



PLANTA DE
PRODUCCIÓ
D'ÀCID OXÀLIC
DIHIDRAT

Treball Final
de Grau



OxBee

Grau en
Enginyeria Química

Cerdanyola del Vallès, juny 2021
Any acadèmic 2020 - 2021

Tutor: Rafael Bosch

Maria del Mar Agelet Aumedes
Núria Belahnech Pujol
Jordi Duran Macias
Miquel Portet Bové
Judith Sabata Mas
Jaume Teixidó Zabay

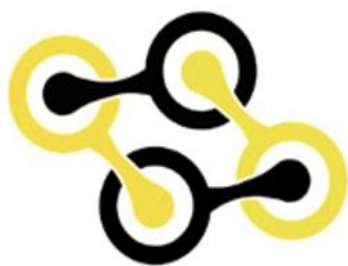


PLANTA DE
PRODUCCIÓ
D'ÀCID OXÀLIC
DIHIDRAT

Treball Final
de Grau

CAPÍTOL VIII

POSADA
EN MARXA



OxBee

Grau en
Enginyeria Química

Cerdanyola del Vallès, juny 2021
Any acadèmic 2020 - 2021

Índex

1.Posada en marxa.....	1
1.1. Introducció	1
1.2 Accions prèvies a la posada en marxa.....	2
1.2.1. Documentació prèvia necessària	2
1.2.1.1. Certificat dels materials	2
1.2.1.2. DQ, IQ i OQ.....	2
1.2.1.3. Manuals dels equips, instruments i accessoris	3
1.2.2. Tasques prèvies	3
1.2.3. Preparació dels serveis externs.....	5
1.2.4. Equips	6
1.2.4.1. Proves hidràuliques i de pressió	6
1.2.4.2. Posada en marxa de bombes.....	6
1.2.4.3. Inertització dels equips	7
1.2.3. Seguretat.....	7
2. Posada en marxa des de zero	8
2.1. Àrea 100 i 200: Descàrrega i emmagatzematge de matèries primes	8
2.2 Àrea 300: Operacions	9
3. Posada en marxa des d'una parada d'emergència	12
4. Posada en marxa des d'una parada planificada	14
5. Bibliografia	16

1. Posada en marxa

1.1. Introducció

La posada en marxa és el procés d'arrencada, regulació, comprovació i equilibrat o calibratge dels equips i sistemes de forma planificada que estan a tota la planta química. També és el moment de verificar que les fases anteriors tant de disseny com muntatge s'han realitzat correctament. La seva durada sol estar relacionada amb la complexitat del procés que es tracti i el temps dedicat a la realització d'una bona planificació. En aquest cas el procés no té una complexitat excessiva, però sempre és bo dedicar un temps prudencial per tal que tot estigui correcte.

La posada en marxa de la instal·lació de producció d'àcid oxàlic és un procés en continu i per tant, l'objectiu és aconseguir i mantenir l'estat estacionari durant el període de temps previst per tal d'arribar a la producció desitjada anual en unes bones condicions.

Abans de realitzar la posada en marxa, es realitzen una sèrie d'accions prèvies amb l'objectiu de garantir el bon funcionament i les condicions d'operació òptimes dels equips i de tota la instrumentació necessària de la planta.

Cal destacar que la posada en marxa no només es realitza quan s'engega per primera vegada la planta (posada en marxa des de zero), sinó que també, en cas de parades per manteniment (posada en marxa després d'una aturada planificada) i d'emergència (posada en marxa després d'una aturada d'emergència).

En les posades en marxa des de zero i després d'una aturada planificada, les accions que s'han de realitzar són les mateixes i són les que s'especifiquen en aquest capítol, però la posada en marxa després d'una aturada d'emergència és molt complexa, ja que és necessari definir com s'ha produït i identificar el problema causant de l'aturada i el nivell de perillositat assolit durant aquesta operació, tot i que en aquest cas, sempre haurà de seguir el pla d'emergència dissenyat sempre a partir d'unes pautes generals en aquests casos.

1.2. Accions prèvies a la posada en marxa

Abans de realitzar la posada en marxa, s'ha de verificar que tot estigui preparat, mitjançant una check-list, per assegurar que tot funcioni correctament i així evitar complicacions innecessàries que puguin tenir lloc en la posada en marxa.

1.2.1. Documentació prèvia necessària

Tots els equips que seran utilitzats en la planta OxBee han hagut de ser prèviament testejats per tal d'evitar possibles errors una vegada estiguin tots en funcionament en el procés de producció d'àcid oxàlic.

Per garantir que aquest test previ ha estat realitzat satisfactòriament, cada instal·lació ha de tenir un document que ho demostri.

Els documents exigits són:

- Certificat de materials.
- DQ, IQ i OQ.
- Manuals dels equips, dels instruments i accessoris.

1.2.1.1. Certificat dels materials

Els certificats dels materials consisteixen en una sèrie de documents signats per l'empresa proveïdora on assegura i verifica que els materials sol·licitats corresponen amb les especificacions i condicions necessàries per dur a terme el procés indicat.

A la planta OxBee la majoria dels equips i accessoris s'han construït amb Acer Inoxidable (ASIS 316), per la qual cosa s'ha de comprovar que s'han rebut totes les certificacions i que s'ajusten a les temperatures i pressions que s'indiquen.

1.2.1.2. DQ, IQ i OQ

- **Qualificació del Disseny (DQ):** és un protocol de verificació que assegura que el disseny del projecte proposat és conforme als requisits i normes de seguretat legals, a més de complir amb els requisits operatius definits pel client i amb el propòsit per al qual s'ha concebut.

- **Qualificació de la Instal·lació (IQ):** és un protocol de verificació que certifica que la instal·lació del projecte ha estat realitzat amb totes les premisses definides en la DQ. Aquest protocol es realitza durant la instal·lació del projecte i s'executa la seva validació al final d'aquesta.
- **Qualificació de l'Operació (OQ):** és un protocol i informe de resultats que verifica que tots els elements del projecte compleixen amb els requisits marcats en la fase de disseny i que es compleix amb els valors marcats de pressió, temperatura, composicions, etc. Aquesta qualificació es pot realitzar en dos escenaris, quan la planta està treballant o quan aquesta està en repòs.

1.2.1.3. Manuals dels equips, instruments i accessoris

Aquests manuals de manteniment i operació són necessaris perquè expliquen com s'han de realitzar els manteniments, les parades i posades en marxa, les reparacions i les consideracions de cada equip. Així per qualsevol cosa que passi es tindrà una guia i unes pautes per actuar segons la situació. Tot i que també hi haurà empreses subcontractades que s'encarregaran de cada equip si és necessari.

1.2.2. Tasques prèvies

Cal dur a terme unes tasques prèvies per a poder aconseguir una posada en marxa, sigui des de zero o des d'una parada correcta i segura. Aquestes accions i consideracions a tenir en compte s'especifiquen en els següents apartats.^[1]

1. Organització

- Organització de la plantilla i els torns.
- Comprovació i actualització dels protocols utilitzats a la planta.
- Comprovació de l'estoc de matèries primeres, catalitzador, instruments, accessoris, serveis i recanvis.
- Comprovació de tota la documentació dels equips, instruments i accessoris utilitzats a tota la planta.

2. Inspeccions

- Inspecció visual de l'interior dels recipients dels equips i tancs.
- Inspecció visual i comprovació del correcte etiquetatge de les canonades.
- Inspecció visual i comprovació del correcte etiquetatge de tots els accessoris.
- Comprovació de la configuració de la instrumentació i elements de programari.
- Inspecció visual i comprovació de la connexió i el senyal del cablejat.
- Comprovació del nivell de la bassa de sistema contra incendis i del nombre d'extintors necessaris a la planta.
- Comprovació de la correcta senyalització de riscos a la planta.
- Comprovació de les mesures anticorrosives de cada equip i línia del procés.
- Comprovació a les zones on es requereixin els materials de protecció dels treballadors.
- Comprovació de l'estat general de la planta.

3. Proves

- Proves de pressió en equips i canonades.
- Proves d'estanquitat en els equips.
- Proves de pas i continuïtat del fluid per les canonades.
- Revisió de fuites i comprovació del funcionament de l'estació de bombament del sistema contra incendis.
- Proves de la instrumentació i el control.
- Prova del sistema elèctric de la planta.

4. Manteniment

- Calibratge de la instrumentació necessària.
- Substitució d'equips, accessoris i instruments que ho requereixin.
- Neteja dels equips.
- Renovació del catalitzador quan sigui necessari.
- Disposició de taller amb totes les eines disponibles.

1.2.3. Preparació dels serveis externs

Els serveis externs són una part fonamental de la planta i és per això que abans de la posada en marxa, s'han de realitzar un seguit de tasques per assegurar el correcte funcionament de la planta.

Les tasques són les següents:

- Assegurar el manteniment general.
- Assegurar la disposició d'energia elèctrica i il·luminació necessària en tota la planta.
- Configurar els interruptors en les subestacions elèctriques.
- Realitzar un test de continuïtat de subministrament.
- Aïllar i purgar línies i àrees.
- Assegurar la disposició del combustible adequat.

Cal destacar que els primers sistemes a posar-se en marxa han de ser els serveis, ja que tot el procés productiu depèn d'ells. A continuació, s'explica la posada en marxa de cada un d'aquests, seguint la prioritat exposada prèviament.

Electricitat: primer s'ha de posar en marxa tot el subministrament elèctric de la planta, després engegar tots els quadres elèctrics de la planta de producció i finalment comprovar que tots els punts de la planta reben un correcte subministrament d'energia.

Aigua de xarxa: primer s'ha d'obrir l'entrada d'aigua de xarxa a la planta, després omplir els tancs necessaris per a l'àrea de serveis i finalment comprovar que no hi hagi cap mena de fuga en tota la instal·lació.

Sistema de refrigeració: primer se subministra l'aigua i l'electricitat al sistema, es comprova que no hi hagi cap mena de fuga i que els ventiladors funcionin correctament i finalment s'arranca el sistema per arribar a les condicions de temperatura i pressió necessàries per al sistema estacionari.

Vapor: primer se subministra al sistema, es comprova que no hi hagi cap mena de fuga i que funcioni correctament i finalment s'arranca el sistema per arribar a les condicions de temperatura i pressió necessàries per al sistema estacionari.

1.2.4. Equips

En aquest apartat es troben explicades les diferents proves que han de realitzar-se a cadascun dels equips abans d'iniciar amb la posada en marxa i s'especificarà l'operació en bombes i compressors.

1.2.4.1. Proves hidràuliques i de pressió

Les proves hidràuliques consisteixen en la introducció d'una barreja d'aigua i pigment per tot el circuit de canonades de la planta. D'aquesta manera, s'aconsegueix localitzar amb facilitat la presència de fuites, porus i errors en les soldadures de canonades, unions, vàlvules, bombes equips i accessoris.

Les proves hidràuliques també permeten comprovar que els equips que han de suportar pes no pateixen vibracions o deformacions mecàniques durant l'operació de la planta.

Aquest procediment es realitzarà una única vegada després de la construcció de la planta per comprovar que tot estigui correctament. Després de realitzar aquesta prova s'ha de purgar l'aigua totalment i assecar tot el circuit del procés amb aire per evitar que quedin restes del pigment en qüestió i pugui afectar a la producció una vegada es dugui a terme la posada en marxa.

A les parades planificades només es realitzaran proves de pressió a causa dels motius explicats anteriorment.

Les proves de pressió són semblants a les hidràuliques i consisteixen en la introducció d'un gas per comprovar que els equips resisteixen la pressió màxima d'operació. Amb aquestes proves també comproves l'estanquitat dels equips i les vàlvules. Si la pressió es manté, vol dir que l'equip és estanc.

1.2.4.2. Posada en marxa de bombes

Les bombes centrífugues, a diferència de les bombes de desplaçament positiu, no són autovessants, per tant, s'haurà de tenir especial cura en el moment de posar-les en marxa.

Per encendre les bombes centrífugues correctament aquestes hauran d'estar prèviament plenes de líquid.

Usualment, si la sortida de líquid i la bomba es troben per sota del nivell del líquid aquest hauria de fluir naturalment fins a la bomba i omplir-la.

Si la situació prèviament esmentada no és possible, una altra opció és fer arribar el líquid fins a la bomba mitjançant diferències de pressió, baixant la pressió després de la bomba i augmentant-la abans, on es trobi el líquid i així es pot aconseguir que el líquid flueixi fins a la bomba.

1.2.4.3. Inertització dels equips

Atès que en el procés productiu es troben reactius o productes que poden arribar a ser inflamables i amb risc d'explosió, és necessària la inertització de diferents equips. Aquesta inertització es realitza introduint nitrogen per eliminar l'aire dels equips.

1.2.3. Seguretat

La seguretat de la planta ha de ser revisada i analitzada abans de realitzar la posada en marxa per assegurar unes condicions de treball favorables.

Les tasques que s'han de realitzar són les següents:

- Comprovar i localitzar totes les ubicacions dels equips contra incendis.
- Comprovar i localitzar les dutxes d'emergència i renta ulls.
- Assegurar unes condicions higièniques acceptables a la planta.
- Disposar d'un protocol d'evacuació en cas d'emergència.
- Revisar els EPI necessaris.
- Disposar de tota la documentació referent als treballadors.

2. Posada en marxa des de zero

La posada en marxa des de zero és aquella la qual es comença amb la primera producció d'àcid oxàlic de la planta fins a arribar a l'estat estacionari. Tot i que els protocols establerts per a la posada en marxa des de zero siguin els mateixos a les posades en marxa de parades programades o d'emergència, hi han diferències entre aquestes degudes al fet que les parades programades o d'emergència poden disposar de tancs mig plens o equips actius, és a dir, poden no implicar una aturada total de la planta.

2.1. Àrea 100 i 200: Descàrrega i emmagatzematge de matèries primes

1. Per verificar els equips de procés i que aquests funcionaran de manera correcta, es fa un primer contacte de la circulació amb aigua, per tant, la primera posada en marxa serà de prova per comprovar el correcte funcionament de tota la línia de procés.
2. Realitzar una prova de control de pressió, pressuritzant el sistema amb nitrogen, per exemple, per comprovar que les vàlvules de seguretat d'escapament funcionen correctament i s'obren quan s'arriba al punt de consigna.
3. En el moment de la posada en marxa s'ha considerat que tota la planta està inoperativa i per tant el primer pas és començar omplint tots els dipòsits d'emmagatzematge.

La càrrega dels sistemes es fa mitjançant una sèrie de camions que es connecten als dipòsits mitjançant una mànega, per tant, gràcies a aquest mètode s'omplirien els tancs d'etilenglicol, dels àcids, el d'aigua i el dipòsit encarregat d'emmagatzemar l'oxigen estarà connectat directament al camió.

4. Un cop s'han omplert els dipòsits, es verifica mitjançant el sistema de control i s'activen les obertures de totes les vàlvules perquè es posin en marxa totes les bombes.
5. S'activen les bombes d'entrada als tancs pulmó, que corresponen a la P-200, P-201, P-202, P-203, P-204 les quals estan doblades per seguretat, però només funcionarà una línia que és la corresponent a l'A.

6. L'objectiu d'aquesta part és arribar a la mescla desitjada per una correcta producció d'àcid oxàlic.

2.2. Àrea 300: Operacions

Per a la zona de reacció:

1. Un cop plens els primers tancs pulmó, el sistema de control acciona automàticament l'altra línia de procés per així aconseguir un estat continu. L'altra línia de procés, consisteix en mentre el tanc pulmó A opera, el tanc pulmó B comença a omplir-se per aconseguir un altre cop la mescla desitjada i així no aturar mai el procés.
2. Mentre aquesta acció es duu a terme, la caldera comença a proporcionar el vapor cap als bescanviadors EX-300, EX-301, EX-302 i EX-303 per així garantir la màxima eficiència possible del procés.
3. Un cop s'ha arribat a la mescla idònia, s'activen les bombes P-300 i P-301 per enviar els fluids cap al reactor passant pels bescanviadors previs.
4. S'obre el bypass dels controls de temperatura dels bescanviadors de calor EX-300, EX-301, EX-302 i EX-303 i se'ls introdueix el fluid i vapor respectivament.
5. Es comproven els paràmetres d'entrada al reactor mitjançant un manòmetre, un termòmetre i un fluxòmetre, per així assegurar les condicions d'operació.
6. Per tal que els reactors mantinguin les condicions d'operació, els chillers són activats i s'encarreguen de bombejar l'aigua per tal que la camisa de refrigeració actuï correctament i es mantingui la temperatura de 80º.
7. Esperar que es completi el temps de residència del reactor amb la vàlvula de sortida tancada. Quan el sensor de nivell detecti que s'ha arribat a l'alçada preestablerta s'obre la vàlvula de sortida.
8. Mentre el reactor s'ha estat omplint, la caldera proporciona el vapor necessari per al bescanviador EX-304, EX-305, EX-306.
9. Després d'aquest bescanviador la línia es bifurca. Un cop arribat a aquest punt el fluid passa pels bescanviadors EX-305 i els evaporadors E-300 i E-301, verificant que els controls de temperatura i de cabal tenen els paràmetres establerts.

Per a la zona de la columna:

1. Quan el cabal entra en els evaporadors E-300, es posen en marxa els compressors K-300 amb la finalitat de subministrar l'àcid nítric i aigua a la columna de destil·lació C-300.
2. Es comprova mitjançant els instruments de mesura que tots els paràmetres són els establerts.
3. S'activen els llaços de control corresponents a la columna.
4. Es tanquen les sortides de la columna mentre aquesta es va omplint i així aconseguir l'operació de reflux desitjada per dur a terme una correcta destil·lació.
5. Es comprova que el nítric condensat i l'aigua estan en les condicions correctes per poder ser recirculats als corresponents destins.

Per la zona dels precipitadors i les centrífugues:

1. Quan es detecta flux a la sortida dels evaporadors E-301, s'activen les bombes P-303 per subministrar el corrent als precipitadors.
2. El corrent entra al precipitador PR-300, omplint-se i duent a terme la cristal·lització de l'àcid oxàlic. Per tal d'aconseguir aquesta cristal·lització abans s'activa la camisa de refrigeració mitjançant els chillers de la zona de serveis.
3. Mitjançant els llaços de control es comprova que el precipitador PR-301 es comença a omplir quan el precipitador PR-300 ja ha estat omplert. Provocant d'aquesta manera la cadena dels precipitadors arribar a un estat semi-batch.
4. Els diferents precipitadors aniran descarregant el producte cap a les centrífugues S-300 que mitjançant els sistemes de control dividiran el cabal al 50%.
5. En l'instant que s'activa la vàlvula de sortida dels precipitadors les centrífugues es posen en marxa.
6. Les centrífugues separen l'àcid oxàlic de la resta de corrent líquid que serà bombejat a l'EDAR gràcies a les bombes P-304. L'àcid oxàlic serà transportat cap a l'assegador mitjançant cargols sense fi.

Per a la zona d'assecatge:

1. Entra l'àcid oxàlic a l'equip mentre que el compressor K-303 s'encarrega de proporcionar l'aire necessari per a l'assecatge.
2. El bescanviador integrat a l'assecador escalfa l'aire que prové de l'exterior per tal d'assecar i purificar l'àcid oxàlic dihidrat.
3. L'àcid oxàlic dihidrat està dins de l'equip el temps de residència necessari per arribar a la humitat donada per l'assecador i finalment s'extrau cap a la dosificadora que s'encarregarà d'omplir els big bags i acabar així la producció.

Per a l'emmagatzematge final d'àcid oxàlic:

1. Es poden fer diferents operacions d'inertització per tal d'així assegurar un correcte emmagatzematge dels big bags.

3. Posada en marxa des d'una parada d'emergència

Tal com s'ha explicat en l'apartat anterior, el funcionament correcte de la planta OxBee seria l'establert, amb tres períodes de parades planificades, una al gener, al maig i una altra al setembre. No obstant això, hi ha la possibilitat d'haver de realitzar parades d'emergència de durada desconeguda les quals provoquen parades del procés de cop i sense cap mena de temps de reacció i poden ser provocades per accidents no controlats, com explosions o incendis, fallides d'equips del procés o per la detecció d'alguna alarma de seguretat.

Una de les causes més comunes i per la qual la planta s'atura per poder evitar algun accident major, és la necessitat de fer una parada curta perquè algun sistema de control automatitzat ha detectat una anomalia pel fet que s'ha superat algun valor de consigna d'alguns dels llaços de control de temperatura, nivell, pressió, etc.

És per aquesta raó per la qual sigui quina sigui l'anomalia detectada per la parada del procés, aquesta haurà de ser detectada i solucionada en el menor temps possible, de manera que hi ha d'haver una planificació prèvia de protocols a realitzar en aquests casos de forma segura i responsable.

Una de les àrees que haurà de seguir activa, tal com passava en les parades planificades, és l'àrea de tractament de gasos i l'EDAR. Això és així, ja que, a causa de l'emergència que hagi aparegut, podrien desprendre mesclures de gasos tòxics i líquids corrosius per exemple d'alguns dels equips, concretament d'alguna columna de destil·lació i que necessitin ser tractats abans de ser expulsats a l'atmosfera.

A més, altres de les àrees que han de romandre parcialment actives seran aquelles en què es necessiti subministrar aigua de servei en el cas que es necessiti com l'àrea de serveis o la bassa d'incendis.

Així mateix, la planta OxBee disposa d'un generador elèctric perquè en cas de fallada en el subministrament de l'electricitat de la planta via transformador es pugui evitar fer una parada d'emergència i una parada del procés.

Un cop s'ha pogut solucionar qualsevol de les anomalies que hagin provocat la parada d'emergència, l'equip d'enginyers de la planta haurà de decidir quin és el



protocol per seguir per a la posterior posada en marxa de manera més segura i eficient, evitant així el mínim de producció perduda possible.

4. Posada en marxa des d'una parada planificada

La planta OxBee està pensada per treballar 320 dies a l'any i disposar d'una producció de 32000 tones anuals d'àcid oxàlic. Sempre que no hi hagi cap mena d'accident pel qual es necessiti realitzar alguna parada d'emergència, estan planificades tres parades de 15 dies cadascuna.

La posada en marxa des d'una parada planificada és pràcticament igual de complexa que la que es realitza des de zero. És molt important fer aquestes parades de la planta durant l'any a causa de la necessitat de fer reposar, per exemple, els motors de molts equips elèctrics que no aguantarien estar operant 1 any sense cap mena de manteniment. Una altra de les operacions necessàries a realitzar en qualsevol dels períodes de parada de planta és la neteja de la majoria dels equips i columnes per així eliminar possibles contaminants que s'hagin pogut formar durant el procés.

El primer pas que es pretén realitzar en planta és la contínua reducció del cabal de matèries primeres del procés provinents de l'àrea 100 i 200 sempre que es pugui. S'evitarà realitzar una parada del procés instantàniament, per la qual cosa cal anar disminuint la quantitat d'àcid oxàlic format, fins que no es formi més producte. És per aquesta raó per la qual un cop el cabal s'hagi reduït fins a un valor, es procedirà a fer servir únicament un dels quatre reactors en operació.

En segon lloc, en les columnes de destil·lació de l'àrea A-300, caldrà augmentar la relació de reflux a causa de la disminució de cabal d'alimentació de columnes. Aquest procediment s'haurà de repetir per a totes les columnes de la planta.

No obstant això, arribarà un punt que el cabal hagi disminuït tant que l'operació de la planta ja no serà viable, a causa que la planta OxBee ha estat dissenyada per a unes certes quantitats de reactius a tractar.

Així mateix, una de les àrees que haurà de seguir activa, sempre que sigui viable, és l'àrea de tractament de gasos i l'EDAR. Això és així, ja que les operacions que es duen a terme per a realitzar l'aturada de la planta, com la despressurització de tot el procés, podrien desprendre mesclades de gasos d'algun dels equips, concretament d'alguna columna de destil·lació.

A més, altres de les àrees que han de romandre parcialment actives seran aquelles en què es necessiti subministrar aigua de servei com la bassa de bombers per exemple.

En tercer lloc, un cop s'ha parat tot el procés, es realitza la purga de líquid de tots i cadascun dels equips i instrumentació, incloent-hi canonades, bombes i bescanviadors de calor, per a la posterior inertització mitjançant nitrogen emmagatzemat i, conseqüentment, poder començar a dur a terme tasques de manteniment de tots els equips del procés. Aquestes tasques inclouen operacions de neteja, però també de possibles reparacions d'equips que, durant el procés, s'hagi detectat que funcionen erròniament.

Finalment, a la durada de les parades planificades cal tenir en compte tres fases ben diferenciades: el temps que es tarda a realitzar la parada total del procés, el temps que es necessita per a fer les tasques de manteniment i/o reparació i, finalment, el temps que es necessitarà per tornar a arrencar el procés i arribar a l'estat estacionari, pel fet que la planta treballa en continu.

5. Bibliografia

[1] *R.H. Perry, W.Green "Perry's Chemical Engineers' Handbook 9th Edition"*,

Consultat el 07/06/2021.

[2] *Apunts Projectes i Seguretat, Clean Rooms Fredlab,*

Consultat el 05/05/2021