

UNIVERSITAT AUTÒNOMA DE BARCELONA

ESCOLA D'ENGINYERIA



# PLANTA DE PRODUCCIÓN DE CFC-13

PROYECTO FINAL DE GRADO

GRADO EN INGENIERÍA QUÍMICA

TUTOR: JOSEP HUIX VIDAL



EDUARD CACHÀ

IRENE DEL POZO

ELENA ILZARBE

SARA ORTEGO

POLINA TSVETKOVA

CERDANYOLA DEL VALLÈS, JUNIO 2015



# CAPÍTULO 9. OPERACIÓN DE LA PLANTA

PLANTA DE PRODUCCIÓN DE CFC-13





## CAPÍTULO 9. OPERACIÓN EN PLANTA

9.1. INTRODUCCIÓN .....	9-2
9.2. OPERACIÓN POR ÁREAS .....	9-3
9.2.1. ÁREA 100: ALMACENAMIENTO DE MATERIA PRIMA .....	9-3
9.2.1.1. Almacenamiento de HF .....	9-3
9.2.1.2. Almacenamiento de $\text{CCl}_4$ .....	9-3
9.2.1.3. Almacenamiento de $\text{SbCl}_5$ .....	9-4
9.2.2. ÁREA 200: PRODUCCIÓN .....	9-4
9.2.2.1. Zona de la primera reacción .....	9-4
9.2.2.2. Zona de la primera columna .....	9-5
9.2.2.3. Zona de la segunda columna .....	9-5
9.2.2.4. Zona de la segunda reacción .....	9-6
9.2.2.5. Zona de la tercera columna .....	9-7
9.2.3. ÁREA 300: PURIFICACIÓN.....	9-7
9.2.3.1. Zona de la cuarta columna .....	9-7
9.2.4. ÁREA 400: HCl.....	9-7
9.2.4.1. Zona del separador flash .....	9-7
9.2.4.2. Zona de la absorción de HCl .....	9-8
9.2.5. ÁREA 500: ALMACENAMIENTO DE PRODUCTO .....	9-8
9.2.5.1. Zona almacenamiento HCl anhidro .....	9-8
9.2.5.2. Zona de almacenamiento de HCl 36%.....	9-9
9.2.5.3. Zona de almacenamiento de CFC-13 .....	9-9
9.2.6. ÁREA 600:SERVICIOS .....	9-10
9.2.7. ÁREA 800:MEDIO AMBIENTE .....	9-11
9.2.7.1. Zona de purgas .....	9-11
9.2.7.2. Zona de venteos.....	9-11
9.2.7.3. Balsa de homogeneización .....	9-12

# 9. OPERACIÓN DE LA PLANTA

## 9.1. INTRODUCCIÓN

Se considera operación en planta a la fase de operación en continuo de la planta, una vez ya se han realizado todos los protocolos de puesta en marcha y la producción se ha estabilizado.

La intervención humana es escasa durante la fase de operación en planta a causa de la gran automatización, los sistemas de control se encargan de mantener la producción en estado estacionario. No obstante hay tareas que se deben realizar, como supervisar el correcto funcionamiento del propio sistema de control. También es importante la presencia de profesionales que tengan la capacidad de responder ante la aparición de un problema.

Las tareas que deben realizarse durante la operación de la planta son diversas y estarán debidamente protocolizadas, pueden resumirse en la siguiente lista:

- Supervisar el correcto funcionamiento de los sistemas de control.
- Realizar mantenimiento de los equipos e instrumental.
- Realizar operaciones discontinuas.
- Corregir anomalías del proceso no previstos por el sistema de control.
- Tomar muestras para certificar que todo transcurre con normalidad.
- Resolver situaciones de peligro.

La planta de producción de CFC-13 tiene una serie de características especiales que condicionarán las tareas de operación de la planta.

- Producción en continuo.
- Empaquetado de producto en discontinuo.
- Sustancias no inflamables, corrosivas y reactivas con agua.
- Equipos trabajando a presión.
- Gases licuados a presión.
- Sustancias almacenadas con presión y frío.

## 9.2. OPERACIÓN POR ÁREAS

En esta sección se explicará de forma general las tareas más importantes que se deberían realizar en cada área y que aspectos de la operación requieren más atención por parte de los operarios en los equipos más críticos.

### 9.2.1. ÁREA 100: ALMACENAMIENTO DE MATERIA PRIMA

#### 9.2.1.1. Almacenamiento de HF

El fluoruro de hidrógeno anhidro se evapora a presión atmosférica a 20°C, por lo que su estado físico en condiciones atmosféricas variará según la estación del año. Es una sustancia muy corrosiva que reacciona con la humedad del aire calentándose y formando ácido fluorhídrico, por tanto los operarios que realicen tareas en esta zona deberán utilizar una protección adecuada, detallada en el *Capítulo 5. SEGURIDAD*.

**Supervisión:** Revisión periódica del correcto funcionamiento del control de presión de los tanques. Revisión periódica de los tubos flexibles de carga-descarga y sus válvulas más problemáticas.

**Control:** Mantener el nivel de los tanques dentro de los límites mediante la rotación de su uso. Rotar el uso, también, de las bombas de impulsión hacia proceso.

**Operación:** Supervisión del llenado de los tanques con la materia prima comprada a través de la conexión con la cisterna. Verificar que todas las conexiones están realizadas correctamente, tanto la de entrada de materia prima como la de retorno de venteos. Mantenimiento periódico de las bombas. Toma de muestras para verificar la pureza de la materia prima.

#### 9.2.1.2. Almacenamiento de CCl<sub>4</sub>

El tetracloruro de carbono es un líquido tóxico, por tanto los operarios que realicen tareas en esta zona deberán utilizar una protección adecuada, detallada en el *Capítulo 5. SEGURIDAD*.

**Supervisión:** Revisión periódica del correcto funcionamiento de las válvulas de venteo. Revisión periódica de los tubos flexibles de carga-descarga y sus válvulas más problemáticas.

**Control:** Mantener el nivel de los tanques dentro de los límites mediante la rotación de su uso como proveedor de materia prima al proceso.

**Operación:** Supervisión del llenado de los tanques con la materia prima comprada, verificando que la conexión entre los tanques y la cisterna es correcta. Mantenimiento periódico de las bombas. Toma de muestras para verificar la pureza de la materia prima.

### 9.2.1.3. Almacenamiento de $\text{SbCl}_5$

El pentacloruro de antimonio es una sustancia muy corrosiva que reacciona con la humedad del aire formando ácido clorhídrico, por tanto los operarios que realicen tareas en esta zona deberán utilizar una protección adecuada, detallada en el *Capítulo 5. SEGURIDAD*.

Esta zona solo estará activa durante paradas y puestas en marcha, por tanto las tareas se concentrarán en estos periodos y serán escasas el resto del año. A su vez, al tratarse de operaciones en discontinuo es muy importante verificar con antelación que la instalación está en plenas condiciones para su utilización, evitando imprevistos de última hora.

**Supervisión:** Revisión del correcto funcionamiento de las válvulas de venteo.

**Control:** Mantener el nivel de los tanques dentro de los límites.

**Operación:** Verificación del sentido de circulación según operación a realizar. Llenado/vaciado de los tanques con catalizador nuevo o catalizador usado proveniente del proceso. Mantenimiento de las bombas.

## 9.2.2. ÁREA 200: PRODUCCIÓN

### 9.2.2.1. Zona de la primera reacción

La zona de la primera reacción está formada por tres reactores iguales (dos en uso, uno de repuesto), con equipos previos de mezcla, equipos posteriores al reactor de condensación y tanques pulmón.

La zona contiene sustancias corrosivas, tóxicas y reactivas con la humedad del aire, que además están a presión, por tanto los operarios que realicen tareas en esta



zona deberán llevar puesta una protección adecuada y seguir al pie de la letra los protocolos al manipular cualquier equipo o válvula.

**Supervisión:** Revisión periódica del correcto funcionamiento del control de presión de los reactores. Revisión periódica del correcto funcionamiento del condensador mediante su mirilla adjunta. Supervisar periódicamente los controles de caudal de reactivos para que éstos sean siempre proporcionales y no haya una acumulación de reactivo en el proceso. Buscar indicios de corrosión.

**Control:** Todo automatizado.

**Operación:** Migrar la producción de un reactor a otro de reserva en caso de necesidad. Alternar el uso y realizar el mantenimiento de las bombas.

#### 9.2.2.2. Zona de la primera columna

La zona de la primera columna está formada por una columna de fraccionamiento y sus equipos satélite. La zona contiene sustancias corrosivas, tóxicas y reactivas con la humedad del aire, que además están a presión, por tanto los operarios que realicen tareas en esta zona deberán llevar puesta una protección adecuada y seguir al pie de la letra los protocolos al manipular cualquier equipo o válvula. Los equipos de protección individual se detallan en el Capítulo 5. *SEGURIDAD.*

**Supervisión:** Revisión periódica del correcto funcionamiento del control de presión de los tanques. Revisión periódica del correcto funcionamiento del condensador mediante la observación de la condensación del vapor en la mirilla.

**Control:** Todo automatizado.

**Operación:** Toma de muestras de destilado para verificar que no hay presencia de  $SbCl_5$  ni HF, ya que la planta está diseñada sobre la premisa de que estos dos componentes no pasarán de la primera columna de fraccionamiento. Mantenimiento periódico de las bombas.

#### 9.2.2.3. Zona de la segunda columna

La zona de la segunda columna está formada por una columna de fraccionamiento y sus equipos satélite. La zona contiene HCl que es corrosivo y

reacciona con la humedad del aire, y además está a presión. Por tanto los operarios que realicen tareas en esta zona deberán llevar puesta una protección adecuada y seguir al pie de la letra los protocolos al manipular cualquier equipo o válvula. Los equipos de protección individual se detallan en el Capítulo 5. *SEGURIDAD*.

**Supervisión:** Revisión periódica del correcto funcionamiento del control de presión de los tanques. Revisión periódica del correcto funcionamiento del condensador mediante su mirilla adjunta.

**Control:** Todo automatizado.

**Operación:** Toma de muestras del residuo para verificar que no hay presencia de HCl, ya que la planta está diseñada sobre la premisa de que el HCl no pasará de la segunda columna de rectificación. Mantenimiento periódico de las bombas.

#### 9.2.2.4. Zona de la segunda reacción

La zona de la segunda reacción está formada por un reactor de lecho fijo para gases, equipos previos de vaporización y equipos posteriores de condensación. Estos equipos aprovechan calor o frío de otras corrientes de proceso, por tanto serán menos estables que intercambiadores de servicio.

La zona contiene una mezcla de gases calientes que es tóxica, puede asfixiar y provocar quemaduras. Por tanto los operarios que realicen tareas en esta zona deberán llevar puesta una protección adecuada. Los equipos de protección individual se detallan en el Capítulo 5. *SEGURIDAD*.

**Supervisión:** Revisión periódica del correcto funcionamiento del control de presión del sistema de condensación. Revisión de que la condensación se realiza correctamente mediante la verificación visual que ésta está teniendo lugar a través de la mirilla. Revisión periódica del control de nivel del evaporador, para evitar que se inunde. Toma de muestras al final de la condensación para verificar que la reacción se ha dado correctamente.

**Control:** Todo automatizado.

**Operación:** Mantenimiento periódico de las bombas.

#### 9.2.2.5. Zona de la tercera columna

La zona de la tercera columna está formada por una columna de fraccionamiento y sus equipos satélite. La zona contiene gases a presión.

**Supervisión:** Revisión periódica del correcto funcionamiento del control de presión de los tanques. Revisión periódica del correcto funcionamiento del condensador mediante su mirilla adjunta.

**Control:** Todo automatizado.

**Operación:** Mantenimiento periódico de las bombas.

#### 9.2.3. ÁREA 300: PURIFICACIÓN

##### 9.2.3.1. Zona de la cuarta columna

La zona de la tercera columna está formada por una columna de fraccionamiento y sus equipos satélite, en ella se obtiene el CFC-13 puro. La zona contiene gases a presión.

**Supervisión:** Revisión periódica del correcto funcionamiento del control de presión de los tanques. Revisión periódica del correcto funcionamiento del condensador mediante su mirilla adjunta. Toma de muestras de producto para verificar la composición del mismo.

**Control:** Todo automatizado.

**Operación:** Mantenimiento periódico de las bombas.

#### 9.2.4. ÁREA 400: HCl

##### 9.2.4.1. Zona del separador flash

La zona del separador flash se conforma de un tanque pulmón y un separador flash. La zona contiene HCl que es corrosivo y reacciona con la humedad del aire, y además está a presión. El separador flash se usa para evaporar y auto-refrigerar HCl líquido a baja temperatura, por tanto podría causar quemaduras por frío. Todos los operarios que realicen tareas en esta zona deberán llevar puesta una protección

adecuada y seguir al pie de la letra los protocolos al manipular cualquier equipo o válvula. Los equipos de protección individual se detallan en el Capítulo 5. *SEGURIDAD*.

**Supervisión:** Revisión periódica del correcto funcionamiento del control de presión y nivel del separador.

**Control:** Todo automatizado. Verificar que el nivel de los depósitos se encuentra dentro de los límites establecidos.

**Operación:** Mantenimiento periódico de las bombas.

#### 9.2.4.2. Zona de la absorción de HCl

La zona de absorción consta de un absorbedor isoterma, un absorbedor adiabático y un separador líquido vapor. La zona contiene HCl en forma de gas que es corrosivo y reacciona con la humedad del aire. Por tanto los operarios que realicen tareas en esta zona deberán llevar puesta una protección adecuada y seguir al pie de la letra los protocolos al manipular cualquier equipo o válvula. Los equipos de protección individual se detallan en el Capítulo 5. *SEGURIDAD*.

**Supervisión:** Revisión periódica del correcto funcionamiento del control de temperatura del absorbedor isotérmico. Revisión y calibración periódica del correcto funcionamiento del control de densidad del separador. Verificar entrada de agua desionizada al sistema. Buscar indicios de corrosión.

**Control:** Todo automatizado. Verificar que el nivel de los depósitos se encuentra dentro de los límites establecidos.

**Operación:** Mantenimiento periódico de las bombas.

### 9.2.5. ÁREA 500: ALMACENAMIENTO DE PRODUCTO

#### 9.2.5.1. Zona almacenamiento HCl anhidro

El cloruro de hidrogeno almacenado está licuado a presión y frío, por tanto el equipo es susceptible al fallo de la refrigeración. La presión durante la operación de llenado de *tube trailer* supera los 40 bar. La zona contiene HCl que es corrosivo y reacciona con la humedad del aire, y además está a presión. Por tanto los operarios

que realicen tareas en esta zona deberán llevar puesta una protección adecuada y seguir al pie de la letra los protocolos al manipular cualquier equipo o válvula. Los equipos de protección individual se detallan en el Capítulo 5. *SEGURIDAD*.

**Supervisión:** Revisión periódica del correcto funcionamiento del control de presión y temperatura. Revisión periódica de los tubos flexibles de carga-descarga y sus válvulas más problemáticas.

**Control:** Mantener el nivel de los tanques dentro de los límites. Control del equipo de refrigeración.

**Operación:** Mantenimiento periódico de las bombas. Toma de muestras para verificar la pureza del producto. Supervisión y carga de *tube trailers*.

#### 9.2.5.2. Zona de almacenamiento de HCl 36%

La solución de agua y HCl al 30% es un ácido corrosivo. Por tanto los operarios que realicen tareas en esta zona deberán llevar puesta una protección adecuada. Los equipos de protección individual se detallan en el Capítulo 5. *SEGURIDAD*.

**Supervisión:** Revisión periódica del correcto funcionamiento de las válvulas de venteo. Revisión periódica de los tubos flexibles de carga-descarga y sus válvulas más problemáticas.

**Control:** Mantener el nivel de los tanques dentro de los límites mediante la rotación de uso.

**Operación:** Mantenimiento periódico de las bombas. Toma de muestras para verificar la pureza del producto. Carga de IBCs y almacenamiento ordenado de los mismos.

#### 9.2.5.3. Zona de almacenamiento de CFC-13

El CFC-13 almacenado está licuado a presión y frío, por tanto el equipo es susceptible al fallo de la refrigeración. La presión durante la operación de llenado de botellas supera los 40 bar. Los operarios deberán extremar la precaución en esta área y deberán poseer un permiso especial, al igual que para el resto de las zonas de almacenamiento. El acceso además de ser restringido deberá hacerse con el equipo

de protección individual correspondiente. Los equipos de protección individual se detallan en el Capítulo 5. *SEGURIDAD*.

**Supervisión:** Revisión periódica del correcto funcionamiento del control de presión y temperatura. Revisión periódica de los tubos flexibles de carga-descarga y sus válvulas más problemáticas.

**Control:** Mantener el nivel de los tanques dentro de los límites. Control del equipo de refrigeración.

**Operación:** Mantenimiento periódico de las bombas. Toma de muestras para verificar la pureza del producto. Llenar botellas

#### 9.2.6. ÁREA 600: SERVICIOS

En el área de servicios está compuesta por el equipo de desionización, la caldera de aceite térmico, las torres de refrigeración, el tanque de nitrógeno criogénico y el sistema de aire comprimido.

Los servicios que requieren de más implicación por parte del personal son el equipo de desionización y las torres de refrigeración.

Del equipo de desionización, los operarios deberán realizar la regeneración de las resinas de intercambio iónico haciéndole pasar una solución de NaCl a contracorriente y el cambio de membranas cuando sea necesario.

En las torres de refrigeración se deberán de encargar de la limpieza y desinfección del agua del circuito cerrado. Se dispone de un sistema de desinfección con hipoclorito para la introducción del mismo de manera constante y, de este modo, mantener la concentración de cloro residual necesaria. Para evitar que las bacterias se hagan resistentes al hipoclorito, los operarios deberán realizar dos veces al año una adición de biocida.

Las operaciones que deberán realizar los operarios en el área de servicios se pueden resumir en las siguientes:

**Supervisión:** Revisión periódicamente las condiciones a las que están trabajando para determinar si el servicio sufre una anomalía.

**Control:** Todo automatizado.

**Operación:** Mantenimiento periódico de las bombas. Regeneración de resinas iónicas. Cambio de membranas de osmosis. Limpieza del prefiltro del aire comprimido. Purga de concentrados en la torre de refrigeración y desinfección de la misma. Supervisión del llenado periódico del tanque de nitrógeno.

## 9.2.7. ÁREA 800:MEDIO AMBIENTE

### 9.2.7.1. Zona de purgas

La zona consta de un separador vapor líquido y un tanque dónde almacenar las purgas líquidas. La zona contiene sustancias corrosivas, tóxicas y reactivas con la humedad del aire, que además están a presión, por tanto los operarios que realicen tareas en esta zona deberán llevar puesta una protección adecuada y seguir al pie de la letra los protocolos al manipular cualquier equipo o válvula.

**Supervisión:** Revisión periódica del correcto funcionamiento de las válvulas de venteo. Revisión periódica de los tubos flexibles de carga-descarga y sus válvulas más problemáticas.

**Control:** Mantener el nivel del tanque de purgas bajo.

**Operación:** Mantenimiento periódico de las bombas. Vaciar tanque de purgas. Toma de muestras para determinar la composición de la purga.

### 9.2.7.2. Zona de venteos

La zona consta de dos scrubbers, depósitos pulmón, tanque de almacenamiento de KOH y un reactor agitado. La zona contiene sustancias corrosivas, tóxicas, cáusticas y reactivas con la humedad del aire. Por tanto los operarios que realicen tareas en esta zona deberán llevar puesta una protección adecuada y seguir al pie de la letra los protocolos al manipular cualquier equipo o válvula.

**Supervisión:** Revisión periódica del correcto funcionamiento de los controles de nivel y caudal. Revisión periódica de los tubos flexibles de carga-descarga y sus válvulas más problemáticas. Detección de posibles fugas del sistema.

**Control:** Nivel del reactor. Nivel del tanque de KOH.

**Operación:** Mantenimiento periódico de las bombas. Hacer mediciones de la salida de gases para determinar la fracción de contaminantes.

La operación del RDTA y filtro prensa es discontinua, por lo que será necesaria la intervención de los operarios.

Una vez el sistema cerrado del segundo depurador de gases detecte que el KOH está al 10%, la solución acuosa será dirigida hacia el RDTA. En este punto, el operario deberá adicionar el  $\text{Ca(OH)}_2$  sólido al reactor mientras está agitando.

La generación del precipitado es instantánea (ver apartado 6.3.1.2. *Emisiones líquidas del Capítulo 6. MEDIO AMBIENTE*), por lo que transcurrido un tiempo prudencial, como operación normal se deberá dirigir el KOH recuperado al depósito de KOH nuevo y el fango hacia el filtro prensa, donde será deshidratado. El agua excedente se recirculará hacia el RDTA.

Cuando la solución acuosa de KOH contenga demasiadas sales de KCl, las cuales no se pueden tratar, el procedimiento varía ligeramente. Tras la precipitación de los fluoruros, toda el agua se dirigirá a la balsa de homogeneización, donde se unirá a los otros corrientes de aguas químicas de la planta, para ser tratada.

#### 9.2.7.3. Balsa de homogeneización

La operación en esta área es escasa, siendo necesario únicamente un control y supervisión de los sensores de conductividad y pH, así como la disposición de reactivo para neutralizar las aguas químicas generadas en planta.