros característicos de la torre de refrigeración y conocido el procedimiento de cálculo para las pérdidas de agua, se procede a calcular el número de torres de refrigeración EWB 2875/09 necesarias en la planta y el agua de reposición.

En la tabla 11.6.3 se resumen las corrientes de agua que se deben refrigerar.

Tabla 11.16.3: Especificaciones de las corrientes de entrada a la torre de refrigeración.

Intercambiador	Caudal (kg/h)	T entrada (°C)	T salida (°C)
Intercambio R-201	735120	30	40
I-201	109396,8	30	40
I-204	407391,84	30	40
I-206	695688,48	30	40
I-207	214380	30	40
I-208	70683,12	30	40
I-209	38414,88	30	40
I-303	2871864,36	30	40
I-304	158719,68	30	40

Inicialmente, se calcula la capacidad de agua que puede tratar una torre de refrigeración EWB 2875/09 según la ecuación 11.16.3.

$$Q = m \times C_p \times \Delta T \quad (\text{Ec. 11.16.3})$$

Donde:

Q = calor disipada por una torre (25534800 kJ/h)

m = cantidad de agua refrigerada (kg/h)

C_p = capacidad calorífica del agua (4.18 kJ/kg·°C)

ΔT = Incremento de temperatura (10°C)

Operando la ecuación 11.16.3 se obtiene que la cantidad de agua refrigerada en una torre es 610880,4 kg/h. Por lo tanto, conociendo la cantidad de agua a refrigerar en planta, que corresponde al total de las corrientes de la tabla 11.16.3, se obtiene el número de torres necesarias.

$$\text{Número de torres} = \frac{5301659.16 \frac{\text{kg}}{\text{h}}}{610880.4 \frac{\text{kg}}{\text{h}}} = 8.68 \approx 9 \text{ torres} \quad (\text{Ec. 11.6.4})$$

Se requieren 9 torres de refrigeración EWB 2875/09; cada una de ellas tratará un caudal de 589073,24 kg/h.

A continuación, se calcula el agua a reponer:

- Las pérdidas por evaporación se calculan con la ecuación 11.16.2;

$$m_{WV} = \frac{589.073(40-30)}{600} = 9.82 \text{ m}^3/\text{h}$$

- las pérdidas por arrastre son menores al 0.02 % del agua recirculada;

$$m_{WS} = 0.02 \% \cdot 589.073 \text{ m}^3/\text{h} = 0.118 \text{ m}^3/\text{h}$$

- la cantidad de purga se determina con la ecuación 11.16.3 con E = 3.5 i $m_{WV} = 9.82 \text{ m}^3$;

$$m_{WA} = \frac{13.18 \text{ m}^3/\text{h}}{3.5-1} = 3.93 \text{ m}^3/\text{h}$$

Y por lo tanto, la cantidad de agua de reposición en una torre será;

$$m_{WZ} = 9.82 + 0.118 + 3.93 = 13.86 \text{ m}^3/\text{h}$$

por lo que el agua total a reponer, debido a las pérdidas del conjunto de torres de refrigeración, será de 124.7 m^3/h .

11.17. Tanques de proceso

11.17.1. Tanque para condensador

Para el correcto funcionamiento de las columnas de destilación se recomienda instalar un tanque pulmón a la salida del condensador para acumular cierta cantidad de fluido y así asegurar una entrada de líquido constante como reflujo de la columna. Así pues a continuación de los condensadores de las columnas CD-201, CD-202 y CD-301 se colocara su correspondiente tanque pulmón TP-201, TP-202 y TP-301.

Para el dimensionamiento de este tipo de tanque un tiempo de residencia pequeño es suficiente, bibliográficamente se obtiene un tiempo de residencia de 30 segundos.

$$V = Q \cdot \tau \quad (Ec. 11.17.1)$$

$$h = 3 \cdot D \quad (Ec. 11.17.2)$$

$$D = \sqrt[3]{\frac{4 \cdot V}{3 \cdot \pi}} \quad (Ec. 11.17.3)$$

Donde:

τ es el tiempo de residencia (s).

Q es el caudal de salida de condensador (m^3/s).

D es el diámetro (m).

h es la altura (m)

A continuación se presentan las dimensiones de los tanques.

Tabla 11.17.1 Dimensiones de los tanques.

TANQUES	TP-201	TP-202	TP-301
ALTURA (m)	0.898	0.936	1.424
DIÁMETRO (m)	0.299	0.312	0.475

Debido a la gran similitud en las dimensiones de los tanques y a que su dimensión no es vital de cara al proceso, se decide poner los tres tanques del mismo tamaño, con esto ahorramos costes de producción y permitimos comprar un tanque estándar.

Las nuevas dimensiones serán de **0.9 m.** de altura y **0.3 m.** de diámetro.

- Diseño mecánico de los tanques

El material utilizado para cada uno de los tanques será el mismo que el utilizado en su correspondiente columna de destilación. Para el cálculo del grosor es necesario conocer la presión y temperatura de trabajo, el diámetro interno, el factor de soldadura y el factor de estrés. Para el cálculo de la presión de diseño y la temperatura de diseño se utilizaran las siguientes ecuaciones.

$$P_{diseño} = P_{trabajo} + 0.2 \cdot P_{trabajo} \quad (Ec. 11.17.4)$$

$$T_{diseño} = T_{trabajo} + 20^{\circ}C \quad (Ec. 11.17.5)$$

Se calcula el espesor con la siguiente ecuación extraída del código ASME.

$$t = \frac{P \cdot D_i}{2 \cdot S \cdot E - 1.2 \cdot P} \quad (Ec. 11.17.6)$$

Donde:

t es el espesor mínimo requerido (mm).

P es la presión de diseño o presión máxima de trabajo permitida (bar).

D_i es el radio interior (mm).

S es el valor del esfuerzo máximo permisible del material a la temperatura de diseño (bar).

R es el radio interno (mm).

E es el coeficiente de soldadura (0.85).

El valor obtenido se redondea al alza y se sobredimensiona.

El espesor del fondo y la cabeza toriesférica en función de la presión externa se obtiene de la siguiente ecuación.

$$t = \frac{0.885 \cdot P \cdot D_i}{S \cdot E - 0.1 \cdot P} \quad (Ec. 11.17.7)$$

El valor obtenido se redondea al alza y se sobredimensiona.

Para poder calcular la altura total del tanque se necesita la altura del cabezal, para ello se utilizan las relaciones y ecuaciones que se muestran a continuación. Que muestran los valores de los parámetros de la figura 11.8.8.

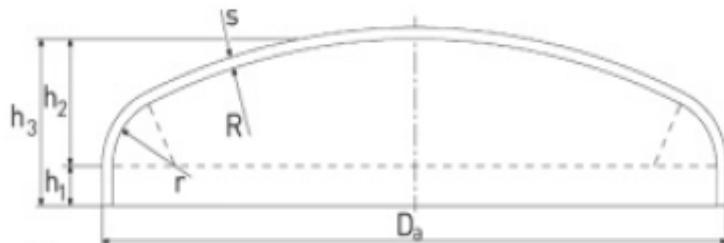


Figura 11.8.8 *Medidas de un cabezal torisférico.*

$$Di = Da \quad (\text{Ec. 11.17.8})$$

$$r = 0.1 \cdot Da \quad (\text{Ec. 11.17.9})$$

$$h_1 \geq 3.5 \cdot t \quad (\text{Ec. 11.17.10})$$

$$h_2 = 0.1935 \cdot Da - 0.455 \cdot t \quad (\text{Ec. 11.17.11})$$

$$h_3 = h_1 + h_2 \quad (\text{Ec. 11.17.12})$$

Para el cálculo del peso del tanque hay que sumar el peso del tanque en vacío, que corresponde al peso de cada uno de sus componentes (cilindro, fondo y cabezal), con el peso del líquido en operación.

Para poder calcular el peso en vacío se parte de la cantidad de material necesaria, que se sabe a partir de las dimensiones del tanque y el espesor de la chapa.

$$\text{Peso} = \text{Área} \cdot \text{Grosor} \cdot \text{Densidad} \quad (\text{Ec. 11.17.13})$$

$$A_{\text{cilindro}} = \pi \cdot D_c \cdot L \quad (\text{Ec. 11.17.14})$$

$$A_{\text{torisférico}} = 0.842 \cdot D_c^2 \quad (\text{Ec. 11.17.15})$$

El peso total del tanque vacío será la suma del peso de los componentes.

$$\text{Peso tanque vacío} = P_{\text{cilindro}} + P_{\text{cabezal}} + P_{\text{fondo}} \quad (\text{Ec. 11.17.16})$$

Se calcula el peso del líquido que llena el tanque, la suma del peso en vacío con el peso del líquido en operación será el peso total del tanque en operación.

$$Peso \ líquido = \left(\frac{\pi}{4} \cdot D_c^2 \cdot h + V_{cabeza} + V_{fondo} \right) \cdot \rho_{líquido} \quad (Ec. 11.17.17)$$

$$P_{total} = P_{tanque} + P_{líquido} \quad (Ec. 11.17.18)$$

Tabla 11.17.2 Parámetros de diseño de los tanques.

	TP-201	TP-202	TP-301
Espesor carcasa (mm)	3	3	3
Espesor cabezal (mm)	3	3	3
Espesor fondo (mm)	3	3	3
Peso tanque vacío (kg)	31.25	34.85	31.25
Peso líquido (kg)	55.53	60.99	60.99
Peso tanque lleno (kg)	86.78	95.84	92.24

11.17.2. Tanque pulmón para columna

La columna CD-201 es un equipo clave en el proceso de obtención de caprolactama puesto que de su buen funcionamiento depende la producción final de esta. Por eso, delante de este equipo será necesario colocar un tanque pulmón que tendrá como objetivo el poder ejercer un control a la hora de realizar la puesta en marcha de esta. Este tanque pulmón funciona de tal manera que las corrientes de colas y cabezas de la columna desembocan en este equipo y hasta que no se llega al estado estacionario donde hay una separación completa de ciclohexanona oxima por parte de la columna no se deja que la corriente avance hacia los reactores de Beckman.

El diseño mecánico del tanque sigue los mismos pasos que los tanques pulmones del apartado anterior, solo que en este caso el tiempo de residencia será mayor, se escoge 30 min.

Tabla 11.17.3 Dimensiones del tanque.

TANQUE	TP-203
ALTURA (m)	6
DIÁMETRO (m)	2

Tabla 11.17.4 Parámetros de diseño del tanque.

TP-203	
Espesor carcasa (mm)	6
Espesor cabezal (mm)	6
Espesor fondo (mm)	6
Peso tanque vacío (kg)	2113.5
Peso líquido (kg)	16319.95
Peso tanque lleno (kg)	18433.45

El soporte utilizado para este tipo de tanque será el mismo que para las columnas, es el llamado faldón. El faldón debe soportar el peso del tanque. Se une al tanque por una soldadura continua en la parte inferior y, por lo general, el tamaño requerido de esta soldadura determina el espesor del faldón.

La altura del faldón es de 1m y el material empleado acero al carbono.

11.17.3. Tanque para vacío.

Es necesaria la realización de vacío mediante la utilización de bombas de anillo líquido en las columnas de extracción E-301 y E-302, estas bombas actúan de manera que aspiran el aire de proceso creando una presión negativa. La conexión entre la bomba de anillo líquido y el proceso, debe realizarse en un tanque que permita extraer este aire.

Aprovechando el diseño de los tanques para condensador, se decide colocar dos tanques, uno en cada columna, de las mismas dimensiones que los vistos anteriormente.

Tabla 11.17.5 Dimensiones de los tanques.

TANQUES	TP-302	TP-303
ALTURA (m)	0.9	0.9
DIÁMETRO (m)	0.3	0.3

Tabla 11.17.6 Parámetros de diseño de los tanques.

	TP-302	TP-303
Espesor carcasa (mm)	3	3
Espesor cabezal (mm)	3	3
Espesor fondo (mm)	3	3
Peso tanque vacío (kg)	31.25	34.85
Peso líquido (kg)	55.53	60.99
Peso tanque lleno (kg)	86.78	95.84