

PLANTA PRODUCCIÓ CAPROLACTAMA



ENGINYERIA QUÍMICA

AUTORS: Narcís Borrat, Lledó Carceles, Oriol Cobo, Pau Mallorga, Alberto Marín i Albert Moreno

TUTOR: Javier Lafuente

DIRECTOR: Ricard Gené

Data de presentació: 14 de Juny de 2013, Universitat Autònoma de Barcelona.

11-MANUAL DE CÀLCULS

CAPÍTOL 11: MANUAL DE CÀLCULS

CAPÍTOL 11: MANUAL DE CÀLCULS	2
11.1. Càlcul del gruix dels equips	2
11.2. Càlcul de pesos	7
11.3. Tancs d'emmagatzematge.....	8
11.4. Equips principals.....	12
11.4.1. Columna de bombolleig.....	12
11.4.2. Reactors d'oximació	14
11.4.3. Torre de destil·lació (TD-101).....	20
11.4.4. Stripping (ST-101).....	22
11.4.5. Tanc de mescla (RE-103).....	23
11.4.6. Decantadors (DE-101 i DE-102)	25
11.4.7. Reactor transposició de Beckmann (RE-201, RE-202 I RE-203).....	26
11.4.8. Reactors de neutralització (RE-301, RE-302 i RE-303)	29
11.4.9. Decantador (DE-401).....	32
11.4.10. Columnes de extracció (EX-401 y EX-402)	32
11.4.11. Columna de extracció (EX-403)	34
11.4.12. Intercanvi iònic (IE-401, IE-402, IE-403 i IE-404)	37
11.4.13. Evaporador (TE-401)	50
11.4.14. Escamadores (ES-401 i ES-402).....	51
11.4.15. Cristal·litzadors (CR-401 i CR-402).....	52
11.4.16. Centrífugues (CE-401 i CE-402)	53
11.5. Càlcul Bombes	54
11.5.1. Càlcul de l'NPSH	54
11.6. Càlcul dels bescanviadors	57
11.7. Càlcul de la cambra de combustió	62
11.8. Apèndix.....	67

11.1. Càlcul del gruix dels equips

Per tal de determinar el gruix necessari dels equips de la planta es realitza el gruix necessari del cos i dels fons de l'equip.

Per un equip amb un cos cilíndric s'aplica l'expressió següent per calcular el gruix necessari.

$$t_{cil} = \frac{P \cdot D}{2 \cdot S \cdot E - 1,2 \cdot P} + C_1$$

Els fons requereixen un gruix diferent ja que les zones de l'equip que pateixen una deformació, és a dir, les corbes dels fons de l'equip, es perd part del gruix, per això se li afegeix un sobre espessor del 10% de l'espessor obtingut inicialment (C_2).

$$t_{fons} = \frac{P \cdot L \cdot M}{2 \cdot S \cdot E - 0,2 \cdot P} + C_1 + C_2$$

Els paràmetres de disseny per determinar el gruix són:

- Pressió de disseny (P): Per escollir la pressió de disseny pertinent a cada equip s'ha determinat afegir un 10% al valor de pressió d'operació, sumar 1,5 atm a la pressió d'operació o determinar la pressió de disseny com a 3. El valor escollit serà el valor més gran dels tres i, per tant, el que permeti mantenir un marge més ampli entre la pressió d'operació i de disseny.
- Límit elàstic (S): Aquest paràmetre depèn del tipus de material utilitzat i de la temperatura d'operació de l'equip. Gran part dels equips són d'acer inoxidable i d'acer al carboni, es mostra a continuació la taula de límit elàstic pertinent a aquests material.

Taula 11.1.1. Límit elàstic pertinent a l'acer al carboni.

PROPERTIES OF MATERIALS CARBON & LOW ALLOY STEEL												
Maximum Allowable Stress Values in Tension 1000 psi. *												
Specification		For Metal Temperature Not Exceeding Deg. F.										
Number	Grade	-20 to 650	700	750	800	850	900	950	1050	1100	1150	1200
SA-283	C	12.7	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
SA-285	C	13.8	13.3	12.1	10.2	8.4	6.5	-	-	-	-	-
SA-515	55	13.8	13.3	12.1	10.2	8.4	6.5	4.5	2.5	-	-	-
SA-515	60	15.0	14.4	13.0	10.8	8.7	6.5	4.5	2.5	-	-	-
SA-515	65	16.3	15.5	13.9	11.4	9.0	6.5	4.5	2.5	-	-	-
SA-515	70	17.5	16.6	14.8	12.0	9.3	6.5	4.5	2.5	-	-	-
SA-516	55	13.8	13.3	12.1	10.2	8.4	6.5	4.5	2.5	-	-	-
SA-516	60	15.0	14.4	13.0	10.8	8.7	6.5	4.5	2.5	-	-	-
SA-516	65	16.3	15.5	13.9	11.4	9.0	6.5	4.5	2.5	-	-	-
SA-516	70	17.5	16.6	14.8	12.0	9.3	6.5	4.5	2.5	-	-	-
SA-105	II	17.5	16.6	14.7	12.0	9.2	6.5	4.5	2.5	-	-	-
SA-181	I	15.0	14.3	12.9	10.8	8.6	6.5	4.5	2.5	-	-	-
SA-350	LF1	15.0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	LF2	17.5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
SA-53	B	15.0	14.4	13.0	10.8	8.7	6.5	-	-	-	-	-
SA-106	B	15.0	14.4	13.0	10.8	8.7	6.5	4.5	2.5	-	-	-
SA-193	B7 $\leq 2\frac{1}{2}$ "	25.0	25.0	23.6	21.0	17.0	12.5	8.5	4.5	-	-	-
SA-194	2H	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
SA-307	B	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

Taula 11.1.2. Límit elàstic pertinent a l'acer inoxidable.

MAXIMUM ALLOWABLE STRESS VALUES IN TENSION FOR HIGH-ALLOY STEEL														
(CAUTION: See UW-12 for vessels constructed under part UW)														
Specification		Maximum Allowable Stress, ksi (Multiply by 1000 to Obtain psi), for Metal Temp., °F, Not Exceeding												
Number	Grade	-20 to 100	200	300	400	500	600	650	700	750	800	850	900	950
SA-240	304	18.8	17.8	16.6	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	18.8	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	---	---

- Factor de soldadura (E): El factor de soldadura va sempre relacionat amb una disminució del límit elàstic, ja que una soldadura implica un punt de debilitat en els equips. Degut a que tots els equips contenen soldadures per unir les planxes. En aquest cas es considera una soldadura parcial amb un valor de 0,85.

- Guix addicional de corrosió (C_1): S'afegeix un guix addicional per la possible corrosió del material de l'equip.
- Factor M: Aquest factor està relacionat directament amb els radis pertinents al fons utilitzat. Es tracta de la relació L/r , que en el cas del fons toricsfèric la relació és de 10,0 i mitjançant la taula 11.1.3. el valor de M pertinent és 1,54.

Taula 11.1.3. Factor M en funció dels radis del fons.

VALUES OF FACTOR "M"																
L/r	1.00	1.25	1.50	1.75	2.00	2.25	2.50	2.75	3.00	3.25	3.50	4.00	4.50	5.00	5.50	6.00
M	1.00	1.03	1.06	1.08	1.10	1.13	1.15	1.17	1.18	1.20	1.22	1.25	1.28	1.31	1.34	1.36
L/r	7.00	7.50	8.00	8.50	9.00	9.50	10.0	10.5	11.0	11.5	12.0	13.0	14.0	15.0	16.0	16.5
M	1.41	1.44	1.46	1.48	1.50	1.52	1.54	1.56	1.58	1.60	1.62	1.65	1.69	1.72	1.75	1.77
* THE MAXIMUM ALLOWED RATIO : $L = D \times 21$ (see note 2 on facing page)																

- Tolerància de fabricació (C_2): és un valor que té en compte la curvatura del fons i les possibles desviacions del valor teòric que hauria de tenir el guix d'aquest. Com s'ha esmentat anteriorment s'afegeix un 10% del guix calculat.

Tot seguit es calcula pressió externa que suporta per tal de veure el guix necessari requerit per a que no hi hagi deformacions del material.

$$P_a = \frac{4 \cdot B}{3(D_o/t_r)}$$

On tr serà el guix sense tenir en compte els guixos addicionals C_1 i C_2 .

Per determinar el paràmetre B és necessari el càlcul de les relacions L/D_0 i D_0/t_r , que permetrà utilitzar la figura 11.1.1. i obtenir el factor A.

En el cas que la relació L/D_0 és menor que el L/D_0 mínim requerit per utilitzar la figura 11.1.1. es recomana l'ús de reforços.

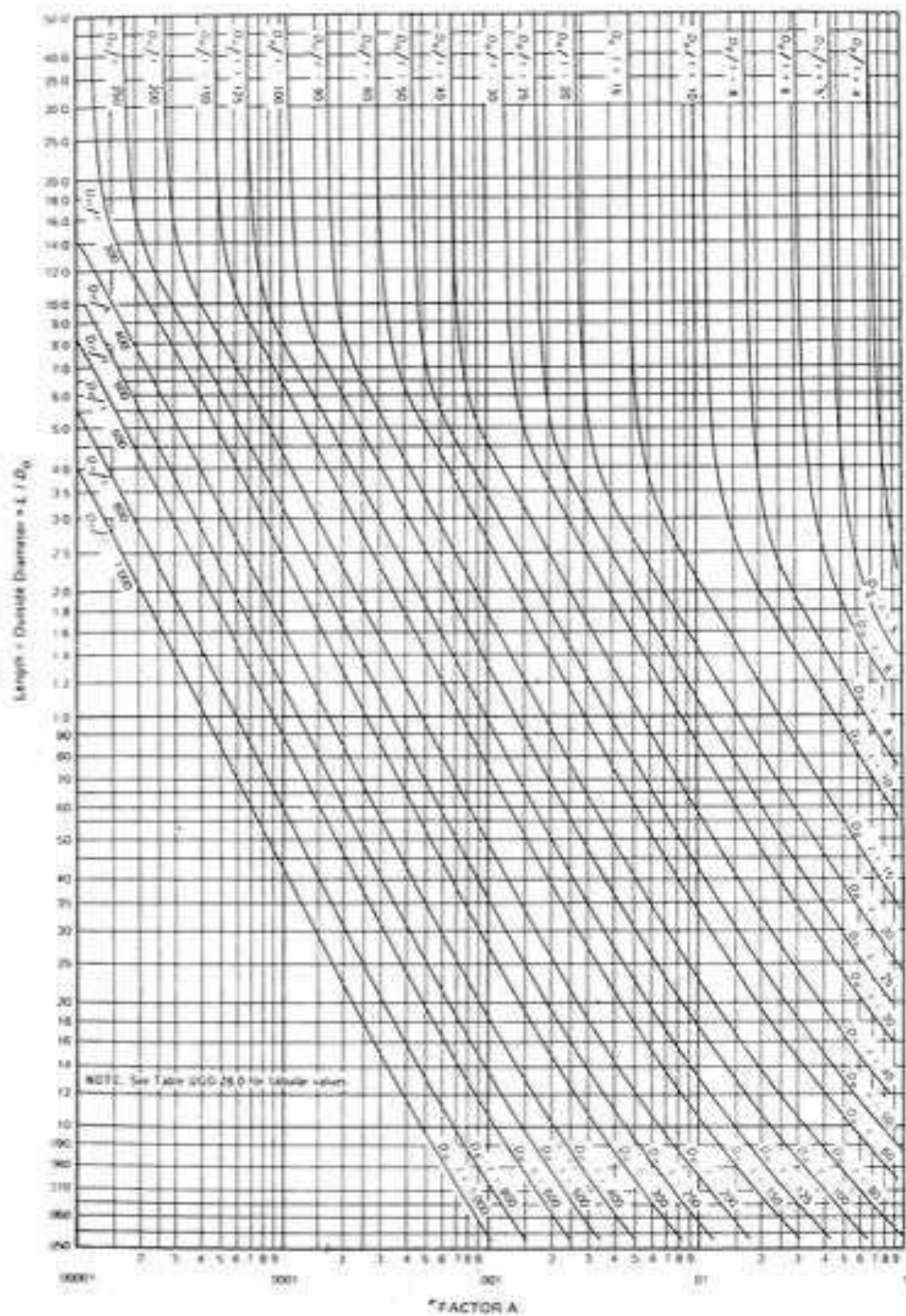


Figura 11.1.1. Factor A en funció de la longitud, diàmetre i gruix.

Tot seguit amb el factor A i les figures pertinents a la secció VIII del codi ASME es pot determinar el factor B. En cas que el valor d'A quedi a l'esquerra de la figura, en el qual no es pot obtenir cap valor equivalent de B, s'utilitza la següent expressió per realitzar el càlcul de la pressió externa.

$$P_a = \frac{2 \cdot A \cdot E}{3(D_o/t_r)}$$

La pressió haurà de superar la pressió de disseny externa pertinent en cada equip.

En el cas que la pressió externa no suporti la pressió determinada de disseny, s'haurà d'operar de forma iterativa augmentant el gruix del cilindre i els fons fins que el valor Pa superi la pressió determinada pel disseny.

Taula 11.1.4. Resultats obtingut per calcular el gruix del recipient RE-303.

Nom	RE-303
Pressió de disseny (bar)	3,04
Temperatura de disseny (F)	122
Diàmetre intern (mm)	$2,00 \cdot 10^3$
S (bar)	1082,76
E	0,85
C₁ (mm)	1
C₂ pel cilindre (mm)	0
t cilindre (mm)	4,3
C₂ pel fons (mm)	$0,1 \cdot t$
t fons (mm)	6,76
Nom	RE-303

11.2. Càlcul de pesos

La metodologia de càlcul del pes dels equips es basa en l'estimació del volum que ocupa el material del què està fet, que juntament amb la densitat del material, permetrà obtenir el valor requerit. Per raons de seguretat del càlcul s'ha sobredimensionat entre un 10-20% aquest valor en funció de si té més o menys components. Aquest sobredimensionament cobreix el pes dels complements que porten els equips com poden ser vàlvules o connexions entre d'altres. Com a exemple es mostra la metodologia de càlcul del pes del CR-402.

11.2.1. Dades tècniques de CR-402

Alçada cilindre (m) [hci]	3.75
Alçada con (m) [hco]	2.5
Diàmetre (m) [r]	1.5
Gruix (mm) [gr]	8
Diàmetre serpentí (mm) [rs]	25.4
Diàmetre volta serpentí (m) [rvs]	0.5
Nombre de voltes del serpentí [n]	40
Gruix serpentí (mm) [grs]	8
Densitat del material de construcció (Kg/m ³)	7860

$$P_{total} = (P_{cristal\cdot litzador} + P_{serpentí}) \cdot 1.15$$

$$P_{cristal\cdot litzador} = P_{cono} + P_{cilindre}$$

$$P_{cilindre} = 2 \cdot \pi \cdot r \cdot hci \cdot gr \cdot \rho$$

$$P_{con} = \pi \cdot r \cdot l \cdot gr \cdot \rho$$

$$l = \sqrt{r^2 + hco^2}$$

$$P_{serpentí} = 4 \cdot \pi^2 \cdot rs \cdot grs \cdot rvs \cdot n \cdot \rho$$

$$P_{total} = 4999Kg$$

11.3. Tancs d'emmagatzematge

Per tal de dimensionar els tancs d'emmagatzematge és crucial determinar els dies de stock per tal de mantenir el subministrament necessari a la planta en cas que falli qualsevol proveïdor.

Tenint en compte la taula següent, es pot observar els requisits en matèries primes per dia i un cop considerats els tres dies de stock.

Taula 11.3.1. Stock necessari per a cada substància.

Producte	Caudal	Stock d'un dia		Stock de tres dies		
		Stock (Kg)	Stock	Stock	Nº de	Volum per
Ciclohexanona	6000	134414	141,82	425,45	5	85,09
Àcid Nítric al 60%	6041,67	145000	103,29	309,88	4	77,47
Hidrogen 92.5% molar + metà	2162,7	51904,8	1586,19	4758,56	10	475,86
Òleum (30% SO ₃)	4900	117600	62,22	186,67	2	93,33
Amoníac (pur)	1820	43680	64,05	192,14	2	96,07
Toluè (pur)	6370	152880	175,72	--	2	87,86
Àcid fosfòric (70-85%)	2476	59424	33,01	--	1	33,01

En tots els tancs hi ha prou capacitat per emmagatzemar producte per tres dies. En el cas dels tancs d'hidrogen, degut a que es va considerar, des d'un inici, una pressió del tanc errònia, hi ha molt més producte emmagatzemat, superant els tres dies fixats per la resta de productes.

Per tal de mantenir una major estabilitat en els tancs d'emmagatzematge s'ha considerat una relació D/H>1,33 per tal de no necessitar reforços addicionals. En el cas dels tancs d'amoníac i hidrogen aquests aniran tombats, de forma que, amb uns suports, la part considerada com alçada en el disseny es trobarà paral·lela al terra.

- Fons torresfèric Kloppe 10:1

Aquest tipus de fons es recomana que sigui utilitzat per a tancs o recipients que no suportin pressions elevades.

Els paràmetres que caracteritzen un fons Koppeler 10:1 són els següents:

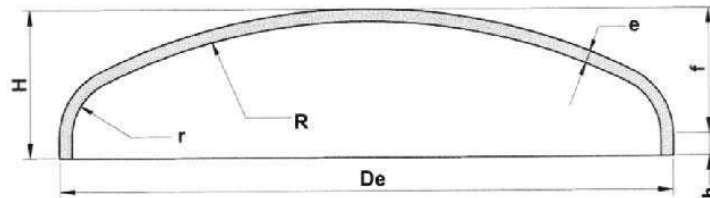
$$H_{fons} = 0.194 \cdot D_i$$

$$V_{fons} = 0.1 \cdot D_i^3$$

$$R = D_i$$

$$r = R/10$$

Figura 11.3.1. Fons toriesfèric Kloppe 10:1



- Fons semiesfèric

En aquest cas l'únic paràmetre important d'aquest fons és que el radi de la semiesfera és igual al radi del cilindre del tanc. El volum en aquest cas no requereix cap paràmetre de modificació ja que el volum de l'esfera serà el volum admissible dels dos fons semiesfèrics.

Aquest tipus de fons és capaç de suportar pressions elevades i l'amoníac, nitrogen i l'hidrogen són els únics productes que s'emmagatzemen a pressió.

A l'hora de realitzar el càlcul del volum del reactor, s'ha determinat el volum d'un cilindre i se li ha sumat els volum corresponent a les tapes. En el cas de l'hidrogen, amoníac i nitrogen, els tancs presenten dos fons semiesfèrics. En canvi, la resta de tancs estan formats pel fons inferior pla i pel superior toriesfèric.

El volum de cada unitat s'ha sobredimensionat un 15% i s'ha dimensionat els tancs d'òleum, àcid nítric, toluè, ciclohexanona i àcid fosfòric amb els fons inferior pla i el superior de tipus toriesfèric Kloppe 10:1, en el cas de l'hidrogen, nitrogen i l'amoníac els dos fons són semiesfèrics ja que aquests tipus de fons són capaços de suportar pressions elevades.

S'ha de determinar el diàmetre per a cada tanc per tal d'obtenir el volum del cilindre, el del fons corresponent i, que la suma de tots dos representi el volum pertinent a cada producte, sobredimensionat un 15%.

$$V_{cilindre} = \frac{\pi}{4} \cdot D^2 \cdot h$$

$$V_{total} = V_{cilindre} + V_{fons}$$

Per tal de determinar de forma orientativa del volum per unitat necessari per emmagatzemar tot el volum requerit d'amoníac, s'ha estimat quan ocuparia tot el volum d'amoníac en el cas que fos tot

líquid, degut a que aquest producte es troba emmagatzemat en tancs criogènics, a pressió alta i temperatura baixa per tal de mantenir-lo líquid.

$$V_{NH_3l} = kg \text{ } NH_3 / \rho_{NH_3l} \cdot n^{\circ} \text{ de dies stock}$$

Aquest volum també serà sobredimensionat per tal de garantir que la part de gas d'amoniac que es troba dins del tanc, té prou espai per ser emmagatzemat.

Taula 11.3.2. Dimensions obtingudes dels tancs d'amoniac.

Nom	TK-818
Diàmetre (m)	3.5
Alçada del cilindre (m)	6
Volum (m³)	102.62
Fons Semiesfèric	
Volum del fons (m³)	22.45
Alçada del fons (m)	1.75

Per altra banda, s'emmagatzema a alta pressió, així doncs per tal de saber el volum que ocuparà tota la quantitat necessària a emmagatzemar, s'ha realitzat el càlcul amb la fórmula dels gasos ideals. S'ha considerat que l'hidrogen ve a 68 °C i es troba emmagatzemat a una pressió de 300 atm.

$$P \cdot V = n \cdot R \cdot T$$

Taula 11.3.3. Dimensions obtingudes dels tancs d'hidrogen.

Nom	TK-808
Diàmetre (m)	6.1
Alçada del cilindre (m)	8.1
Kmols d'hidrogen	17018
Pressió (atm)	300
Temperatura (K)	341
Volum (m³)	474.41
Fons Semiesfèric	
Volum del fons (m³)	118.85
Alçada del fons (m)	3.05

En el cas del tanc d'emmagatzematge de ciclohexanona els resultats obtinguts es presenten a la taula 11.3.4.

Taula 11.3.4. Dimensions obtingudes dels tancs de ciclohexanona amb el fons superior toriesfèrics.

Nom	T-801
Volum (m³)	99,8
Diàmetre (m)	5,5
Alçada del cilindre (m)	3,5
Fons Klopper	
Volum del fons (m³)	16,64
Alçada del fons (m)	1,067
Radi del fons (m)	5,7
r del fons (m)	$5,70 \cdot 10^1$

11.4. Equips principals

11.4.1. Columna de bombolleig

Pel disseny de la columna de bombolleig s'ha partit de les composicions de sortida d'aquesta (corrent 10), ja que seria la quantitat de reactiu requerit per formar la quantitat mínima de caprolactama al final del procés.

Tot i que a la patent diu que el cabal de recirculació (corrent 11) és 10 vegades el cabal de sortida de la columna, aquesta no dóna raons per tenir uns cabals tan grans i per tant s'ha considerat que aquest cabal és només dues vegades el de la sortida.

Per calcular els cabals necessaris d'entrada s'utilitzen uns valors fixats de selectivitat i eficàcia d' H_2 , obtinguts a partir de les patents referenciades a la bibliografia.

El volum del reactor s'ha calculat a partir de la relació producció/volum obtinguda al document de C. Van de Moesdijk, obtenint un volum de 40 m^3 .

Pel càlcul del diàmetre de la columna s'ha tingut en compte la velocitat de circulació del gas ($0,1 \text{ m/s}$) en comptes de la del líquid ja que el cabal volumètric del gas és major (densitat més baixa) i la seva velocitat dins de la columna és més baixa que la del líquid. Per tant, si contant amb la recirculació es té un cabal de gas de $842,6 \text{ m}^3/\text{h}$, el diàmetre es calcula igualant les següents expressions.

$$A = \frac{Q}{v} \quad (1)$$

$$A = \pi \cdot \frac{D^2}{4} \quad (2)$$

Per tant, si $(1) = (2)$ i s'aïlla el diàmetre de l'equació, quedarà que

$$D = \sqrt{\frac{\pi}{4} \cdot \frac{Q}{v}}$$

On en les tres expressions v és la velocitat de circulació del gas a través del líquid i Q és el cabal volumètric d'entrada d'aquest gas.

Per tant surt que el diàmetre de la columna de bombolleig és de $1,73 \text{ m}$, que s'arrodoneix a 2 metres .

Un cop això i sabent l'àrea, es pot calcular l'alçada dividint el volum entre l'àrea, i surt que $h=12,7\text{m}$. Així doncs, la columna tindrà 13 metres d'alt (el volum de reacció és de 32 m^3 , per tant hi haurà un 20% d'espai buit per afavorir la separació dels gasos).

Un dels problemes de l'hidrogen és que no només realitza la reacció de formació d'hidroxilamina, sinó que també es consumeix a causa d'altres reaccions laterals. Per tant, es va perdent la selectivitat d'aquest respecte a la reacció principal i formant més N_2O a mesura que passa el temps a causa de les subreaccions. És per aquest motiu que s'ha d'anar afegint un agent promotor (GeO_2) a través d'unes dosis fixes. Llavors, si la concentració de N_2O a la sortida augmenta significa que la selectivitat del catalitzador disminueix i s'haurà d'afegir una dosi de l'agent promotor un cop superada una concentració d'aquest gas fixada.

Càlcul de la quantitat necessària de catalitzador

Inicialment la concentració de catalitzador al reactor és de 7.75 g/L i tenint en compte el volum de solució (80% del volum de la columna), es necessitarà un total de 248 Kg de catalitzador en total. El percentatge de pal·ladi al catalitzador correspon al 10% en massa d'aquest. A la posada en marxa, la quantitat de promotor (GeO_2) afegit és de 694 grams.

Segons la patent consultada a la bibliografia, el catalitzador de pal·ladi en suport de carboni es manté contínuament en circulació i es pot utilitzar durant els 300 dies d'operació anual sense addició de nou catalitzador o regeneració d'aquest. Tot i això, si no s'afegeix catalitzador, la selectivitat de la hidrogenació de nitrats cap hidroxilamina és redueix per la desactivació d'aquest catalitzador, produint-se més N_2O (impuresa formada en reacció lateral). A causa d'aquest fet, s'ha d'anar addicionant una quantitat de 44g de GeO_2 automàticament quan la producció fixada d'hidroxilamina no es pot aconseguir sempre i que la concentració de N_2O al gas de sortida sigui inferior al 0.2% en volum.

Al superar aquest límit establert de N_2O al corrent gasós de sortida (0.2% en volum de N_2O), s'addiciona catalitzador de pal·ladi en suport de carboni juntament amb el promotor (GeO_2) amb càrregues de 15 Kg de catalitzador i 44 g de GeO_2 cada vegada (aquesta acció es realitza a través d'un dosificador). D'aquesta manera s'augmenta de nou la selectivitat i es redueix el percentatge en volum de N_2O a la sortida del gas.

A la patent referenciada a la bibliografia estipula que per una producció de 46500 tones anuals d'hidroxilamina es necessiten 2900 Kg de catalitzador (Pd/C 10%wt) i 14,56 Kg GeO_2 que s'haurien d'anar afegint al llarg de 10 mesos de producció. En el cas d'aquest projecte, la producció anual d'hidroxilamina és de 14406,5 tones i per tant s'han d'afegir 900 Kg de

catalitzador i 4,51 kg de GeO_2 . Per tant la selectivitat de la hidrogenació del nitrat cap a hidroxilamina, es redueix del 85,7% (valor després de la posada en marxa) fins el 83.6%.

De tot l'hidrogen que no es consumeix i surt per la part superior de la columna, se'n recupera el 90% amb una puresa del 95% gràcies a l'equip FM-101.

11.4.2. Reactors d'oximació

Pel disseny d'aquests reactors s'ha seguit la patent descrita a la bibliografia com a model, on proposa una sèrie d'entre 3 a 6 reactors en sèrie seguits d'un decantador cada un, ja que es treballa amb una fase orgànica i una aquosa.

Pels reactors entren els dos reactius en contracorrent. Així doncs, pel primer reactor entra una fase aquosa amb hidroxilamina, i per l'últim entra una fase orgànica de toluè com a dissolvent amb ciclohexanona dissolta com a reactiu. Per tant, pel primer reactor entrarà el corrent orgànic provinent del segon decantador on hi haurà dissolt tot el producte format fins aquest punt (ciclohexanona oxima) i la ciclohexanona que quedi sense reaccionar.

De la mateixa manera, pel segon reactor entrarà el corrent aquós provinent del primer decantador on hi haurà dissolta l'hidroxilamina que encara no ha reaccionat i altres components que no participen en la reacció com per exemple l'àcid fosfòric, el dihidrogen fosfat d'amoni i el nitrat d'amoni.

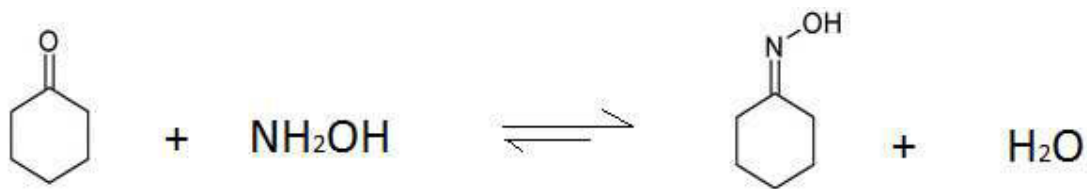
Abans de fer una simulació del sistema s'han hagut de fer diverses suposicions a partir de les quals començar a iterar:

- Es treballa amb una sèrie de 5 reactors isoterms a 95°C i 1 atm de pressió seguits d'un decantador cada un. Es treballa a aquesta temperatura perquè a 89°C es solidifica la ciclohexanona oxima i a 100°C s'evapora l'aigua.
- El volum de cada reactor és de 10 m^3 . Es podrà variar per obtenir la quantitat de producte desitjat.
- Tant la ciclohexanona com la ciclohexanona oxima tenen una major solubilitat en el toluè (fase orgànica) que en l'aigua. Tot i així també hi ha una certa quantitat d'aquests dos components que es dissol a la fase aquosa i, per tant, pel corrent aquós del decantador que entra al següent reactor també n'hi passarà una certa quantitat. Per tant es suposa que per aquest corrent hi hauran 0,38 Kg/h de ciclohexanona oxima i 44 Kg/h de ciclohexanona.

- Tota la hidroxilamina està dissolta en la fase aquosa, per tant tota la que no ha reaccionat entra al següent reactor a través d'aquest corrent.
- Els cabal volumètric de sortida de cada reactor és constant i el mateix per cada un.

Per una bona simulació del sistema, s'ha utilitzat el software MATLAB ja que permet canviar variables com les concentracions d'entrada o el volum dels reactors fins arribar a la conversió desitjada, i alhora es pot fer un seguiment de les variacions de les concentracions al llarg del temps fins a l'estat estacionari.

La reacció que es duu a terme en aquest sistema és la següent:



Tot i això, l'hidroxilamina està en forma de sal amb l'ió dihidrogenfosfat: $\text{NH}_3\text{OH} \cdot \text{H}_2\text{PO}_4$

Per tant, per cada mol d'hidroxilamina que reacciona es forma un mol d'àcid fosfòric ja que està en medi aquós.

Un cop s'ha realitzat la simulació fins a obtenir la conversió desitjada (variant el volum dels reactors per aconseguir diferents temps de residència), s'obté que es necessiten un total de 2 reactors de 21 m^3 cada un. El volum de reacció es sobredimensionarà un 15%, per tant pels càlculs de disseny dels reactors es partirà d'un volum de $24,15 \text{ m}^3$.

L'script de MATLAB utilitzat per fer aquesta simulació s'adjunta dins l'apartat d'apèndix d'aquest capítol.

Dimensions dels reactors

Els dos reactors tindran una geometria cilíndrica amb un capçal i un fons toriesfèrics. Així doncs es suposarà un diàmetre intern de 3 metres i una alçada lateral (del cilindre) de 3,5 metres per cada un dels reactors.

L'alçada del fons toriesfèric segueix una relació de 0,194 vegades el diàmetre del cilindre intern, així doncs es tindrà que $h_{\text{fons}} = D_i \cdot 0,194 = 0,582$ metres. Per tant, l'alçada total dels reactors serà la suma de l'alçada del cilindre més dos vegades l'alçada del fons toriesfèric ($H = 4,664$ metres).

El volum del fons toriesfèric segueix la següent relació, $V_F=0,1 \cdot Di^3$, per tant $V_F=2,7 \text{ m}^3$. El volum del cilindre es calcula com $V_{cil}=\frac{\pi}{4} \cdot Di^2 \cdot H_{cil} = 24,74 \text{ m}^3$. Així doncs el volum total és la suma del volum del cilindre més dos vegades el volum del fons toriesfèric ($V=30,14 \text{ m}^3$).

La fracció buida és aquell percentatge del reactor en la que no hi ha líquid de reacció. Normalment es deixa aquest espai com a seguretat per la formació de possibles gasos i per a una millor operació del reactor. Per el càlcul de la fracció buida s'utilitza la següent expressió:

$$\text{Fracció buida} = 1 - V_{\text{reacció}} / V_{\text{reactor}} = 0,1987 \approx 0,2$$

El diàmetre extern del reactor es calcula a partir de la suma del diàmetre intern més dues vegades el gruix de les parets del reactor. $D_{\text{ext}} = 3,022 \text{ metres}$.

El gruix del cilindre es troba explicat a l'apartat 11.1 d'aquest capítol.

A continuació es presenten les dimensions dels dos reactors a la taula resum 11.4.1.1.

Taula 11.4.2.1. Dimensions dels dos reactors d'oximació.

Diàmetre intern (m)	3
Gruix paret (m)	0,011
Diàmetre extern (m)	3,022
Alçada fons toriesfèric (m)	0,582
Alçada reactor (m)	4,664
Alçada lateral (m)	3,5
Àrea lateral	32,987
Volum reacció (m^3)	24,150
Volum reactor (m^3)	30,140
Fracció buida	0,199

Càlcul del balanç d'energia

Es considera que els dos reactors d'oximació són isoterms, per tant la temperatura d'entrada i sortida són iguals a 95°C . Per tant, el calor generat pel sistema ve donat per la reacció produïda ja que els productes que es formen no només absorbeixen l'energia que portaven els corrents d'entrada, si no que també una part de l'energia alliberada per la reacció.

Pel càlcul de l'energia alliberada, es fa servir la següent expressió:

$$q = -\frac{n_{KE}}{v_K} \cdot X_K \cdot [\Delta H_0^0 + \sum v_J \cdot \bar{c}_{p_J} \cdot (T_S - T_0)]$$

On:

- n_{KE} és el cabal molar del component clau, que en aquest cas és l'hidroxilamina.

- ν_K és el coeficient estequiomètric del component clau. Com que és un reactiu serà -1.

- X_K és la conversió del component clau. En aquest cas el que s'ha fet és restar els mols reaccionats amb els que no han reaccionat i s'ha treballat amb aquesta diferència. Per tant es pot considerar que la conversió és del 100% (1) ja que es fan els càlculs amb tota la hidroxilamina que ha reaccionat.

- ΔH_0^0 és l'entalpia estàndard de reacció. L'entalpia per la reacció d'oximació és de -42 KJ/mol

- ν_j és el coeficient estequiomètric associat a cada component de la reacció.

- $\overline{Cp}_j$ és la Cp associat a cada component.

- T_S és la temperatura de sortida del reactor, que és de 95°C.

- T_0 és la temperatura de referència, que és de 25°C.

Així doncs, el calor alliberat tant pel primer reactor com per el segon són respectivament:

$$Q_{R1} = -1368036,634 \text{ KJ/h}$$

$$Q_{R2} = -317776,9657 \text{ KJ/h}$$

Ja es pot veure que el primer reactor allibera una quantitat d'energia quatre vegades superior al segon, i això és perquè la major part de l'hidroxilamina reacciona al primer reactor i per tant l'energia que alliberarà la reacció serà molt major. Això implicarà una major refrigeració en el primer reactor per contrarestar aquest excés d'energia.

Càlcul del sistema de refrigeració per camisa de mitja canya

Per la refrigeració dels reactors normalment s'utilitza una camisa o un serpentí helicoïdal dins del tanc. El problema d'utilitzar un serpentí és que hi ha una possible precipitació de ciclohexanona oxima de la mescla sobre la superfície freda d'aquest ($T_f=86-89^\circ\text{C}$).

Tot i això, s'ha escollit un sistema de refrigeració de mitja canya enlloc d'una camisa completa perquè l'àrea de bescanvi de calor amb el primer és molt superior.

Primerament s'ha de trobar l'àrea requerida d'intercanvi de calor per eliminar tot el calor generat per cada reactor i deixar-los a una temperatura constant de 95°C. Per això es fa servir la següent expressió.

$$q = U \cdot A \cdot \Delta T_{ml}$$

On:

-q és el calor generat pel sistema.

-U és el coeficient global de transferència de calor. S'utilitza un valor de 500 W/m²·K per dimensionar una mica.

-A és l'àrea de bescanvi necessària per eliminar aquest calor produït.

$$-\Delta T_{ml} = \frac{(T_R - T_E) - (T_R - T_S)}{\ln\left(\frac{T_R - T_E}{T_R - T_S}\right)}$$

-T_R és la temperatura d'operació del reactor, és de 95°C.

-T_E és la temperatura d'entrada de l'aigua de refrigeració provinent de la torre (30°C).

-T_S és la temperatura de sortida de l'aigua de refrigeració (45°C).

Per tant, l'àrea d'intercanvi pels dos reactors respectivament és de A₁=13,29 m² i A₂= 3,088 m².

Tot i així aquesta àrea d'intercanvi no és del tot correcta ja que hi ha un espaiat entre voltes del serpentí, i també hi ha un gruix de les parets de la mitja canya que s'ha de comptabilitzar. Per tant s'ha de calcular l'àrea requerida real tenint en compte aquests paràmetres.

Primerament s'ha de calcular el cabal d'aigua refrigerant necessari a partir de la següent expressió:

$$q = m \cdot Cp \cdot (T_S - T_E)$$

On:

-m és el cabal d'aigua refrigerant en Kg/h.

Un cop calculat el cabal de refrigerant necessari en m³/h s'ha de calcular l'àrea de pas tot suposant una velocitat de circulació. Seguidament es calcula el diàmetre de la mitja canya aïllant-ho de la següent expressió:

$$A = \frac{\pi}{4} \cdot D^2$$

S'ha d'iterar amb la velocitat de circulació fins a trobar un diàmetre en polzades estàndard.

A continuació es calcula el factor d'eficàcia.

$$Factor\ d'eficàcia = \frac{D}{D + 2 \cdot Gr + Esp}$$

On:

-D és el diàmetre de la mitja canya calculat anteriorment.

-Gr és el gruix de la paret de la mitja canya. És un valor suposat de 0,002 metres.

-Esp és l'espaiat entre voltes. Es suposa un valor de 0,02 metres.

Per tant el factor d'eficàcia per la mitja canya corresponent a cada reactor és $Fe_1=0,76$ i $Fe_2=0,61$ respectivament.

El factor d'eficàcia corresponent al segon sistema de refrigeració és menor que el primer ja que el cabal d'aigua és menor i per tant el diàmetre de la mitja canya és més petit.

Així doncs, l'àrea requerida és la divisió entre l'àrea d'intercanvi calculada anteriorment i el factor d'eficàcia. Aquesta serà l'àrea real que es necessitarà com a mínim per poder bescanviar tot el calor que es genera. Val a dir que aquesta àrea ha d'esser més petita que l'àrea del reactor, si no s'ha de sobredimensionar.

Seguidament s'ha de fer el càlcul de l'àrea ocupada per la mitja canya, i s'ha de procurar que sigui com a mínim igual o més gran que l'àrea requerida.

$$A_{oc} = L \cdot D \cdot n + (n - 1) \cdot L \cdot Esp$$

On:

- A_{oc} és l'àrea ocupada per la mitja canya en m^2 .

-L és la longitud de cada volta. Es calcula multiplicant el diàmetre extern per pi.

-D és el diàmetre del serpentí en metres.

-n és el número de voltes del serpentí. És un valor que s'ha de suposar.

S'ha d'iterar suposant el nombre de voltes fins que l'àrea ocupada per la mitja canya sigui com a mínim igual a la requerida. Si el número resultant no és enter, s'augmenta.

L'alçada ocupada per la mitja canya es determina a partir de la següent expressió:

$$Alçada = n \cdot D + (n - 1) \cdot Esp$$

Aquesta alçada no pot ser superior a l'alçada del cilindre del reactor.

A continuació es mostra una taula resum amb les dades de les mitges canyes dissenyades per cada reactor.

Taula 11.4.2.2. Paràmetres de les mitges canyes per cada reactor.

Mitjacanya corresponent al primer reactor		Mitjacanya corresponent al segon reactor	
Àrea requerida (m ²)	18,95	Àrea requerida (m ²)	5,82
Diàmetre (polzades)	2,00	Diàmetre (polzades)	1,00
Nombre de voltes (n)	29	Nombre de voltes (n)	14
Àrea ocupada per la mitjacanya (m ²)	19,26	Àrea ocupada per la mitjacanya (m ²)	5,83
Alçada ocupada per la mitjacanya (m)	2,03	Alçada ocupada per la mitjacanya (m)	0,62

Un valor típic de l'alçada ocupada per la mitja canya és de 1 metre. Per tant en el cas del primer reactor s'haurà de dividir el sistema de refrigeració en dos mitges canyes, és a dir, cada una eliminarà la meitat del calor que es despèn.

A la taula 11.4.2.3 es mostren els paràmetres recalculats de la mitja canya del primer reactor. Els resultats que s'observen són els corresponents a 1 mitja canya, ja que l'altra és idèntica.

Taula 11.4.2.3. Paràmetres corresponents a una de les mitges canyes del primer reactor.

Mitjacanya corresponent al primer reactor	
Àrea requerida (m ²)	9,48
Diàmetre (polzades)	1,50
Nombre de voltes (n)	12
Àrea ocupada per la mitjacanya (m ²)	9,64
Alçada ocupada per la mitjacanya (m ²)	0,68

Com es pot observar, el diàmetre de la mitja canya ha disminuït ja que si no la velocitat de circulació del fluid disminuïa molt, i sempre s'han de mantenir dintre dels rangs típics.

11.4.3. Torre de destil·lació (TD-101)

Aquesta torre de destil·lació s'encarrega de separar la ciclohexanona oxima del toluè, la ciclohexanona i l'aigua, ja que aquesta primera és el reactiu de la reacció de Beckmann i no poden haver-hi impureses. El seu disseny s'ha efectuat amb el software HYSYS.

Així doncs, per una correcta simulació de la torre s'ha d'efectuar una destil·lació prèvia a través del Shortcut tenint en compte varies suposicions:

- La fracció molar del component lleuger (Toluè) al residu de la torre és de 0,001.
- La fracció molar del component pesat (ciclohexanona oxima) al destil·lat és de 0,001.

- La relació de reflux extern és de 3 (retorna a la columna 3 vegades el corrent total que surt pel destil·lat).

Un cop això, el Shortcut proposa un cert número de plats que hauria de tenir la columna, el plat de l'aliment i la temperatura de treball tant del condensador com la del reboiler.

A continuació es fa servir el mètode rigorós partint dels paràmetres aproximats extrets del Shortcut i variant-los fins aconseguir la separació desitjada.

Finalment s'estableix que la columna té 18 plats amb una eficiència del 80% cada plat, i l'entrada de l'aliment és al plat número 9 començant la numeració des de dalt cap a baix.

El diàmetre de la columna és de 1,676 metres i la distància entre els plats és de 0,6096 metres. Per tant l'alçada de la columna és de 10,97 metres.

Altres paràmetres com l'àrea activa dels plats, l'àrea total, l'àrea dels forats o el nombre dels mateixos es troben a la taula 11.4.3.1.

Taula 11.4.3.1. Dimensions i característiques de la columna.

Nº Plats	18
Gruix plats (m)	0,003175
Àrea plats (m ²)	1,917
Vol. Tot. Plats (m ³)	0,1096
Alçada Cil. (m)	10,97
Diàmetre int.Col (m)	1,676
Vol. Int. Cil (m ³)	24,202
Alçada fons (m)	0,325
Alçada tot (m)	11,620
V. tot (m ³)	25,143
V. tot. exterior (m ³)	25,649
Vol. Operació (m ³)	15,020
Àrea forat (m ²)	0,244
Nº Forats	13722,000

Tant pel capçal superior com pel fons de la columna s'ha considerat un fons toricsfèric i a l'hora de calcular l'alçada total de la columna se l'hi ha hagut de sumar aquestes dues alçades. El volum total de la columna considerant el gruix (8 mm) s'ha calculat tal i com s'ha explicat anteriorment amb el cas dels reactors d'oximació.

El volum del recipient s'ha calculat restant el volum considerant el diàmetre extern menys el volum considerant el diàmetre intern, i se l'hi ha sumat el volum ocupat per tots els plats. Per

calcular aquest últim volum simplement s'ha multiplicat el gruix de cada plat per la seva àrea, i tot això pel número de plats (18).

A l'hora de calcular el volum d'operació (en el cas d'un reactor seria el volum de reacció) s'ha de restar el volum total pel volum ocupat pels plats (així es tindria el volum total buit de la columna), i s'ha multiplicat per 0'6, és a dir, s'ha considerat que el volum d'operació de la columna és un 60% el volum total.

11.4.4. Stripping (ST-101)

La funció d'aquest equip és desabsorbir la ciclohexanona del corrent aquós per tal de minimitzar l'entrada d'aquest reactiu a la columna de bombolleig. A més, a l'stripper s'hidrolitza tan la hidroxilamina com la ciclohexanona oxima que han quedat sense reaccionar.

La ciclohexanona oxima s'hidrolitza a la vegada a ciclohexanona (que serà absorbida per la fase gas igual que la que ja venia) i a hidroxilamina, que juntament amb la que ja venia s'hidrolitzen formant amoníac. Aquest NH_3 és absorbit pel gas per solubilitats, i també surt de la columna en forma de vapor residual que després s'haurà de condensar i portar a la planta de tractament.

Igual que la torre de destil·lació, aquest equip s'ha dissenyat amb el software hyssys ja que permet una gran flexibilitat a l'hora de jugar amb les diferents variables de disseny, com el nombre de plats de la columna o la relacions de reflux de cues. A més també et facilita informació com per exemple l'energia que s'ha d'aportar a l'hora de dissenyar el reboiler.

Aquesta columna té 15 plats de contacte amb una eficiència del 80% cada un, pel que hi haurien unes 12 etapes d'equilibri. L'aliment entra pel primer plat en estat líquid a 95°C. Les pressions d'operació són de 1 bar pel capçal i de 3 bars pel reboiler, i les temperatures són de 99'44°C pel gas de sortida (s'haurà de condensar i portar a l'EDAR) i de 133°C al reboiler en el que part s'evaporarà i es recircularà, i una altra part continuarà com a corrent de procés en estat líquid.

Per dur a terme la hidròlisi abans comentada, s'han hagut d'utilitzar aquestes condicions de temperatures elevades (133°C) al reboiler. Però perquè a la sortida d'aquest estigui en fase líquida s'ha hagut d'augmentar la pressió fins a 3 atmosferes, que és la pressió d'equilibri per aquesta temperatura.

Els paràmetres geomètrics de la columna es poden veure a la taula 11.4.4.1.

Taula 11.4.4.1. Paràmetres geomètrics de la columna de stripping

Nº Plats	15
Gruix plats (m)	0,003175
Àrea plats (m ²)	0,7558
Vol. Pl. TOTAL (m ³)	0,0360
Alçada Cil. (m)	10,97
Diàmetre int.Col (m)	1,067
Vol. Int. Cil (m ³)	9,8090
Alçada fons (m)	0,2070
Alçada tot (m)	11,3840
V. tot (m ³)	10,0520
V. tot. exterior (m ³)	10,2849
Vol. Operació (m ³)	6,0096
Àrea forat (m ²)	0,0964
Nº Forats	5411

11.4.5. Tanc de mescla (RE-103)

Per aquest equip entren dos corrents, un d'àcid nítric al 60% wt a 25°C, i un altre corresponent al corrent aquós provinent de les cues de l'stripping a 96,97°C i a 3 bars de pressió.

S'ha suposat un temps de residència de 1h per tal que es consumeixi tot l'HNO₃ estequiomètric, per tant el volum de reacció serà de 40 m³.

Les dimensions del tanc es calculen de la mateixa manera que en el cas dels reactors d'oximació. A la taula 11.4.5.1 es poden veure les dimensions d'aquest equip.

Taula 11.4.5.1. Dimensions de l'equip RE-103

Diàmetre intern (m)	3,6
Gruix paret (m)	0,013
Diàmetre extern (m)	3,626
Alçada fons torisfèric (m)	0,698
Alçada reactor (m)	5,897
Alçada lateral (m)	4,5
Àrea lateral	50,894
Volum reacció (m ³)	40
Volum reactor (m ³)	55,136
Fracció buida	0,275

Seguit d'aquest equip hi ha la columna de bombolleig, i els corrents d'entrada d'aquesta han d'estar a les condicions d'operació d'aquesta ($T=68^{\circ}\text{C}$). Per mantenir la temperatura de sortida del tanc en aquestes condicions s'han realitzat dos estudis. En un primer cas s'estudia la possibilitat d'operar adiabàticament i posar un bescanviador de calor a la sortida, i en un segon cas es mira el cas de refrigerar el tanc amb una mitja canya i que la temperatura de sortida sigui la de la columna, estalviant-nos així el bescanviador.

Cas d'operar adiabàticament:

En aquest primer cas, el tanc s'ha d'aïllar i calcular-ne la temperatura del corrent de sortida, ja que hi ha dues entrades a diferents temperatures.

Per el càlcul de la temperatura de sortida s'utilitza la següent expressió:

$$T_s = \frac{\sum n_{jE} \cdot C_{p_j} \cdot T_{E1} + \sum n_{jE} \cdot C_{p_j} \cdot T_{E2} + \frac{n_{K1}}{v_K} \cdot X_K \cdot \Delta H^0}{\sum n_{jE1} \cdot C_{p_j} + \sum n_{jE2} \cdot C_{p_j}}$$

On:

- T_s és la temperatura del corrent de sortida de l'equip RE-103.
- T_{E1} i T_{E2} són les temperatures de la primera i segona entrada respectivament del tanc de mescla.
- n_{jE1} i n_{jE2} són els mols/h de cada component que entren al tanc per la primera i segona entrada respectivament.
- n_{K1} són els mols/h del component clau.
- X_K és la conversió d'aquest component clau.
- ΔH^0 és l'entalpia estàndard de reacció.
- C_{p_j} és la capacitat calorífica a pressió constant de cada component a les condicions de temperatura del corrent en el que es trobi.

Així doncs, la temperatura de sortida de l'equip RE-103 operant adiabàticament és de $T_s=85,5^{\circ}\text{C}$. El bescanviador que s'hauria de posar per baixar la temperatura de 85,5 a 68 graus seria bastant petit amb una àrea superficial requerida de $14,2 \text{ m}^2$.

Cas d'utilitzar una mitjacanya.

En aquest cas no es pot utilitzar només una mitja canya, ja que ocuparia més de 4 metres d'altura sobrepasant l'altura típica d'aquests sistemes de refrigeració. Per tant s'ha optat en dividir-la en 4 mitges canyes d'un metre d'altura cada una.

Taula 11.4.5.2. Paràmetres de disseny corresponents a la mitja canya de l'equip RE-103.

Mitjacanya corresponent al tanc de mescla	
Àrea requerida (m ²)	11,52
Diàmetre (polzades)	1,50
Nombre de voltes (n)	18
Àrea ocupada per la mitjacanya (m ²)	11,65
Alçada ocupada per la mitjacanya (m ²)	1,03

Les altres 3 mitges canyes són exactament iguals.

Per tant, veient que és possible utilitzar un sistema de refrigeració de mitja canya s'ha optat per aquesta opció, ja que d'aquesta manera el corrent de sortida ja pot entrar directament com a aliment al següent equip sense necessitat de cap tractament previ. A més, el bescanviador de carcassa i tubs considerat respon a un àrea superficial de bescanvi molt petita i no val la pena.

11.4.6. Decantadors (DE-101 i DE-102)

Als decantadors arriba el cabal provinent dels reactors RE-101 i RE-102 respectivament, que són de 52m³/h i de 51m³/h. S'ha considerat que un temps de residència de 30 minuts serà òptim per a la bona separació de les dues fases tenint en compte que són dos líquids de densitats diferenciades i immiscibles.

La morfologia de l'equip ha estat basada d'altres decantadors líquid-líquid (es pot observar en el full d'especificació). Com es tenia clar el volum que havia de emmagatzemar, 26m³, es van optimitzar les mesures perquè complissin els requisits dels decantadors de referència i pogués contenir aquest volum. El dimensionament ha estat calculat amb el programa AutoCad.

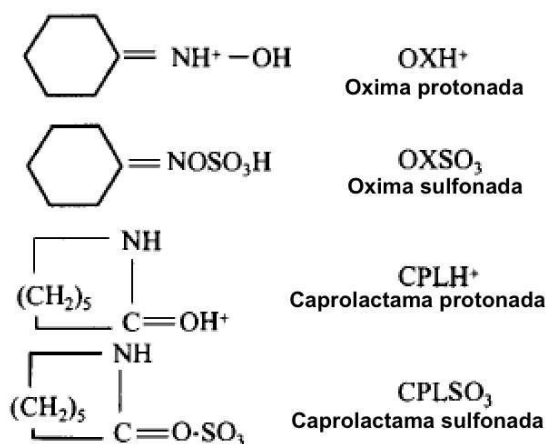
Les boques de sortida han estat col·locades al costat oposat a l'entrada de l'aliment, estant la de la fase aquosa a la base inferior i la sortida de la fase orgànica al lateral, a la part superior, com no podria ser d'una altra manera.

11.4.7. Reactor transposició de Beckmann (RE-201, RE-202 I RE-203)

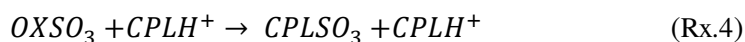
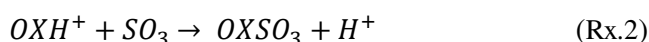
El disseny del sistema de reactors per a realitzar el pas de ciclohexanona oxima a caprolactama s'ha fet seguint la distribució plantejada en la patent WO 2004/103963 i la cinètica de reacció de l'article Estimation of kinetics paràmetres of Beckmann rearrangement of cyclohexanoneoximeusing genètic algorithm.

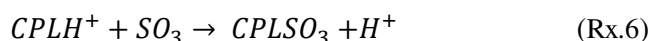
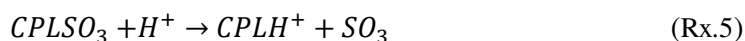
Així doncs, s'ha dissenyat el sistema de tres reactors isoterms amb recirculació i refredament intermig fent servir el software MATLAB. La decisió d'utilitzar aquest programa es basa en el fet que amb aquest software es poden monitoritzar els canvis de concentració de les diferents espècies fins assolir l'estat estacionari. Un altre fet a favor del seu ús es la gran versatilitat que presenta el MATLAB i el fet de que possibilita la optimització del disseny ja que permet un gran quantitat de canvis.

Seguidament, s'ha decidit mostrar el mecanisme cinètic proposat segons l'article per tal de comprendre millor l'elevada complexitat del sistema de reacció. Les diferents espècies que componen el mecanisme de reacció es mostren a continuació juntament amb la nomenclatura utilitzada en les diferents reaccions.



Mecanisme de reacció:





Els protons i les molècules de SO_3 mostrats en les sis reaccions anteriors s'alliberen al barrejar l'òleum amb la corrent de ciclohexanona oxima o amb la barreja de reacció provinent de la recirculació del primer reactor.

Per tal de dimensionar els equips necessaris s'ha fixat un volum de reacció i una temperatura d'operació en els diferents reactors i emprant un sistema d'equacions diferencials s'ha analitzat l'evolució de les diferents espècies fins a assolir l'estat estacionari. Així doncs s'han anat modificant les característiques del sistema de tres reactors per tal d'aconseguir la màxima conversió. En tots els reactors s'ha anat variant la raó de recirculació per tal d'obtenir un temps de residència al voltant dels vint minuts, que és el valor recomanat per la bibliografia.

Finalment, es realitza l'estudi del balanç d'energia per tal de dimensionar els equips de refrigeració i comprovar que els volums de reacció obtinguts mitjançant MATLAB no suposen un problema per a la operació segura. L'Script de MATLAB utilitzat per a realitzar els càlculs s'ha adjuntat a la carpeta d'Annexos del CD.

- **Dimensions dels reactors**

Tenint en compte els resultats obtinguts amb MATLAB i els del balanç de matèria els volums i raons de recirculació dels tres reactors es mostren en la Taula 11.4.7.1.:

Taula 11.4.7.1. Volums de reacció i raons de recirculació.

Equip:	Volum	Raó de recirculació:
RE-201	12.8	0.81
RE-202	5	0.43
RE-203	5	0.37

Un cop fixats els volums de reacció cal dimensionar els reactors, tots tres equips tindran el mateix tipus de disseny, reactor cilíndric amb fons toriesfèric, essent les dimensions dels reactors 202 i 203 idèntiques. Per al disseny dels gruixos dels reactors es segueix el mètode de càlcul mostrat en l'apartat 11.1. tenint present que aquests equips treballen a pressió atmosfèrica o endògena.

- **Disseny mitja canya**

El càlcul per al disseny de les mitges canyes queda especificat en l'apartat 11.4.2. i al aplicar-lo a aquests reactor s'obtenen els sistemes d'intercanvi de calor que es mostren en la següent taula:

Taula 11.4.7.2. Característiques de les mitges canyes dels reactors 201, 202 i 203.

Equip:	Nombre de voltes	Nombre de mitges canyes	Alçada ocupada per mitja canya (m)	Calor bescanviat (kJ/h)	Cabal d'aigua refrigerant (m³/h)
RE-201	15	2	1.042	740000	11.75
RE-202	10	2	0.688	335000	5.32
RE-203	10	2	0.688	335000	5.32

- **Càlcul de l'agitador**

Per al dimensionament d'un agitador cal tenir en compte els requeriments de cada aplicació, és a dir, s'ha de tenir en compte si el que es requereix es una homogeneïtzació suau o una bona agitació. Un cop es coneix el tipus d'agitació requerida, les propietats del fluid (viscositat i densitat) i les característiques del sistema (volum de líquid i nombre de pales) es pot començar la iteració que té com a objectiu obtenir un temps d'agitació determinat. El temps d'agitació determina si es tracta d'una agitació (1-2 min.) o una homogeneïtzació (5-10 min.).

El primer pas consisteix en fixar el tipus d'hèlix, un diàmetre i una velocitat de gir d'aquesta. Amb aquestes dades hom pot calcular el Reynolds d'agitació emprant la següent fórmula:

$$Re = \frac{\rho \cdot v \cdot D}{\mu}$$

On:

ρ : Densitat en Kg/m³

v: velocitat

D: Diàmetre impulsor en metres

μ : és la viscositat del fluid expressada en (Kg/m·s)

Un cop tenim el Reynolds es llegeix el nombre de potència assignat a cada tipus de hèlix en les gràfiques proporcionades pel fabricant de l'agitador. Cal esmentar que per motius de confidencialitat no es poden mostrar les taules proporcionades per INOXMIMGRUP S.L..

$$Np = \frac{P}{\rho \cdot N^3 D^5}$$

On:

P: Potència consumida en Watts

Np: Nombre de potència

N: velocitat de gir en rad/s

Per exemple, si es treballa en règim d'agitació turbulent amb un hèlix de tipus GAMMA el nombre de potència és de 0.24. Coneixent aquest valor i fixant un nombre de revolucions per minut de l'hèlix es pot conèixer la potència requerida per a proporcionar el grau d'agitació fixat.

Exemple de càlcul:

A la hora de dimensionar l'agitador del reactor 201 cal tenir en compte que es té un volum d'operació de 12.8 m^3 , una densitat de 1478.8 kg/m^3 i una viscositat de 2.3 cP. Ara bé, per tal d'assegurar el correcte funcionament de l'equip es calcular la potència d'agitació necessària per a agitar un volum de 14 m^3 d'un fluid amb una viscositat de 10 cP.

Considerant que es té un equip amb un diàmetre de 2.5 metres i que l'agitador d'aquest equip es troba descentrat es fixa un diàmetre de hèlix de 900 mil·límetres amb una velocitat de gir de 150 revolucions per minut per tal d'obtenir un elevat grau d'agitació. Aplicant la fórmula del nombre adimensional de Reynolds s'obté que en aquest cas el valor és de 1889925.7.

Així doncs, es treballa en règim turbulent i per tant el nombre de potència s'haurà de llegir en aquesta zona. El tipus de hèlix emprat en aquest equip és la GAMMA que genera un flux radial i axial amb un elevat cabal d'agitació, el nombre de potència emprat en aquest càlcul és de 0.24 i s'obté una potència requerida de 3.73 kW, per tant, cal com a mínim un motor de 4 kW. En aquest cas el nombre d'agitació obtingut és de 0.93 min que correspon al temps necessari per a desplaçar tot el volum del reactor i que es troba directament relacionat amb el cabal d'agitació.

11.4.8. Reactors de neutralització (RE-301, RE-302 i RE-303)

El reactor RE-301 rep la mescla provinent del RE-203 de la transposició de Beckmann. Aquest reactor s'ha dissenyat amb les dimensions necessàries per suportar la mescla que prové de la zona 200 i la recirculació de les aigües mare del cristal·litzador CR-402, amb un cabal de $231,35 \text{ m}^3/\text{h}$ i amb un temps de residència de 5 minuts, temps suficient conjuntament amb un agitador, per tal d'homogeneïtzar la mescla. La principal raó per la qual s'utilitzen les aigües mares és per aconseguir que la part d'òxid de sofre de l'òleum de la mescla reaccionï amb l'aigua per formar àcid sulfúric, la qual és una reacció molt ràpida.

L'expressió utilitzada per calcular el volum del reactor és la següent:

$$\tau = \frac{V}{Q}$$

En primer lloc, es tracta d'un reactor que opera a 100°C i a pressió atmosfèrica. Per aquest fet, i pel fet que conté àcid sulfúric en el seu interior, altament corrosiu, el reactor serà d'acer inoxidable AISI 304 L i anirà esmaltat.

Per tal de mantenir la temperatura a 100°C es realitza una recirculació de la mescla per alliberar, amb un bescanviador, la calor generada per la reacció. En aquesta recirculació es baixa la temperatura de 100°C (temperatura d'operació) a 90°C. Aquest salt tan petit de temperatura es deu al fet que si descendís molt, el sulfat amònic dissolt en el medi podria precipitar. Per aquest motiu la recirculació és tan gran, per complir el balanç d'energia.

La metodologia de càlcul del balanç energètic es basa en els mateixos fonaments que han estat explicats en l'apartat 11.4.2.

En el balanç s'ha tingut en compte l'entalpia de reacció, l'entalpia de dissolució de l'àcid sulfúric i la temperatura d'entrada i sortida dels cabals tenint en compte la seva composició i les Cp de cada component. Les dades nomenades i les equacions de reacció es mostren en l'apartat 11.8. de l'Apèndix.

Com l'aigua utilitzada per reaccionar amb el SO₃ és l'aigua mare procedent del CR-402 s'ha hagut de calcular quanta seria necessària per poder dissoldre la sal que estava en l'aigua que ha reaccionat, jugant amb la solubilitat a diferents temperatures. D'aquesta manera l'estalvi en aigua és important i s'estalvia en la despesa del tractament d'aquesta aigua, abaratint així el cost del producte final.

Per tal de dimensionar el RE-302 s'ha utilitzat l'expressió esmentada en aquest apartat, de forma que s'ha suposat un temps de residència de 10 minuts per a que es realitzi la neutralització de l'àcid sulfúric amb l'amoníac mesclat prèviament en el RE-303. El RE-302 requereix un volum de 17,37 m³ degut a que el cabal d'entrada és de 92,1 m³/h, que requerirà també la recirculació de part de la mescla per tal de controlar la temperatura del seu interior a 100°C que igual que en el RE-301 la recirculació és baixa a 90°C pels mateixos motius.

Per poder mantenir la temperatura al RE-302 s'ha realitzat el balanç d'energia i s'ha tingut en compte l'entalpia de reacció de l'àcid sulfúric amb l'amoníac i les entalpies dels cabals tant a les entrades com en les sortides tenint en compte la composició i els Cp de cadascú dels components en la proporció que és troben. Les dades i reaccions implicades en aquest apartat es poden observar en l'apartat 11.8. de l'Apèndix.

Per últim, es dimensiona el RE-303 garantint un temps de residència de 10 minuts i operant amb un cabal d'entrada de $44,26 \text{ m}^3$, amb els quals s'obté un volum d'operació de $9,45 \text{ m}^3$. Per a aquest reactor s'han dissenyat dos recirculacions. Una és per a què tot l'amoníac gas que no s'ha aconseguit dissoldre al mesclador estàtic previ recirculi a la part inferior del reactor i que mitjançant difusors i gràcies al Reynolds que forma l'agitador es dissolgui completament.

El mesclador estàtic esmentat amb anterioritat consta d'un metre de longitud amb deu mitges llunes (dades especificades pel proveïdor basats en els nostres requeriments).

La segona recirculació és imprescindible per poder mantenir el reactor isotèrmic igual que en els dos altres reactors de la zona. En aquest cas, la temperatura d'operació és de 20°C , temperatura necessària per a una bona dissolució del gas. Amb motiu de la seva dissolució i l'entrada d'aigua a 35°C es produeix una exotèrmia que cal eliminar per a la correcta operació del reactor. La recirculació que surt a 20°C es refredarà fins a 10°C per complir amb el balanç energètic. Al càlcul de l'esmentat balanç s'ha tingut en compte les C_p dels components d'entrades i sortides juntament amb les seves proporcions màssiques i temperatures. Les dades nomenades es mostren en l'apartat 11.8. de l'Apèndix. La metodologia del balanç d'energia és similar a l'especificada en l'apartat 11.4.2.

Cal destacar que, que no hagi de suportar grans pressions permet definir els dos fons del tanc del tipus torisfèric i, tal i com s'ha esmentat en l'apartat 11.4.2. es realitzarà el càlcul del gruix amb el mètode ja detallat.

Per últim, les raons de recirculació, ja sigui per mantenir la temperatura a 100°C o 20°C , es mostren a la taula 11.4.8.1.

Taula 11.4.8.1. Raons de recirculació dels reactors.

Reactor	Volum	Raó de recirculació
RE-301	9,45	0,8
RE-302	17,37	0,9
RE-303	22,75	0,77

El càlcul per saber el tipus d'agitador necessari, tenint el Reynolds que es vol produir queda especificat en l'apartat 11.4.7.

11.4.9. Decantador (DE-401)

A aquest decantador arriba el cabal provinent del reactor RE-302, que és de 22m³/h. S'ha considerat, igual que en els DE-101 i DE-102, que un temps de residència de 30 minuts serà òptim per a la bona separació de les dues fases tenint en compte que són dos líquids de densitats diferenciades i immiscibles.

La morfologia de l'equip ha estat basada d'altres decantadors líquid-líquid (es pot observar en el full d'especificació). Com es tenia clar el volum que havia d'emmagatzemar, 26m³, es van optimitzar les mesures perquè complissin els requisits dels decantadors de referència i pogués contenir aquest volum. El dimensionament ha estat calculat amb el programa AutoCad.

Les boques de sortida han estat col·locades al costat oposat de l'entrada de l'aliment estant la de la fase aquosa a la base inferior i la sortida de la fase orgànica al lateral, a la part superior, com no podria ser d'una altra manera.

11.4.10. Columnes de extracció (EX-401 y EX-402)

Les columnes d'extracció han estat dissenyades per poder separar la caprolactama de l'aigua, per això s'utilitza toluè com a dissolvent de la caprolactama. S'ha decidit que sigui el toluè el medi extractor davant del benzè, perquè és menys cancerigen que el segon tot i que aquest sigui un millor dissolvent per a la caprolactama.

S'ha dissenyat utilitzant un diagrama ternari amb els equilibris entre la fase aquosa i la fase orgànica tenint en compte els quatre components que estan presents: caprolactama, toluè, aigua i sulfat amònic. Degut a que l'equilibri és entre aquests quatre components i el diagrama és ternari, es va decidir recalculat l'equilibri exclouent el sulfat amònic ja que no pot estar present en el toluè i el total de la sal estarà dissolt en l'aigua. Les dades d'equilibri han estat extretes de la tesi Caprolactam extraction in a pulsed disc and doughnut column with a benign mixed solvent. A continuació es mostren a les taules les dades dels equilibris quaternaris i els equilibris ternaris recalculats així com la figura 11.4.10.4. on s'observa gràficament l'equilibri de la caprolactama per a les dues fases.

Taula 11.4.10.1 Equilibri quaternari fase aquosa.

Aigua	Caprolactama	Sulfat d'amoni	Toluè
60,98	0,10	38,92	0,00
60,56	0,13	39,30	0,01
60,56	0,16	39,27	0,02
56,97	0,26	42,77	0,00
56,24	0,39	43,35	0,01
59,03	0,57	40,39	0,00
59,42	0,73	39,82	0,03
58,06	0,78	41,13	0,03

Taula 11.4.10.2 Equilibri fase orgànica.

Aigua	Caprolactama	Toluè
0,06	0,48	99,46
0,07	0,97	98,96
0,08	1,37	98,54
0,18	4,26	95,56
0,37	8,86	90,77
0,51	10,92	88,57
1,46	21,77	76,77
3,1	32,22	64,68

Taula 11.4.10.3 Equilibri recalculat fase aquosa.

Aigua	Caprolactama	Toluè
99,84	0,16	0,00
99,77	0,21	0,02
99,70	0,26	0,03
99,55	0,45	0,00
99,29	0,69	0,02
99,04	0,96	0,00
98,74	1,21	0,05
98,62	1,32	0,05

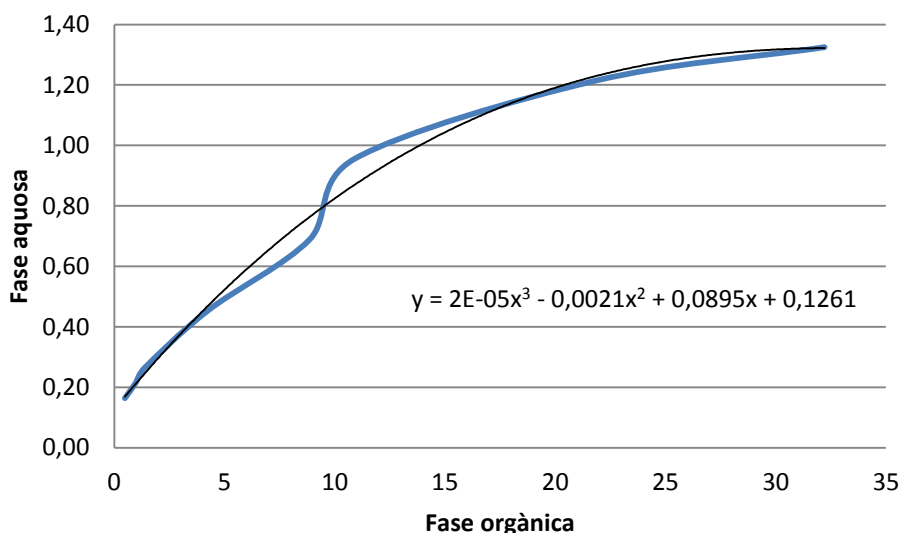


Figura 11.4.10.1. Equilibri de caprolactama per a les diferents fases

Un cop l'equilibri està recalculat, se sap la composició de l'aliment, la composició del residu i la composició d'entrada i sortida de l'extractor, aquestes dades s'usen mitjançant el diagrama ternari i els balanços de matèria pertinents per tal de poder calcular el nombre d'etapes que ha de tenir cadascuna de les columnes. Handbook of Solvent Extraction

En el cas de la columna EX-402, al tenir dues entrades d'extractor en plats diferents, s'ha suposat que la suma d'aquests cabals entra per baix sent aquest l'únic extractor. D'aquesta manera s'està sobredimensionant lleument.

Pel dimensionament de les dues columnes, les mesures s'han extrapolat de les dimensions que s'han obtingut de la torre d'extracció EX-403 (explicada a continuació). Aquesta columna es dimensiona amb Hysys, programa que et facilita les dimensions que ha de tenir a més del nombre d'etapes.

Si es dimensionessin aquestes columnes amb el programa Hysys, forma per la qual seria molt més fàcil, aquestes estarien molt sobredimensionades ja que aquest programa no admet compostos iònics i la caprolactama és molt soluble en aigua en absència del sulfat amònic pel que caldria una quantitat molt sobredimensionada de toluè per poder extreure la caprolactama de l'aigua.

11.4.11. Columna de extracció (EX-403)

En aquest cas l'aliment és el toluè que ha servit d'extractor en les dues columnes anteriors i conté la caprolactama dissolta. La finalitat en aquest cas és extreure amb aigua aquest compost per poder reutilitzar el toluè a les columnes d'extracció prèvies i obtenir la caprolactama pura.

A causa de que l'aigua és pura i no conté cap compost iònic, el seu càlcul s'ha dut a terme amb el programa Hysys amb el qual s'obté el dimensionament de la torre més del número d'etapes.

Cal que per poder dimensionar coneguis les proporcions i quantitats dels corrents d'entrada ja que seran els paràmetres que hauràs d'introduir perquè et retorni les especificacions.

Com que no es coneix des d'un principi la quantitat d'aigua per extreure la caprolactama necessària del toluè, es juga amb aquesta dada fins que la sortida de l'extracte sigui la desitjada.

A les figures següents es mostren les dades obtingudes del programa Hysys per als paràmetres introduïts.

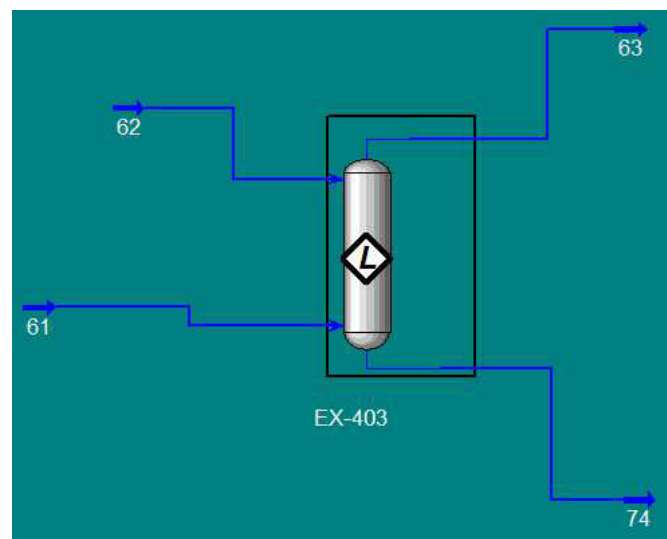


Figura 11.4.11.1 Torre EX-403 i les seves corrents

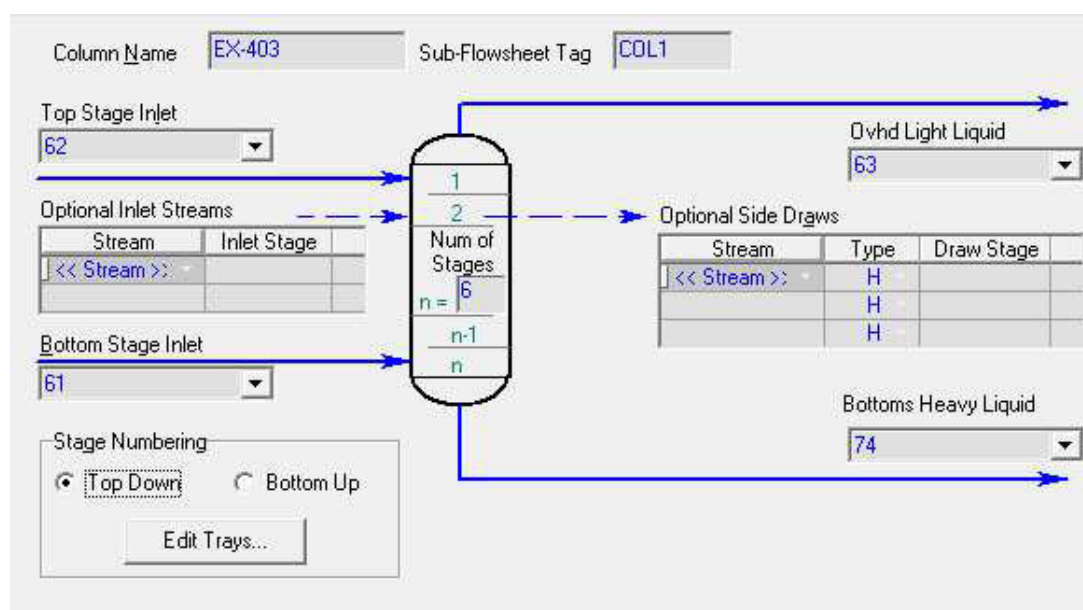


Figura 11.4.11.2 Nombre de etapes teòriques y connexions

Name	62	61	74	63
Molecular Weight	18,02	96,25	26,06	92,17
Molar Density [kgmole/m3]	53,08	8,784	14,64	8,592
Mass Density [kg/m3]	956,2	845,4	381,5	792,0
Act. Volume Flow [m3/h]	11,69	33,16	46,30	27,21
Mass Enthalpy [kJ/kg]	-1,554e+004	-426,2	-1,081e+004	246,8
Mass Entropy [kJ/kg-C]	1,195	-0,2463	0,9589	-0,4651
Heat Capacity [kJ/kgmole-C]	75,52	182,0	86,82	175,2
Mass Heat Capacity [kJ/kg-C]	4,192	1,891	3,332	1,901
LHV Vol Basis (Std) [MJ/m3]	0,0000	3,693e+006	2,860e+005	3,773e+006
HHV Vol Basis (Std) [MJ/m3]	4,101e+004	3,869e+006	3,426e+005	3,937e+006
HHV Mass Basis (Std) [kJ/kg]	2276	4,020e+004	1,315e+004	4,271e+004

Figura 11.4.11.3 Característiques de les corrents

Feeds		
	2	1
Flow Rate (kg/h)	1,117360e+0	2,803700e+0
H2O (kg/h)	1,117360e+0	0,0000
Toluene (kg/h)	0,0000	2,159313e+0
Caprolactam (kg/h)	0,0000	6,443868e+0
Products		
	3	4
Flow Rate (kg/h)	2,154789e+0	1,766271e+0
H2O (kg/h)	0,3008	1,117330e+0
Toluene (kg/h)	2,150208e+0	91,0491
Caprolactam (kg/h)	45,5038	6,398364e+0

Figura 11.4.11.4 Composicions dels corrents

Tray Section Sizing	
Tray Section	TS-1
Tray Diameter [m]	1,500
Weir Height [m]	5,000e-002
Weir Length [m]	1,200
Tray Space [m]	0,5000
Tray Volume [m3]	0,8836

Figura 11.4.11.5 Dimensions de la columna

11.4.12. Intercanvi iònic (IE-401, IE-402, IE-403 i IE-404)

Per portar a terme l’intercanvi iònic dels ions presents a la solució es seleccionen les resines següents:

Amberlyst A26OH: Resina utilitzada per poder intercanviar el anions sulfat per hidroxils.

Les característiques de la resina es presenten en la figura següent:

Suggested Operating Conditions	
Maximum operating temperature	120 °C (250 °F)
Minimum bed depth	600 mm (24 inches)
Service flow rate	1 to 4 BV ² /h (0.125 to 0.5 gpm/ft ²)
Operating flow rate	1 to 4 BV/h
Regenerant concentration	1 N NaOH
Regenerant flow rate	1 to 4 BV/h
Rinse water requirement	4 to 10 BV (50 to 75 gal/ft ²)
PROPERTIES	
Physical form	Tan opaque spherical beads
Ionic form as shipped	Hydroxide (OH)
Concentration of active sites ⁽¹⁾	≥ 0.80 eq/L
Moisture holding capacity ⁽¹⁾	66 to 75 % (OH form)
Shipping weight	675 g/L (42.1 lbs/ft ³)
Particle size	
Uniformity coefficient	≤ 1.45
Harmonic mean size	0.560 to 0.700 mm
Nitrogen BET	
Surface area	90 m ² /g
Average pore diameter	290 Å
Total pore volume	0.20 ml/g
Shrinkage	Water to acetone : 34 %
⁽¹⁾ Continuous pulse	
Test methods are available on request.	

Figura 11.4.12.1 Característiques de la resina

Amberlyst 15WET: Resina utilitzada per poder intercanviar els cations d’amoni per hidrogen

Les característiques de la resina es presenten en la figura següent:

PROPERTIES

Physical form _____	Opaque beads
Ionic form as shipped _____	Hydrogen
Concentration of active sites ^[1] _____	≥ 1.7 eq/L
	≥ 4.7 eq/kg
Moisture holding capacity ^[1] _____	52 to 57 % (H ⁺ form)
Shipping weight _____	770 g/L (48 lbs/ft ³)
Particle size	
Uniformity coefficient _____	≤ 1.70
Harmonic mean size _____	0.600 to 0.850 mm
Fine contents ^[1] _____	< 0.355 mm : 1.0 % max
Coarse beads _____	> 1.180 mm : 5.0 % max
Nitrogen BET	
Surface area _____	53 m ² /g
Average pore diameter _____	300 Å
Total pore volume _____	0.40 ml/g
Shrinkage _____	Water to methanol : 5 %
	Water to MTBE : 9 %
	Water to hexane : 22 %
	Water to dry : 37 %

^[1] Contractual value

Suggested Operating Conditions

pH range _____	0 to 14
Maximum operating temperature _____	120 °C (250 °F)
Minimum bed depth _____	1000 mm (39 inches)
Service flow rate _____	1 to 40 BV/h (0.125 to 5 gpm/ft ³)
Regenerants _____	HCl H₂SO₄
Flow rate (BV/h) _____	4 to 8 4 to 8
Flow rate (gpm/ft ³) _____	0.5 to 1.0 0.5 to 1.0
Concentration (%) _____	4 to 10 1 to 5
Level (g/L) _____	40 to 100 40 to 200
Level (lbs/ft ³) _____	2.5 to 6 2.5 to 12
Minimum contact time _____	30 minutes
Slow rinse _____	2 BV (15 gal/ft ³) at regeneration flow rate
Fast rinse _____	2 to 4 BV (15 to 30 gal/ft ³) at service flow rate

Figura 11.4.12.2 Característiques de la resina

- **Columna intercanvi aniónic**

Primer s'ha de calcular el volum necessari de resina aniònica en aquest cas s'utilitzarà com s'ha comentat anteriorment la resina Amberlyst A26OH.

Com s'explica anteriorment s'ha suposat que una quantitat de 250 ppm de (NH₄)₂SO₄

La composició de la solució a tractar a l'entrada de la columna es la següent.

Anions	mg (NH ₄) ₂ SO ₄ / l
SO ₄ ⁻²	68.3

Taula 11.4.12.3 Composició de la solució

El caudal màxim d'aigua, pel qual s'ha dissenyat la columna d'intercanvi aniònica es la següent:

$$Q = 17.5 \frac{m^3}{h} = 17500 \frac{dm^3}{l}$$

Per aquest caudal d'entrada la càrrega aniònica (CA) serà:

$$CA = 68.3 \frac{mg}{l} = 1.03 \frac{meq}{l}$$

Es toma com un temps de duració per cada cicle d'operació, 24 hores (tc).

- Capacitat operativa (C_{op})

A partir de les dades anteriors es pot calcular la oferta iònica(OI)

$$OI = CC \cdot Q \cdot tc = 1.03 \cdot 10^{-3} \left(\frac{eq}{l} \right) \cdot 17500 \left(\frac{l}{h} \right) \cdot 24 \left(\frac{h}{cycle} \right) = 432.35 \frac{eq}{cycle}$$

Amb la capacitat operativa (C_{op}) de la resina recomanat pel fabricant es podrà calcular el volum de resina (V_R)

$$C_{op} \geq 0.8 \frac{eq}{l}$$

$$S'escull una C_{op} = 1 \frac{eq}{l}$$

Amb les dades de la OI i la capacitat operativa, es pot obtenir el volum de la resina.

$$V_R = \frac{OI}{C_{op}} = \frac{432.35 eq}{1 \frac{eq}{l}} = 432.35 l$$

Per assegurar que el volum de resina es suficient per poder intercanviar els anions es sobredimensiona un 10% el volum obtingut. Per tenir un volum exacte de resina aniònica, s'ha de saber que el fabricant distribueix la resina en sacs de 25 litres, per tant el valor obtingut s'arrodoneix.

$$V_R = 432.35 (l) \cdot 10\% = 475.6 l \rightarrow \text{sacs 25 litres} \rightarrow 500 \text{ litres}$$

Per tant el volum de resina aniònica finalment es de:

$$V_R = 500 l$$

Un altre dada necessària de conèixer es la capacitat instal·lada (C_{ins}), aquesta capacitat ve determinada pel volum de la resina i la capacitat operativa.

$$C_{ins} = V_R \cdot C_{op} = 500 (l) \cdot 1 \left(\frac{eq}{l} \right) = 500 \frac{eq}{cicle}$$

- Dimensionament de la columna

Es mostraran els càlculs necessaris per poder dimensionar la columna d'intercanvi aniónic.

1. Diàmetre de la columna (D_{int}): aquesta dada s'iterarà fins que l'alçada del llit compleixi els requisits que facilita el fabricant. El diàmetre establert es de 1 m.
2. Àrea de pas de la columna (A):

$$A = \pi \cdot \frac{D_{int}^2}{4} = 0.785m^2$$

3. Altura del llit (h_l):

$$h_l = \frac{V_R}{A} = \frac{0.5m^3}{0.785m^2} = 0.64m > 0.6m$$

4. Expansió màxima (E_{max}): per indicacions del fabricant, aquesta expansió es del 10%.

$$E_{max} = h_l \cdot 10\% = 0.127m$$

5. Altura del llit expandit (h_{le}):

$$h_{le} = h_l + E_{max} = 0.764m$$

6. Volum resina inert (V_I): per recomanacions del fabricant el volum serà 0.6 m³.

7. Altura resina inert (h_i):

$$h_i = \frac{V_I}{A} = \frac{0.6m^3}{0.785m^2} = 0.764m$$

8. Altura de la zona lliure (Freeboard)(h_{FB}): es toma com a valor bibliogràfic un h_{FB} de 23 mm.

9. Altura cilíndrica de la columna (h_{cil}): es la suma de totes les altures anteriors:

$$h_{cil} = h_{le} + h_i + h_{FB} = 1.57m$$

10. Velocitat de flux (v):

$$v = \frac{Q}{A} = \frac{17.5 \left(\frac{m^3}{h} \right)}{0.785m^2} = 22.2 \frac{m}{h} = 0.006 \frac{m}{s}$$

11. Volum del llit (Bed Volume) (BV): el volum que ocupen els dos tipus de resines dins la columna:h

$$BV = (h_{le} + h_i) \cdot A = (0.764m + 0.764m) \cdot 0.785m^2 = 1.2m^3$$

A continuació es mostra en la taula 11.4.12.4. les dades de les dimensions de la columna d'intercanvi aniónic.

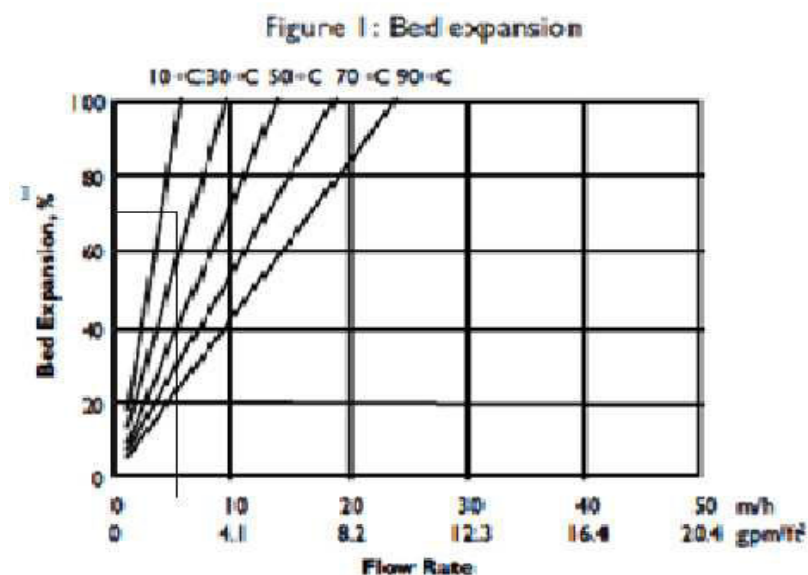
11.4.12.4 Dimensions de la columna

Diàmetre columna (D_{int})	1 m
Àrea pas columna (A)	0.785 m ²
Alçada llit (h_l)	0.64 m
Alçada llit expandit (h_{le})	0.764 m
Alçada llit inert (h_i)	0.764 m
Alçada freeboard (h_{FB})	0.023 m
Alçada cilíndrica columna (h_{cil})	1.57 m
Volum resina inert (V_l)	0.6 m ³
Volum llit (BV)	1.2 m ³

- Disseny procés regeneració

1. Compactació del llit

El fabricant facilita la figura 11.4.12.5. la qual mostra la velocitat de rentat a contracorrent amb aigua de xarxa, de la resina Amberlyst A26OH en funció de la expansió del llit i la temperatura. S'agafa un percentatge d'expansió del 70% a un temperatura de 25°C.



11.4.12.5 Velocitat de rentat de la resina aniònica en funció de la temperatura i la expansió del llit.

$$v_{compact} = 6 \frac{m}{h}$$

El fabricant recomana un temps de compactació (t_{comp}) de 30 min.

Amb els valors anteriors es pot calcular el cabal de compactació (Q_{comp}) i el volum d'aigua (V_{comp}) necessària per realitzar la compactació del llit.

$$Q_{comp} = v_{compact} \cdot A = 6 \frac{m}{h} \cdot 0.785 m^2 = 4.7 \frac{m^3}{h} = 0.0013 \frac{m^3}{s}$$

$$V_{comp} = Q_{comp} \cdot t_{comp} = 4.7 \frac{m^3}{h} \cdot 0.5 h = 2.4 m^3$$

2. Quantitat de regenerant

Amb la oferta iònica (OI) obtinguda anteriorment per cicle, sobredimensionem el valor de OI perquè la quantitat de regenerant sigui suficient per regenerar la resina de forma eficient.

$$OI_{exc} = 432.35 \frac{eq}{cicle} \cdot 10\% = 476 \frac{eq}{cicle}$$

Amb aquest valor de massa equivalent es calcula la quantitat de regenerant:

$$m_{NaOH} = OI_{exc} \cdot PM_{NaOH} \left(\frac{kg}{mol} \right) = 19 kg NaOH$$

3. Dilució del NaOH al 50%

El NaOH del que es disposa en la planta té una concentració del 50%, però segons les indicacions del fabricant ha d'estar en una concentració de NaOH del 2%. La base es diluirà en aigua desionitzada.

Per fer una dissolució al 2% de NaOH es requereixen 0.027 litres de la solució de NaOH al 50%. Per poder obtenir el quantitat necessària de NaOH per el procés de regeneració es necessitaran 0.5 litres de NaOH al 50% i 18 litres d'aigua desionitzada.

4. Velocitat de regeneració (v_{reg})

El fabricant facilita la dada del cabal de regeneració (Q_{reg}) que ha d'estar compres entre 0.125 i $0.5 \frac{gpm}{ft^3}$. Aquest interval de gpm en funció de BV de la columna aniònica en el sistema internacional correspon a: $0.028 - 0.1135 \frac{m^3/h}{ft^3}$.

Coneixent el valor de BV per la resina aniònica es pot establir el rang del cabal per poder dur a terme la regeneració. Aquest rang de cabal correspon a: $1.2 - 4.8 m^3/h$.

S'escull un cabal dins d'aquest rang que correspon a $Q_{reg} = 4 m^3/h$ i es calcula la velocitat de regeneració.

$$v_{reg} = \frac{Q_{reg}}{A} = \frac{4 \frac{m^3}{h}}{0.785 m^2} = 5.1 \frac{m}{h}$$

El fabricant aconsella que el temps de contacte en la regeneració sigui de 30 minuts com a mínim. Així que la solució de NaOH al 2% es farà circular en contracorrent durant 30 min.

5. Rentat del llit

Com anteriorment el fabricant dona la referència de l'aigua necessària per realitzar el rentat del llit en funció del volum de la resina, aquest cabal correspon als valors:

$$30 \frac{gal}{ft^3} < Q_{ren} < 75 \frac{gal}{ft^3}$$

Tenint en compte l'interval del cabal en funció del volum de la resina aniònica (BV) es calcula el volum d'aigua desionitzada necessària per realitzar un rentat amb garanties.

L'interval del volum de rentat (V_{ren}) correspon a:

$$5.8 m^3 < V_{ren} < 14.4 m^3$$

El valor escollit es $7 m^3$.

Tant la velocitat com el cabal de rentat seran iguals que a la velocitat i el cabal de regeneració, per tant es troba el temps de rentat (t_{ren}):

$$t_{ren} = \frac{V_{ren}}{Q_{reg}} = \frac{7 m^3}{4 \frac{m^3}{h}} = 1.75 h = 105 min$$

Sumant els temps de compactació (t_{comp}), regeneració (t_{reg}) i rentat (t_{ren}) s'obté el temps total del procés de regeneració (t_{prt}), aquest temps es de:

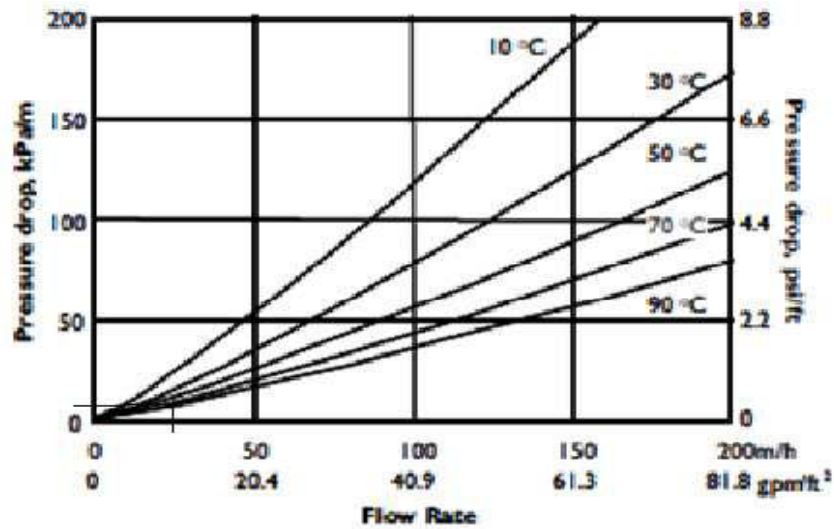
$$t_{prt} = t_{com} + t_{reg} + t_{ren} = 165 min = 2.75 h$$

- Pèrdua de càrrega

S'utilitza la figura 11.4.12.6 adjuntada pel fabricant per calcular la pèrdua de pressió en la columna d'intercanvi aniònic.

La pèrdua de pressió està relacionada amb la velocitat d'operació i la temperatura d'operació

Figure 2: Pressure drop



11.4.12.6 Pèrdua de pressió en funció de la temperatura i la velocitat d'operació

De la gràfica s'obté:

$$\Delta P_g = 6.5 \frac{kPa}{m}$$

Amb la altura del llit (h_l), la altura del llit expandit (h_{le}) i el valor obtingut del gràfic ΔP_g es calcula la pèrdua de pressió.

$$\Delta P = (h_l + h_{le}) \cdot \Delta P_g = 9.1 kPa$$

- Massa i disseny mecànic de la columna

Es calcula la massa de les resines i tenint en compte volum que ocupa l'aigua es calcula la massa de la columna amb aigua sense tenir en compte el material utilitzat de la següent manera:

El fabricant facilita la densitat de les dues resines:

$$\rho_{aniònica} = 675 \frac{kg}{m^3}$$

$$\rho_{inert} = 620 \frac{kg}{m^3}$$

Amb els volums de les dues resines es calcula la massa:

$$P_{R ani} = \rho_{aniònica} \cdot V_R = 675 \left(\frac{kg}{m^3} \right) \cdot 0.5 (m^3) = 337.5 kg$$

$$P_{R inert} = \rho_{inert} \cdot V_{R inert} = 620 \left(\frac{kg}{m^3} \right) \cdot 0.6 (m^3) = 558.3 kg$$

Solament falta per calcular la massa del volum d'aigua continguda en la columna d'intercanvi, que serà una suma de l'aigua que està en el freeboard i l'aigua continguda en la resina. Segons la bibliografia, correspon a un volum del 33% del volum del llit.

$$P_{H_2O} = [(h_{FB} * A) + \left(\frac{1}{3} * (h_{le} + h_i) * A\right)] * \rho_{H_2O} = 399.65 \text{ kg}$$

Llavors la massa de la columna plena d'aigua seria:

$$P_{colH_2O} = P_{H_2O} + P_{Rinert} + P_{Rani} = 1109.15 \text{ kg}$$

Coneixent el diàmetre de la columna (D_C) i el tipus de fons utilitzat, es calcula l'altura que tindrà el fons (h_{fons}), sumant-li l'altura del cilindre (h_c) es troba l'alçada total de la columna d'intercanvi aniònic (H_{col}).

$$h_{fons} = 0.194 \cdot D_C = 0.194 \text{ m}$$

$$H_{col} = h_{fons} + h_c = 1.96 \text{ m}$$

S'estableix la pressió d'operació (P_{op}) de la manera següent:

$$P_{op} = P_{atm} + \rho \cdot g \cdot H_{col} = 120531.8 \text{ Pa} = 1.18 \text{ atm}$$

- On:

$$P_{atm} = 101325 \text{ Pa}$$

$$\rho = \text{densitat mescla a tractar} \approx 1000 \text{ kg/m}^3$$

$$g = 9.8 \text{ m/s}^2$$

$$H_{col} = 1.96 \text{ m}$$

La pressió de disseny (P_d) ha de ser superior en tot cas a la màxima d'operació, s'ha establert una pressió de disseny de:

$$P_d = P_{op} + 1.5 = 2.7 \text{ atm}$$

La temperatura de disseny (T_d) també ha de ser superior a la temperatura d'operació (T_{op}) s'ha fixat una T_d de:

$$T_d = T_{op} + 20 = 110^\circ\text{C}$$

- On

$$T_{op} = 90^\circ\text{C}$$

Es realitzen els càlculs dels gruixos de la columna tal i com està explicat en l'apartat 11.1. tenint en compte que el material utilitzat per la construcció de la columna aniònica, l'acer A-304-L, amb fons Koppler, s'obtenen els valors expressats en la taula 11.4.12.7:

11.4.12.7 Valors resum columna intercanvi aniònica

Gruix cilindre	2.74 mm
Gruix fons	4.28 mm
Gruix cilindre estandarditzat	4 mm
Gruix fons estandarditzat	6 mm
Diàmetre extern columna (D_{ext})	1008 mm
ρ_{acer}	7.9 kg/m ³
Massa cilindre (P_{cil})	199.2 kg
Volum cilindre (V_{cil})	1.23 m ³
Massa fons (P_f)	143 kg
Massa columna total (P_{ct})	1178.36 kg
Massa columna operació (P_{cop})	1597.4 kg
Massa resina total ($P_{resinatot}$)	693 kg

Amb els gruixos del cilindre i dels caps es poden calcular les diferents masses i volums de les diferents parts que componen la columna:

$$P_{cil} = h_{cil} \cdot (D_{ext}^2 - D_{int}^2) \cdot \rho_{acer}$$

$$V_{cil} = \pi \cdot h_{cil} \cdot \left(\frac{D_{int}^2}{4}\right)$$

$$P_f = \rho_{acer} \cdot (D_{ext}^3 - D_{int}^3)$$

Seguidament es mostren els càlculs per obtenir la massa total de la columna d'intercanvi aniònic amb les resines i en operació P_{ct} i P_{cop} respectivament:

$$P_{ct} = P_{resinatot} + P_{cil} + 2 \cdot P_f$$

$$P_{cop} = P_{colH_2O} + P_{cil} + 2 \cdot P_f$$

- Columna d'intercanvi catiònic**

S'ha realitzat el mateix procediment de càlcul que en la columna d'intercanvi aniònica. S'utilitzen les característiques recomanades pel fabricant per aquest tipus de resina. S'ha utilitzat la resina Amberlyst 15WET, els valors obtinguts s'adjunten en les taules següents:

La concentració a de cations NH_4^+ a l'entrada de la columna d'intercanvi catiònica es:

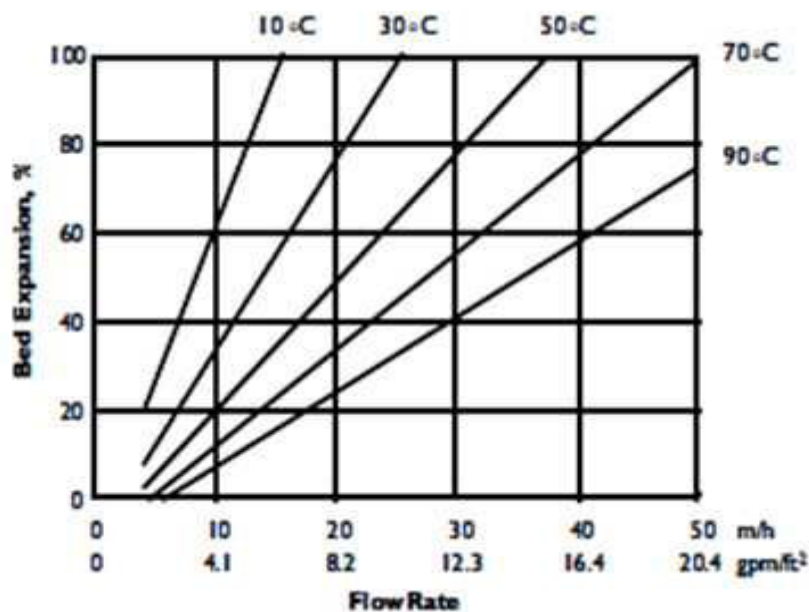
Cations	mg $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ / l
NH_4^+	181.7

11.4.12.8 Característiques i condicions obtingudes per la columna d'intercanvi catiònica

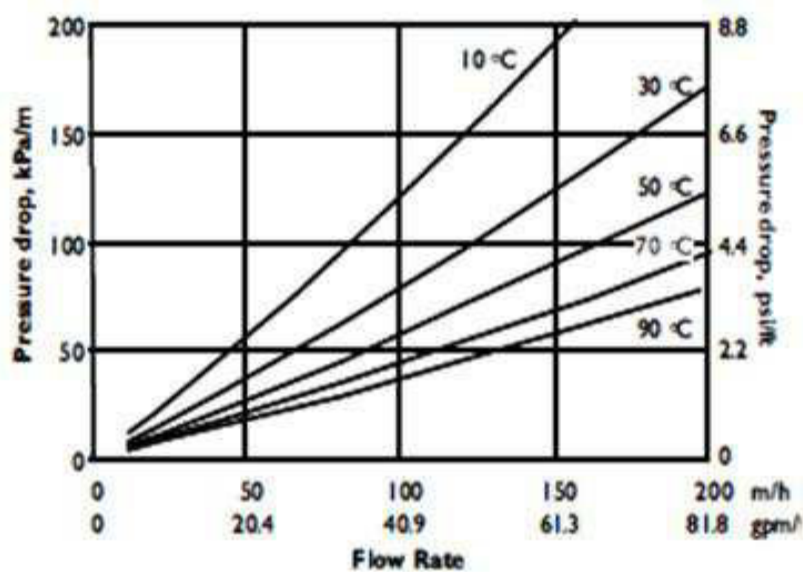
Carga catiònica (CC)	2.75 meq/l
Oferta iònica (OI)	1150 eq/cicle
Capacitat operativa (C_{op})	1.8 eq/l
Volum resina catiònica	0.725 m ³
Capacitat instal·lada (C_{ins})	1450 eq/cicle
Diàmetre interior (D_{int})	0.9 m
Àrea de pas (A)	0.636 m ²
Altura llit (h_l)	1.14 m
Expansió llit (E_{max})	0.11 m
Altura llit expandit (h_{le})	1.25 m
Volum resina inert (V_I)	0.55 m ³
Altura resina inert (h_i)	0.86 m
Altura freeboard (h_{FB})	0.023 m
Altura columna cilíndrica (h_{cil})	2.14 m
Velocitat de flux (v)	17.5 m/h
Volum llit (BV)	1.35 m ³

- Procés de regeneració

En la taula 11.4.12.11. es mostraran les característiques per dur a terme una regeneració satisfactòria. S'utilitzen la figura 11.4.12.9. i 11.4.12.10. per poder realitzar els càlculs de la compactació del llit i la pèrdua de càrrega.



11.4.12.9 Velocitat de rentat de la resina catiònica en funció de la temperatura i la expansió del llit.



11.4.12.10. Pèrdua de pressió en funció de la temperatura i la velocitat d'operació.

11.4.12.11 Característiques procés regeneració

Velocitat compactació (v_{comp})	15 m/h
Temps contacte	30 min
Cabal compactació (Q_{comp})	9.5 m ³ /h
Volum aigua desionitzada (V_{comp})	4.8 m ³

Quantitat regenerant HNO_3	78.5 kg
Volum HNO_3 70%	3 dm ³
Volum H_2O desionitzada	74 dm ³
Volum tanc HNO_3 sobredimensionat	85 dm ³
Cabal regeneració (Q_{reg})	6 m ³ /h
Temps regeneració	30 min
Volum aigua rentat (V_{rent})	5 m ³
Temps rentat	50 min
Temps procés regeneració total	110 min
Pèrdua de càrrega (ΔP)	15.6 kPa

- **Massa i disseny mecànic de la columna**

En la taula 11.4.12.12 es mostren els resultats calculats seguint el procediment de la columna aniònica.

11.4.12.12 Característiques procés regeneració

$\rho_{\text{prescatiònica}}$	770 kg/m ³
ρ_{Resinert}	620 kg/m ³
Massa resina total ($P_{\text{resinatot}}$)	882.4 kg
Massa columna H_2O ($P_{\text{col H}_2\text{O}}$)	1421.4 kg
Altura fons (h_{fons})	0.175 m
Altura columna (H_{col})	2.5 m
Pressió operació (P_{op})	1.19 atm
Pressió disseny (P_d)	2.7 atm
Temperatura operació (T_{op})	90°C
Temperatura disseny (T_d)	110°C
Gruix cilindre	2.66 mm
Gruix fons	4.1 mm
Gruix cilindre estandarditzat	4 mm
Gruix fons estandarditzat	6 mm
Diàmetre extern columna (D_{ext})	908 mm
Massa cilindre (P_{cil})	244.66 kg
Volum cilindre (V_{cil})	1.36 m ³
Massa columna total (P_{ct})	1358.9 kg
Massa columna operació (P_{cop})	1897.9 kg

11.4.13. Evaporador (TE-401)

El disseny de l'evaporador està basat en les dimensions i funcionament dels cristal·litzadors. A l'entrar l'aliment per la part alta a una temperatura de 90°C (l'equip opera a 75°C) com l'equip opera al buit (0.38bar) l'aigua s'evapora i la caprolactama deixarà d'estar diluïda en l'aigua, i al ser més densa que l'aigua anirà descendint per l'equip per poder sortir per la connexió inferior.

S'ha considerat que un temps de residència de 4h és suficient per aquest procés. Tenint en compte aquesta dada, el volum que ocupa el serpentí i que cal deixar entre mig i un metre de distància entre el nivell del fluid i la connexió per on fa el buit perquè no hi hagi problemes d'aspiració del producte, s'ha dissenyat un equip amb un volum de 90m³.

S'ha respectat la proporció entre alçades, és a dir, l'alçada del cilindre ha de ser 1.5 vegades major que la del con i el radi s'ha estimat en funció de la funcionalitat, comoditat i operativitat de l'equip.

Pel càlcul s'han utilitzat les expressions matemàtiques presentades a continuació.

$$V_{con} = \frac{\pi}{3} \cdot h_{co} \cdot r^2$$

$$V_{cilindre} = \pi \cdot h_{ci} \cdot r^2$$

$$V_{cilindre} = 1.5V_{co}$$

On;

V_{con}, és volum del con.

V_{cilindre}, és volum del cilindre:

h_{co}, és alçada del con.

h_{ci}, és alçada del cilindre.

r, és el radi.

El fons superior toriesfèric no s'ha tingut en compte per a aquest dimensionament, però l'equip compta amb les dimensions apropiades com s'ha explicat en l'apartat 11.4.2.

Per saber les aportacions energètiques que cal donar-li a l'evaporador, s'ha desenvolupat el balanç d'energia com s'especifica en l'apartat 11.4.2. En aquest balanç s'ha tingut en compte la calor latent de vaporització de l'aigua, les temperatures d'entrada i sortida dels cabals així com les seves composicions i les Cp dels components que el formen. Aquestes dades es troben en l'apèndix que tanca l'apartat 11.8.

Per evaporar l'aigua del medi es requereix una aportació energètica important que ve donada pel vapor de caldera que circula pel serpentí interior. El càlcul de les dimensions del serpentí no queden íntegrament especificats, però és el mateix que el d'una mitja canya (especificat en l'apartat 11.2.) . Però un cop conegut l'àrea d'intercanvi requerit cal tenir en compte que el serpentí és un cilindre. Pel que el càlcul de la seva àrea és:

$$A_{cilindre} = 2 \cdot \pi \cdot r \cdot h$$

$$h = 2 \cdot \pi \cdot r_s \cdot n$$

On;

$A_{cilindre}$, és àrea del serpentí.

r , és radi del calibre del serpentí.

h , és longitud del serpentí.

r_s , és radi de volta del serpentí.

n , és nombre de voltes del serpentí.

El càlcul per saber el tipus d'agitador necessari, tenint el Reynolds que es vol produir queda especificat en l'apartat 11.4.7.

11.4.14. Escamadores (ES-401 i ES-402)

Les dues escamadoras són de la casa GMF Gounda, model K-15/20.

S'ha decidit tenir dues escamadores per tenir un recanvi en cas que una s'avariï. Les dues treballaran en continu a la meitat de la seva capacitat d'operació, però una sola d'elles pot proveir la d'escamació de tot el volum de caprolactama a produir.

Els dos equips són estancs pel que no hi ha perill que sigui una zona ATEX. Per a que la caprolactama no s'oxidi i perdi les seves qualitats i propietats cal inertitzar l'atmosfera desplaçant l'oxigen amb nitrogen. Seria erroni pensar que en ser estanc només cal inertitzar-la des del principi, ja que per la sortida de les escates es va perdent aquest gas.

Com el transport de les escates a les sitges és pneumàtic, sí que hi ha perill de zona ATEX en el transport i en l'emmagatzematge del producte. Per evitar-ho s'ha calculat quant nitrogen cal per litre d'aire per desplaçar l'oxigen del medi a una concentració del 15%, suficient per eliminar el perill. Aquesta quantitat serà introduïda a la escamadora per inertitzar el medi i a la sortida d'aquest equip, juntament l'aire comprimit, necessari per al transport pneumàtic, s'anirà eliminant.

Càlcul de la quantitat de N₂ necessari.

Es parteix de la base que l'aire està compost per un 21% d'O₂ i un 79% de N₂. Per desplaçar el percentatge d'oxigen fins al 15% s'ha de saber quin volum de nitrogen és necessari. Es pren una base de càlcul de 100m³.

$$21m^3 \text{ Oxigen} \cdot \frac{100m^3 \text{ Aire}}{15m^3 \text{ Oxigen}} = 140m^3 \text{ Aire}$$

Són necessaris 140m³ d'aire total, per la qual cosa s'han d'afegir 40m³ de nitrogen per cada 100m³ d'aire.

Com per al transport pneumàtic cal un cabal de 223m³/h de gas com s'ha especificat en el apartat 11.7. el corrent introduït de N₂ a la escamadora ha de ser de 63.7m³/h.

$$\frac{40m^3 \text{ N}_2}{140m^3 \text{ Aire}} \cdot 223m^3/h \text{ mescla} = 63.7m^3/h \text{ N}_2$$

11.4.15. Cristal·litzadors (CR-401 i CR-402)

Els cristal·litzadors estan basats en l'experiència i coneixements propis. Es va decidir un temps de residència de 3h 15min per a tots dos tenint en compte que aquest és un temps de residència mitjà per a la cristal·lització de sals. Ja que no és el producte final principal, no se li ha prestat la suficient atenció a l'estudi de la cristal·lització (velocitat de nucleació i velocitat de creixement dels cristalls) i la mida de particulars no queda especificat.

El CR-401 treballa a un buit de 0.2bar i a una temperatura de 60°C el que fa que s'evapori l'aigua i precipiti el sulfat amònic. El CR-402 en canvi treballa baixant la temperatura fins a 30°C perquè la solubilitat baixi i precipiti la sal.

Tots dos cristal·litzadors tenen la mateixa forma i grandària encara que amb serpentins diferents ja que el requeriment energètic és diferent per a cada un d'ells.

Els càlculs de les seves mesures són les mateixes que per l'evaporador TE-401 i queden especificats en l'apartat 11.4.13.

El càlcul per conèixer el requeriment energètic i el disseny del serpentí està especificat en l'apartat 11.4.2. i 11.4.13.

El càlcul per saber el tipus d'agitador necessari, tenint el Reynolds que es vol produir queda especificat en l'apartat 11.4.7.

11.4.16. Centrífugues (CE-401 i CE-402)

Les dues centrífugues són de la casa FERRUM Centrifuge technology, model P-50.

S'ha decidit tenir dos centrífugues, un després de cada cristal·litzador. Les dues treballaran en continu a la meitat de la seva capacitat d'operació, però en cas que una de les dues fallés, una sola podria assumir la producció dels dos cristal·litzadors ja que té capacitat per a això. En cas que això passés, l'aigua mare de la qual s'està separant el sòlid seria portat de nou al CR-402.

11.5. Càlcul Bombes

Per tal de dur a terme la selecció de les diferents bombes representades en els diagrames P&ID del Capítol 10 i especificades en el Capítol 2 cal calcular diversos paràmetres. A continuació, es detalla l'obtenció d'aquests i la selecció d'un dels equips mostrats.

11.5.1. Càlcul de l'NPSH

En aquest subapartat es mostren els càlculs necessaris per tal de calcular l'NPSH (Net Positive Suction Head) disponible en el sistema. Es defineix l'NPSH disponible com la energia expressada en metres que pot perdre el líquid abans d'arribar al punt d'aspiració de la bomba. L'expressió general que defineix aquest paràmetre és la següent:

$$NPSH_{disponible} = h_a - \frac{P_v}{\rho \cdot g}$$

On:

h_a : càrrega d'aspiració (m)

P_v : Pressió de vapor ($\text{Pa} = \text{N/m}^2$)

ρ : densitat del fluid (Kg/m^3)

μ : viscositat del fluid expressada en ($\text{Kg/m} \cdot \text{s}$)

Per tal de que una bomba funcioni correctament cal que l'NPSH requerit per la bomba sigui igual o inferior al NPSH disponible en el sistema. És a dir, cal que l'energia que pot perdre el fluid abans d'arribar a la bomba sigui més elevada que l'energia mínima que necessita la bomba per tal d'aspirar i posteriorment impulsar el líquid sense que aquest es vaporitzi. Aquesta vaporització es comença a produir quan ambdós valors són iguals o quan el requerit es major i produeix un mal funcionament de l'equip a banda de malmetre els element mecànics que componen la bomba.

Cal definir la càrrega d'aspiració de la bomba com l'energia que perd el líquid en el tram d'aspiració de la bomba. L'expressió que descriu aquesta variable és la següent:

$$h_a = \frac{1}{g} \cdot \left(\frac{P_3}{\rho} + \frac{v_3^2}{2 \cdot \alpha} \right) = (z_1 - z_3) + \frac{1}{g} \cdot \left(\frac{v_1^2}{2 \cdot \alpha} + \frac{P_1}{\rho} - e v_a \right)$$

On:

g : acceleració de la gravetat, el seu valor es de $9,81 \text{ m/s}^2$

z_1 : alçada del punt 1 del sistema (m)

z_3 : alçada a la que es troba el punt d'entrada a la bomba (m)

v_1 : velocitat mitjana del fluid en la conducció en el punt 1 del sistema (m/s)

v_3 : velocitat mitjana del fluid en la conducció a l'entrada de la bomba (m/s)

α : coeficient adimensional de valor 0,5 en règim laminar i 1,0 en règim turbulent.

P_1 : pressió absoluta en el punt 1 del sistema ($\text{Pa}=\text{N}/\text{m}^2$)

P_3 : pressió absoluta a l'entrada de la bomba ($\text{Pa}=\text{N}/\text{m}^2$)

ρ : densitat del fluid (kg/m^3)

Normalment les velocitats en els punts 1 i 3 són iguals ja que tant el diàmetre de conducció com el cabal de circulació són constants en aquest tram a més, el valor de α sol ser u. El valor de u del coeficient adimensional ve donat pel fet de que es treballa a règim turbulent ja que s'han dimensionat les canonades amb aquest objectiu. El punt 1 correspon al punt on es considera l'inici del tram d'aspiració i el punt 3 correspon al punt on es produeix l'aspiració de la bomba. Normalment, el punt 1 es situa en el punt més desfavorable des de on es produirà l'aspiració del líquid, en el cas de un tanc seria el nivell més alt si el tanc es troba elevat o el nivell mínim que tindria aquest si estigues situat a una alçada menor a la de la bomba.

Així doncs, per a poder realitzar els càlculs serà necessari conèixer els valors de P_3, ρ, P_v i v_3 que es determinen o bé mitjançant les propietats del líquid, com és el cas de la P_v i la densitat o bé emprant les dades del sistema dissenyat, pressió i velocitat de treball fixades.

Cal esmentar que tant la càrrega d'aspiració com la d'impulsió es calculen a partir de les distàncies entre equips extrems del Layout de la planta, de l'alçada d'aquests, el nombre de vàlvules, filtres, bescanviadors i accessoris juntament, amb l'estimació del nombre de colzes que es requeririen. No es pot passar per alt que degut a la falta de temps no ha sigut possible realitzar el diagrama d'implantació ja que no s'assolien els requeriments mínims per a ser presentat.

Un cop es coneix la longitud i el nombre d'accidents es poden calcular les pèrdues per fricció mitjançant el càlcul del coeficient de Darcy (f). L'obtenció de f varia segons si es tracta dels trams rectes o d'accidents.

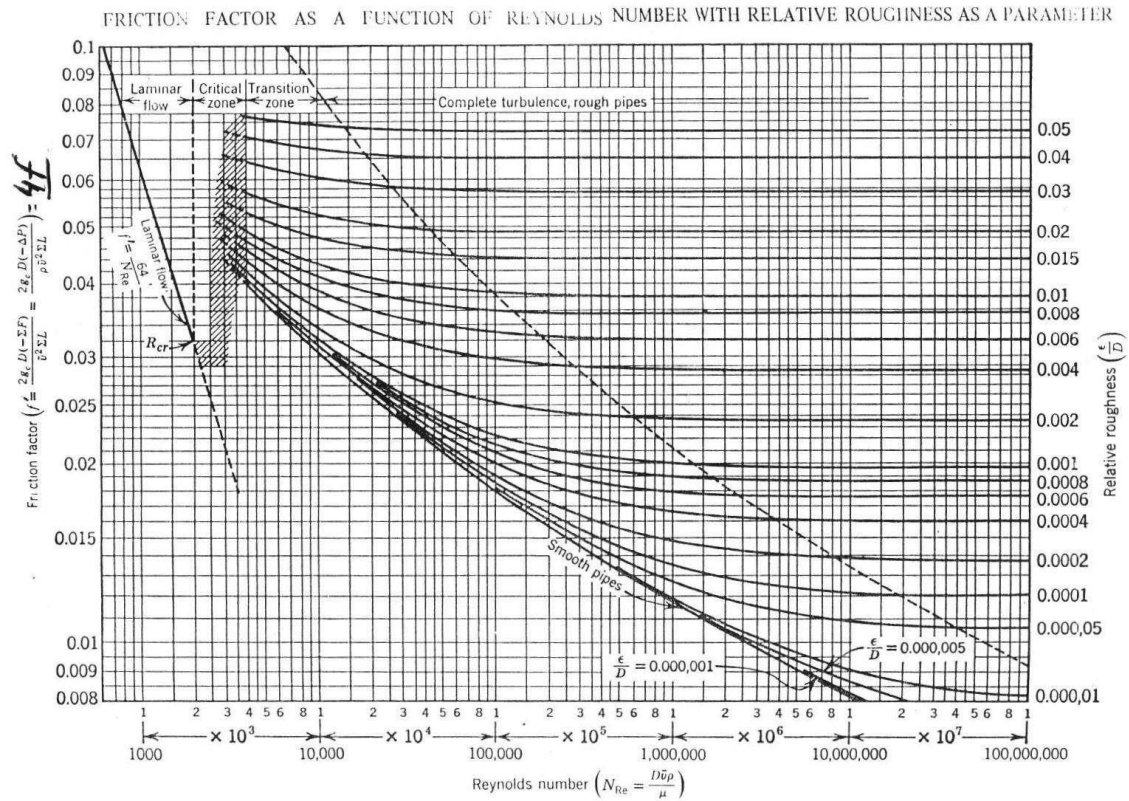


Figura 11.5.1.

11.5.2. Càrrega total

Es defineix la càrrega total com la diferencia entre la càrrega necessària en la impulsió y la que es té en la zona d'aspiració (ha). La expressió que la defineix és la següent:

11.6. Càlcul dels bescanviadors

Pel disseny dels bescanviadors de calor s'ha utilitzat el software Exchanger Design & Rating de Aspen, ja que permet anar jugant amb totes les variables de disseny i el mateix programa realitza el nombre d'iteracions necessàries seleccionant així la millor opció basant-se amb el preu, o amb l'àrea de bescanvi menor.

A més del disseny optimitzat, aquest software també proporciona l'esquema de l'equip tant per carcassa com per tubs, d'aquesta manera no cal utilitzar el software Autocad.

A continuació s'explicarà el funcionament d'aquest programa utilitzant com a exemple el bescanviador BE-107.

Primerament s'escull la localització del fluid de procés, que pot ser tant per carcassa com per tubs. Per això s'han d'estudiar les propietats del fluid en qüestió i es decideix en funció dels següents criteris:

- Fluid de procés pels tubs:
 - El fluid a major temperatura o pressió.
 - El fluid més corrosiu o perillós (risc d'explosions o inflamables).
 - El fluid més brut.
- Fluid de procés per carcassa:
 - El fluid amb menor pèrdues de pressió.
 - El fluid amb canvi de fase.

Tot i aquests criteris, hi ha hagut casos en els que la localització del fluid de procés s'ha posat de tal manera que les velocitats de circulació tant per carcassa com per tubs sigui el més pròxima possible a les típiques.

En aquest cas, s'ha decidit de posar el fluid de procés pels tubs, ja que s'escalfa amb vapor de servei aprofitant el canvi de fase. Aquesta elecció es pot veure a la figura 11.6.1.

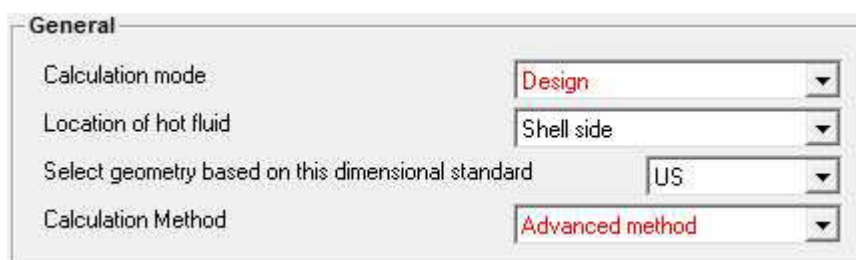


Figura 11.6.1. Localització del fluid calent (vapor de servei) escollit pel software.

Un cop això, s'han d'introduir les propietats dels corrent tant de procés com de servei, tal i com mostra la figura 11.6.2.

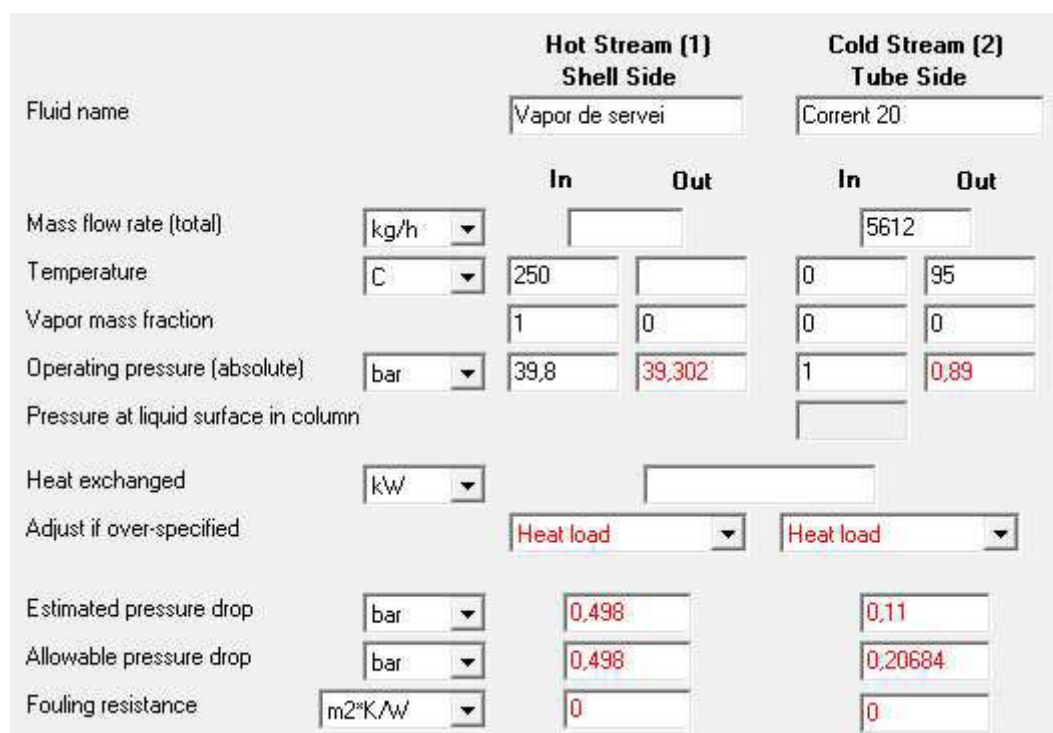


Figura 11.6.2. Selecció de les condicions d'operació del bescanviador.

A la figura anterior es pot observar que s'han deixat 3 incògnites a l'hora d'omplir les dades. Això és degut a que s'han de deixar una sèrie de graus de llibertat perquè el programa realitzi les diferents iteracions i seleccioni el millor cas en funció de l'àrea mínima o el preu tal i com ja s'ha comentat anteriorment.

En aquest cas s'ha deixat com a incògnita el cabal de vapor de servei necessari per escalfar el corrent. També es deixa la temperatura de sortida del vapor condensat com incògnita, encara que només interessa el calor aportat pel canvi de fase així que la temperatura hauria d'esser constant. Finalment també s'ha deixat com a variable a optimitzar el calor bescanviat.

Seguidament s'escull el paquet de propietats que utilitzarà el software a l'hora de calcular les propietats de cada corrent. Aquí hi ha hagut un problema amb la base de dades Aspen, ja que no funciona bé per les sals amb nitrats ni sulfats. Per tant s'ha escollit el B-JAC tal i com es pot veure a les figures 11.6.3 i 11.6.4

Physical property package B-JAC

Hot side composition specification Weight flowrate or %

	Components	Composition	Component type
1	Water	1	Program
2			

Figura 11.6.3. Composició del fluid calent.

Physical property package B-JAC

Cold side composition specification Weight flowrate or %

	Components	Composition	Component type
1	Water	0.00199913	Program
2	Cyclohexanone	0.99800087	Program
3			

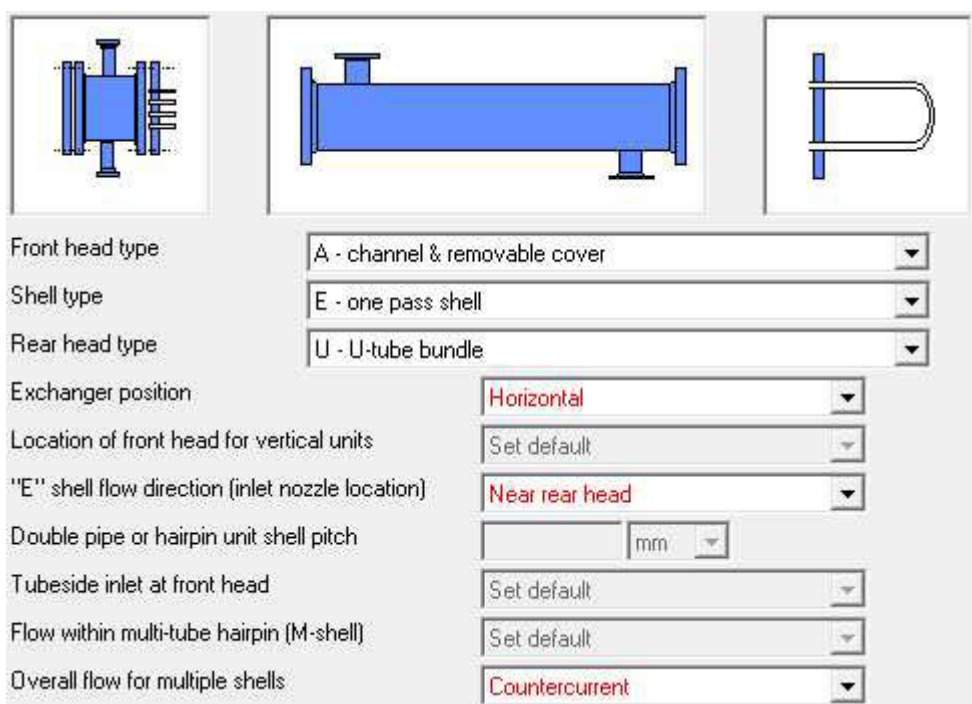
Figura 11.6.4. Composició del fluid de procés (corrent 20)

A continuació s'aconsegueixen les propietats dels corrents pel rang de temperatures seleccionat. A la figura 11.6.5. es mostren les propietats del fluid de procés.

[illegible]

Figura 11.6.5. Propietats del corrent de procés pel rang de temperatures seleccionat.

Un cop això, s'escull la geometria del bescanviador, tant per carcassa com per tubs. En el cas d'aquest bescanviador s'escull un pas per carcassa i els tubs en forma de U tal i com es mostra a la figura 11.6.6.



Front head type	A - channel & removable cover
Shell type	E - one pass shell
Rear head type	U - U-tube bundle
Exchanger position	Horizontal
Location of front head for vertical units	Set default
"E" shell flow direction (inlet nozzle location)	Near rear head
Double pipe or hairpin unit shell pitch	mm
Tubeside inlet at front head	Set default
Flow within multi-tube hairpin (M-shell)	Set default
Overall flow for multiple shells	Countercurrent

Figura 11.6.6. Geometria de la carcassa.

El flux està en contracorrent per millorar la transferència de calor, ja que la mitjana logarítmica de la temperatura per contracorrent és major que la dels fluids en paral·lel.

Pel cas de la geometria dels tubs i la seva distribució (pitch), s'han utilitzat les següents dades.

Tube type	Plain
Tube outside diameter	0,79 in
Tube wall thickness	3 mm
Wall specification	Average
Tube pitch	25,08 mm
Tube pattern	30-Triangular
Tube material	SS 304L
Tube surface	Smooth

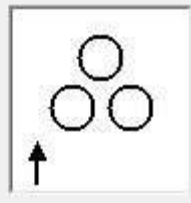


Figura 11.6.7. Dades de disseny dels tubs del bescanviador.

Fins a un diàmetre extern dels tubs de 3'', el gruix d'aquests serà de 3mm. La distància entre els tubs segons el pitch és proporcional al diàmetre extern d'aquests. El material que s'ha escollit generalment ha estat un acer inoxidable baix en carboni (SS 304L), ja que les substàncies en general són bastant corrosives.

A continuació s'escull el tipus de deflectors (baffles). En aquest cas serà un segmentat simple amb un tall vertical tal i com mostra la figura 11.6.8. Això és perquè hi ha un canvi de fase (condensació).

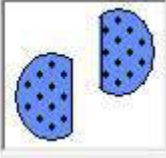
Baffle type	Single segmental		
Tubes are in baffle window	Yes		
Baffle cut % - inner/outer/intermediate	/ /		
Align baffle cut with tubes	Yes		
Multi-segmental baffle starting baffle	Set default		
Baffle cut orientation	Vertical		

Figura 11.6.8. Selecció dels baffles per la carcassa.

Un cop especificats els paràmetres de disseny del bescanviador, el software realitza diverses iteracions i et torna el disseny del bescanviador optimitzat en funció del preu d'aquest.

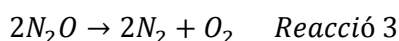
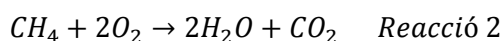
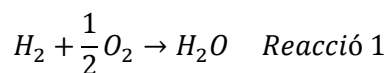
11.7. Càlcul de la cambra de combustió

Les característiques del corrent gasós a eliminar es presenten en la taula 11.8.1:

11.8.1. Propietats del corrent a tractar

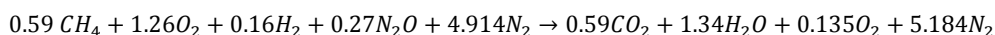
Components	% w	Kg/h	Kmol/h	Fracció molar
H ₂	1.70	30.81	14.41	0.16
CH ₄	50.27	911.66	56.98	0.59
N ₂ O	31.40	569.42	12.94	0.13
N ₂	16.63	301.51	10.77	0.12

Les reaccions que es produeixen en la cambra de combustió son les següents:



L'òxid nítrós segons la bibliografia es descomposa en nitrogen i oxigen a temperatures superiors a 900 K.

Es realitza un balanç global de les anteriors reaccions i es multiplica cada reacció per la seva fracció molar corresponent i s'obté la reacció 5



Reacció 5

L'oxigen s'aconseguirà de l'aire atmosfèric, les composicions de l'aire s'aproximen a les composicions mostrades en la 11.8.2.

11.8.3. Quantitat i composició de l'aire atmosfèric.

Quantitat aire		Composició			
1	kmol	0.79	kmol N ₂	0.2	kmol O ₂
4.762	kmol	3.762	kmol N ₂	1	kmol O ₂
1	kg	0.767	kg N ₂	0.233	kg O ₂
4.292	kg	3.292	kg N ₂	1	kg O ₂
Massa molecular	28.85	kg/mol			
Densitat	1.287	kg/m ³			

L'oxigen requerit per a dur a terme la combustió com s'aprecia en la reacció 5 es de:

$$\frac{1.26 \text{ m}^3 \text{ O}_2}{\text{m}^3 \text{ gas combustió}}$$

Per calcular el cabal volumètric dels gasos d'entrada es determina una densitat a partir de la llei dels gasos ideals a la temperatura a la qual es portarà a terme la combustió, dins del rang de treball de la incineradora de gasos, aquesta temperatura s'aproxima a 1000 °C.

La densitat obtinguda de la mescla es de 0.18 kg/m³

El caudal volumètric del gas a la temperatura de combustió es de:

$$Q_v = \frac{(\text{cabal màssic (kg/h)})}{(\text{densitat (kg/m}^3\text{)})} = 10074.46 \frac{\text{m}^3 \text{ gas combustió}}{\text{h}}$$

Sabent la proporció de l'oxigen requerit per a la combustió, com es veu en la reacció 5, es multiplica pel cabal volumètric del gas i es determina el cabal volumètric de l'oxigen.

$$\frac{1.26 \text{ m}^3 \text{ O}_2}{\text{m}^3 \text{ combustible}} * \frac{10074.46 \text{ m}^3 \text{ gas combustible}}{\text{h}} = 12693.82 \frac{\text{m}^3 \text{ O}_2}{\text{h}}$$

Es multiplica per la densitat de l'oxigen a 1000 °C (0.31 kg/m³) i s'obté un cabal màssic de :

$$m_{\text{O}_2} = 3935.08 \text{ kg/h}$$

Es calcula la quantitat de N₂ que hi entra al sistema:

$$\text{Relació aire} = \frac{N_2}{O_2} = \frac{0.79}{0.21} = 3.76 \frac{\text{m}^3 N_2}{\text{m}^3 O_2}$$

Amb aquesta relació s'obtenen les quantitats de N₂:

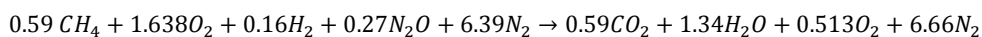
$$3.763.76 \frac{\text{m}^3 N_2}{\text{m}^3 O_2} \cdot \frac{1.26 \text{ m}^3 O_2}{\text{m}^3 \text{ combustible}} = 4.74 \frac{\text{m}^3 N_2}{\text{m}^3 \text{ combustible}}$$

Per assegurar que tot el combustible reacciona, s'afegeix un excés d'aire del 30%, per tant, les proporcions de O₂ i N₂ augmentaran. Es mostren en la taula 11.8.4.

11.8.4. Proporció estequiomètrica de l'aire i l'excés en l'operació

Compostos	Proporció estequiomètrica	Excés 30%
N ₂	4.74 m ³	6.162 m ³
O ₂	1.26 m ³	1.638 m ³

S'expressa la reacció 5 tenint en compte l'excés d'aire i s'obté:



Reacció 6

Es realitza un balanç de matèria dels gasos d'entrada i de sortida:

11.8.5. Entrada gasos

Component	Densitat (kg/m ³)	Cabal (kg/h)	Cabal (m ³ /h)
CH₄	0.153	911.66	5947.78
H₂	0.019	30.81	1608.22
N₂O	0.422	569.42	1350.89
N₂	0.268	301.51	1124.05
O₂	0.310	5115.61	16501.96
N₂	0.268	12809.02	47752.93
Total		19738.03	74285.84

11.8.6. Sortida de gasos

Component	Densitat (kg/m ³)	Cabal (kg/h)	Cabal (m ³ /h)
CO₂	0.420	1881.89	4480.71
H₂O	0.170	1728.96	10170.38
N₂	0.268	13498.39	50322.98
O₂	0.310	2624.31	8465.51
Total		19733.56	73439.57

Com es pot observar el balanç de matèria es compleix.

Es determina el balanç d'energia per determinar la temperatura de sortida dels gasos.

De la bibliografia obtenim les entalpies de formació de cada compost a 298 K

11.8.7. Entalpies de formació dels diferents compostos a 298K

Compost	ΔH_f (kJ/mol) 298K
CH₄	-74.52
H₂	0
N₂O	82.05

O₂	0
N₂	0
CO₂	-393.509
H₂O	-285.83

Es calcula la entalpia de formació de la reacció 6 a la temperatura de 298K a partir de:

$$\Delta H_f^o = \Delta H_{fproduct} - \Delta H_{freact} = -596.04 \text{ kJ/mol}$$

Per calcular la entalpia de formació de la reacció a la temperatura d'operació s'utilitzarà:

$$\Delta H_{f,1273K} = \Delta H_{f,298K}^o + \int_{298}^{1273} \sum \vartheta_i C_{p_i} dT \quad \text{equació 5}$$

Per calcular les Cp's s'utilitza la següent expressió:

$$C_p \left(\frac{\text{cal}}{\text{molK}} \right) = A + B \cdot T + C \cdot T^2 + D \cdot T^3 + E \cdot T^4$$

Els valors A,B,C,D,E s'obtenen de la bibliografia, s'apleguen tots aquests factors fent la seva suma pel seu coeficient estequiomètric i s'obtenen els factors A',B',C',D',E' comuns, seguidament es resol l'equació 5 i s'aconsegueix:

$$\Delta H_{f,1273K} = -816888.68 \frac{\text{kJ}}{\text{kmol}}$$

Es saben els kmol/h dels reactius i la seva estequiometria per tant es calcularà el calor (Q) (kJ/h) que s'alliberen en la combustió:

$$Q = 46545266.5 \frac{\text{kJ}}{\text{h}}$$

A partir de l'equació 6 es podrà calcular la temperatura de sortida dels gasos:

$$Q = m \cdot C_p \cdot \Delta T$$

- On

m = cabal màssic de sortida dels gasos (kg/h)

Cp = Cp mitjana entrada i sortida dels gasos = 2.2 (kJ/kg °C)

ΔT = increment de temperatura del sistema

Es calcula ΔT = 1072.13 °C

Els gasos entren a una temperatura de 40 °C per tant la temperatura de sortida dels gasos ($T_{s,g}$) serà de:

$$T_{s,g} = 1112.13 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

També es disposa de la dada anteriorment calculada del cabal volumètric (Q_v), amb l'equació 7 es podrà calcular el volum (m^3) de la cambra de combustió. El temps de residència d'una cambra de combustió oscil·len entre els 2 i els 5 segons. S'agafa 2 segons per la realització dels càlculs.

$$V = \frac{\zeta(h)}{Q_v\left(\frac{m^3}{h}\right)} \quad \text{equació 7}$$

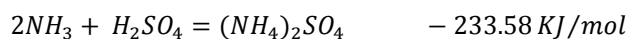
S'obté un volum de 41 m^3 .

11.8. Apèndix

11.8.1 C_p de los components

Components	C_p (kJ/K/kmol)
SO_3	258,1
H_2SO_4	315,756
Caprolactama	272,6
H_2O	75,24
$(NH_4)_2SO_3$	215,9
NH_3 líquid	80,08
Vapor aigua	37,47
NH_3 gas	28,633

11.8.2 Entalpia de reacció



11.8.3. Entalpia de cristal·lització o solidificació

Components	Entalpia (kJ/mol)
Sulfat amònic	-0,034
Caprolactama	-12,9

11.8.4. Entalpia de dissolució

Components	Entalpia (KJ/mol)
NH_3	-7,29
H_2SO_4	-96

11.8.5. Calor latent de vaporització

Components	Calor latent (KJ/mol)
H_2O	40,626
NH_3	23,314

11.8.6. Pes moleculars dels productes i abreviatures

Components	Fórmula	Abreviatura	PM
Àcid Fosfòric	H_3PO_4	AF	98
Dihidrogenfosfat d'hidroxilamina	$NH_3OH \cdot H_2PO_4$	FH	130,97
Dihidrogenfosfat d'amoni	$NH_4H_2PO_4$	FA	115
Àcid Nítric	HNO_3	AN	63
Àcid Sulfúric	H_2SO_4	HS	98
Òxid de sofre	SO_3	OS	80
Aigua	H_2O	A	18
Amoníac	NH_3	AM	17
Nitrat d'amoni	NH_4NO_3	NA	80
Caprolactama	$C_6H_{11}NO$	CA	113
Ciclohexanona	$C_6H_{10}O$	CX	98
Ciclohexanona Oxima	$C_6H_{11}NO$	CO	113
Hidroxil Amina	NH_3OH^+	HA	34
Sulfat d'Amoni	$(NH_4)_2SO_4$	SA	132,14
Toluè	C_7H_8	TO	92,1
Hidrogen gas	H_2	HG	2
Gas metà	CH_4	ME	16
Òxid de dinitrogen gas	N_2O	ON	44
Nitrogen gas	N_2	NG	28